

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE CENTRO DE TECNOLOGIA E RECURSOS NATURAIS PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA AGRÍCOLA ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CONSTRUÇÕES RURAIS E AMBIÊNCIA

TESE DE DOUTORADO

COMPÓSITO GEOPOLIMÉRICO ADICIONADO DE VERMICULITA *IN NATURA* PARA REVESTIMENTO DE INSTALAÇÕES RURAIS

ADRIANO DA SILVA FÉLIX

Campina Grande - PB Junho – 2021

ADRIANO DA SILVA FÉLIX

COMPÓSITO GEOPOLIMÉRICO ADICIONADO DE VERMICULITA *IN NATURA* PARA REVESTIMENTO DE INSTALAÇÕES RURAIS

Tese apresentada ao Programa de Pósgraduação em Engenharia Agrícola do Centro de Tecnologia e Recursos Naturais da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos exigidos para obtenção do título de Doutor em Engenharia Agrícola. Área de Concentração: Construções Rurais e Ambiência.

ORIENTADOR: Prof. Dr. José Wallace Barbosa do Nascimento

Campina Grande - PB Junho – 2021

F316c	 Félix, Adriano da Silva. Compósito geopolimérico adicionado de vermiculita <i>in natura</i> para revestimento de instalações rurais / Adriano da Silva Félix. – Campina Grande, 2023. 133 f. : il. color.
	Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2021. "Orientação: Prof. Dr. José Wallace Barbosa do Nascimento". Referências.
	 Construções Rurais e Ambiência. 2. Sustentabilidade. 3. Materiais Não-convencionais. 4. Resíduos da Vermiculita. 5. Ativação Alcalina. I. Nascimento, José Wallace Barbosa do. II. Título.
	CDU 633.21(043)

15/08/2022 10:41

SEI/UFCG - 1681840 - PRPG-Folha de Assinatura para Teses e Dissertações



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE POS-GRADUACAO EM ENGENHARIA AGRICOLA Rua Aprigio Veloso, 882, - Bairro Universitario, Campina Grande/PB, CEP 58429-900

FOLHA DE ASSINATURA PARA TESES E DISSERTAÇÕES

ADRIANO DA SILVA FELIX

COMPÓSITO GEOPOLIMÉRICO ADICIONADO DE VERMICULITA IN NATURA PARA REVESTIMENTO DE INSTALAÇÕES RURAIS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Agrícola como pré-requisito para obtenção do título de Doutor em Engenharia Agrícola.

Aprovada em: 27/07/2021

José Wallace Barbosa do Nascimento - Orientador

José Pinheiro Lopes Neto – Examinador Interno

Fernanda Fernandes de Melo Lopes - Examinadora Externa

Normando Perazzo Barbosa - Examinador Externo

Maria Luiza de Souza Rezende - Examinadora Externa



Documento assinado eletronicamente por JOSE PINHEIRO LOPES NETO, PROFESSOR 3 GRAU, em 10/08/2021, às 15:47, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018.



Documento assinado eletronicamente por Fernanda Fernandes de Melo, Usuário Externo, em 10/08/2021, às 16:23, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018.



Documento assinado eletronicamente por MARIA LUIZA DE SOUZA REZENDE, PROFESSOR(A) DO MAGISTERIO SUPERIOR, em 11/08/2021, às 20:33, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da <u>Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018</u>.

15/08/2022 10:41

SEI/UFCG - 1681840 - PRPG-Folha de Assinatura para Teses e Dissertações



Documento assinado eletronicamente por JOSE WALLACE BARBOSA DO NASCIMENTO, 2007 3 GRAU, em 02/02/2022, às 15:24, conforme horário oficial de Brasília, com fundament caput, da Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade</u>, informando o código verificador **1681840** e o código CRC **84AAA327**.

Referência: Processo nº 23096.049888/2020-14

SEI nº 1681840

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho a minha família, que sempre esteve comigo em todas as minhas decisões, as minhas filhas Sarah Cavalcante e Alice Félix, razão pela qual luto todos os dias para me tornar uma pessoa melhor e a minha companheira Adriana dos Santos, que não mediu esforços para me ajudar nesta caminhada.

AGRADECIMENTOS

A minha FAMÍLIA, que sempre me deu todo apoio para seguir realizando meus sonhos, em especial minha mãe Nazaré, mulher essa que contribuiu bastante para minha formação pessoal e profissional.

Minha namorada Adriana dos Santos, uma pessoa maravilhosa que ao logo desse trabalho me ajudou e esteve comigo em todos os momentos.

Aos Prof. Dr. José Wallace Barbosa do Nascimento e Prof. Dr. Normando Perazzo Barbosa, pelos ensinamentos, pela orientação e dedicação a esse trabalho, pelo exemplo de profissionais e ser humano que são.

Aos professores do Programa de Pós-graduação em Engenharia Agrícola da Universidade Federal de Campina Grande, pelos ensinamentos desenvolvidos em todas as disciplinas.

Aos funcionários do Laboratório de Materiais e Estruturas da UFPB nas pessoas de Delby, Sebastião, Ricardo, Zito, Cláudio Matias e Otoniel (O gato), pelo esforço e atenção que foi disponibilizado na utilização das dependências do laboratório.

Aos funcionários do Laboratório de Pavimentação e Geotecnia (LAPAV) da Universidade Federal da Paraíba - UFPB que sempre estiveram à disposição para a realização dos ensaios.

Ao Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM) da Pós-Graduação de Química da Universidade Federal da Paraíba que tem a Professora Iêda Maria Garcia dos Santos como Coordenadora e que ajudou bastante na realização dos ensaios de DRX.

Ao Laboratório de Síntese e Caracterização de Filmes Finos do Departamento de Energias Renováveis da Universidade Federal da Paraíba que tem a Professora Kelly Cristiane Gomes da Silva como Coordenadora e ajudou na realização dos ensaios de TGA.

Aos funcionários do Laboratório de Construções Rurais e Ambiência -LACRA.

A CAPES pelo financiamento do trabalho por meio de bolsa de estudos

EPÍGRAFE

Nas grandes batalhas da vida, o primeiro passo para a vitória é o desejo de vencer.

(Mahatma Gandhi)

RESUMO

O setor da mineração tem elevada importância no crescimento econômico do Brasil, porém apresenta várias fontes de agressividade para o meio ambiente. Na Paraíba esse mercado se destaca com a exploração da vermiculita, que quando submetido a um processo térmico se expande e é usada em diversos setores da construção rural. Porém seu beneficiamento granulométrico, este mineral gera uma elevada quantidade de resíduo que até o momento não tem aplicação. Dessa forma, o trabalho tem como proposta usar o resíduo em compósito geopolimérico para produção de placas de revestimento com propriedades de isolante térmico para uso em instalações rurais. Foi elaborado um compósito geopolimérico com metacaulim, silicato de sódio, hidróxido de sódio e foram feitas adições do resíduo da vermiculita que variam de 20% a 100% em massa. Na caracterização desse compósito foram realizados ensaios de resistência mecânica (compressão simples e flexão), absorção de água por imersão, perda de massa por imersão e por erosão, condutividade térmica pelo método do condutivímetro K30, comportamento térmico pelo método da mini parede. Para análise química foram realizados os ensaios de difração de raio X, fluorescência de raio X, espectroscopia de infravermelho, termogravimetria, ressonância magnética nuclear e por último microscopia eletrônica de varredura. Os compósitos com adição de 20% e 40% de resíduo de vermiculita tiveram resistência a compressão de 13,2 e 19,9 MPa e resistência a flexão de 3,6 e 6,9 MPa respectivamente. Absorção de água por imersão, perda de massa por imersão e perda de massa por erosão dentro dos estabelecidos pela normatização. Quanto a condutividade térmica os compósitos com 20% e 40% de resíduo registraram 0,156 W/m.K e 0,155 W/m.K valores estes inferiores a condutividade do gesso. No DRX foi possível observar a formação de um perfil amorfo que caracteriza a geração do gel de N-A-S-H e pode ser observado o mesmo comportamento quanto a FTIR e TGA, porém cada compósito teve criação mineralógica destinta. Nos resultados de microestrutura foi possível identificar estrutura que se assemelham com formação do gel N-A-S-H na amostra de referência e com adição de 20% do resíduo, já com 40% além do N-A-S-H foi encontrado também formação de C-S-H. Com esses resultados o compósito se mostra promissor para produção de elementos (placas) para revestimento que contribuam para a melhoria do conforto térmico em instalações ruais

Palavras-chave: Sustentabilidade, materiais não-convencionais, resíduo, ativação alcalina.

ABSTRACT

The mining sector has a high importance in Brazil's economic growth. However, this segment is considered as one of the most aggressive for the environment. In Paraíba this market stands out with the exploration of vermiculite, which when submitted to a thermal process expands and is used in various sectors such as agriculture, water treatment and civil construction. However, in its granulometric processing, this mineral generates a high amount of residue that so far has no application. Thus, the present work aims to use the residue in geopolymeric composite to produce coating plates with thermal insulating properties for use in rural installations. A geopolymeric composite was elaborated with metakaolin, sodium silicate, sodium hydroxide and additions of vermiculite residue ranging from 20% to 100% were made. In the characterization of this composite, mechanical strength tests (simple compression and bending), water absorption by immersion, loss of mass by immersion and erosion, thermal conductivity by the K30 conductimeter method, thermal behavior by the mini wall method were performed. For chemical analysis, x-ray diffraction, X-ray fluorescence, infrared spectroscopy, thermogravimetry, nuclear magnetic resonance and finally scanning electron microscopy were performed. The composites with the addition of 20% and 40% of vermiculite residue had compressive strength of 13.2 and 19.9 MPa and bending resistance of 3.6 and 6.9 MPa, respectively. Water absorption by immersion, loss of mass by immersion and loss of mass by erosion within those established by standardization. As for thermal conductivity, the composites with 20% and 40% of residue registered 0.156 W/m.K and 0.155 W/m.K, which is lower than the conductivity of the plaster. In the XRD it was possible to observe the formation of an amorphous profile that characterizes the generation of N-A-S-H gel, but each composite had untinted mineralogical creation. With these results, the composite is promising to produce elements (plates) for coating that guarantees thermal comfort to rural installations.

Keywords: Sustainability, non-conventional materials, waste, alkaline activation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática da folha tetraédrica.	23
Figura 2 - Representação esquemática das diferentes possibilidades de estruturas de folhas	
octaédricas. Os vértices dos octaedros são ocupados por oxigênios ou por hidroxilas.	(a)
Representação da ocupação das posições nos vértices dos octaedros (oxigênios ou	
hidroxilas) nos casos de posições octaédricas Mcis (hidroxilas numa mesma aresta do)
octaedro) e Mtrans (hidroxilas não se encontram em uma mesma aresta). (b)	
Representação de estruturas de uma folha trioctaédrica (todas as posições octaédricas	
ocupadas por elementos divalentes) e dioctaédrica (apenas dois terços das posições	
octaédricas – as posições Mcis – ocupadas por cátions trivalentes).	25
Figura 3 - Processo de beneficiamento da vermiculita por via seca, indicando em que etapa	ì
ocorre a geração do resíduo fino.	28
Figura 4 – Nomenclatura dos geopolímeros	33
Figura 5 – Coordenação tridimensional do centro de silício	34
Figura 6 – Modelo conceitual para geopolímeros	34
Figura 7 – Várias espécies de sílica dissolvida em função do pH	36
Figura 8 – Modelo conceitual da síntese Geopolimérica proposto por Duxson.	37
Figura 9 – Esquema da transferência de calor de um corpo para outro.	40
Figura 10 – Planejamento experimental da pesquisa	46
Figura 11 – Resíduo da vermiculita usado na pesquisa	47
Figura 12 – Metacaulim utilizado como precursor geopolimérico	48
Figura 13 – Medição do pH das soluções alcalinas	50
Figura 14 – Processo de mistura e moldagem dos corpos de prova	53
Figura 15- a) Molde dos corpos de prova prismáticos b) Esquema com as peças de aresta 4	,0
cm para o ensaio de compressão simples.	54
Figura 16 Prensa hidráulica manual usada na pesquisa.	55
Figura 17 – Moldes para confecção dos corpos de prova para o ensaio de absorção e perda	de
massa por imersão	57
Figura 18 Ensaio de erosão em blocos estabilizado (adaptado por Heathcote, (2003))	58
Figura 19 – Corpos de prova para ensaio do simulador de chuva	59
Figura 20 – Esquema do protótipo do ensaio de perda de massa por erosão	59
Figura 21 - Condutivímetro K30	60

Figura 22 – Esquema interno do funcionamento do condutivímetro.	61
Figura 23 - Equipamento da microscopia eletrônica de varredura	62
Figura 24 – Resultados da granulometria por peneiramento do resíduo da vermiculita	64
Figura 25 – Somatório dos óxidos SiO ₂ +Al ₂ O ₃ encontrados no resíduo da vermiculita	68
Figura 26 – Análise mineralógica do resíduo da vermiculita	69
Figura 27 – Granulometria a laser do percursor metacaulim	71
Figura 28 - Somatório dos óxidos SiO ₂ +Al ₂ O ₃ encontrados no metacaulim.	73
Figura 29 - Análise mineralógica do metacaulim	73
Figura 30 – Gráfico com as médias do resultado de atividade pozolânica com cal aos 7 dias	
realizado com o resíduo de vermiculita e metacaulim.	76
Figura 31 - Amostras antes e depois do ensaio de absorção por imersão.	78
Figura 32 – Porcentagens da perda de massa depois do ensaio de absorção por imersão	79
Figura 33 – Porcentagens da absorção de água por imersão depois de 24 horas	80
Figura 34 – Porcentagem da perda de massa por erosão com o simulador de chuva	82
Figura 35 – Aspecto físico antes do ensaio, depois com o corpo de prova úmido e depois do	
ensaio com o corpo de prova seco (G01, GRV 20 e GRV 40)	85
Figura 36 – Aspecto físico antes do ensaio, depois com o corpo de prova úmido e depois do	
ensaio com o corpo de prova seco (GRV 60, GRV 80 e GRV 100)	86
Figura 37 – Resultados de resistência à compressão simples dos compósitos estudado	87
Figura 38 – Resistência à tração na flexão nos 3 pontos dos compósitos estudados	89
Figura 39 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito G01	92
Figura 40 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito GRV20	92
Figura 41 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito GRV40.	93
Figura 42 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito GRV60.	93
Figura 43 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito GRV80	94
Figura 44 – Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no	
condutivímetro K30 do compósito GRV100.	94
Figura 45 – Difratogramas das composições G01, GRV20 e GRV40	95
Figura 46 - Difratogramas das composições GRV60, GRV80 e GRV100.	98

Figura 47 – Espectros dos compósitos G01, GRV20 e GRV40	101
Figura 48 – Espectros dos compósitos GRV60, GRV80 e GRV100	102
Figura 49 - TGA e DSC do compósito de referência G01	104
Figura 50 - TGA e DSC do compósito GRV40.	106
Figura 51 – Resíduo da vermiculita (A) Imagem com aproximação de 200 vezes, (B) in	nagem
com aproximação de 1.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 3.000 vezes e	(D)
imagem com aproximação de 5.000 vezes	107
Figura 52 – Compósito G01superfície (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B)	
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	109
Figura 53 – Compósito G01 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (E	B)
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	110
Figura 54 – Compósito GRV20 superfície (A) imagem com aproximação de 200 vezes,	(B)
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	111
Figura 55 – Compósito GRV20 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes	s, (B)
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	112
Figura 56 - Compósito GRV40 superfície (A) imagem com aproximação de 200 vezes,	(B)
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	113
Figura 57 – Compósito GRV40 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes	s, (B)
imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000) vezes
e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes	114

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química (%) da vermiculita comercializada no Brasil	26
Tabela 2 – Propriedades do silicato de sódio	50
Tabela 3 – Proporções dos materiais utilizados na produção do ligante alcalino ativa	.do
com o resíduo de vermiculita que gerou o compósito final	51
Tabela 4 – Detalhamento da granulometria do resíduo da vermiculita	65
Tabela 5 – Massa unitária e massa específica do resíduo da vermiculita	66
Tabela 6 – Composição química do resíduo da vermiculita	67
Tabela 7 Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontradas	no
resíduo da vermiculita	69
Tabela 8 – Finura Blaine e massa específica do metacaulim	71
Tabela 9 – Composição química do metacaulim	72
Tabela 10 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontrad	las no
metacaulim	74
Tabela 11 – Valores de consumo de Hidróxido de Cálcio para determinação de ativi	dade
pozolânica de acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2015)	75
Tabela 12 – Média dos resultados de resistência à água, absorção e perda de massa p	oor
imersão.	77
Tabela 13 -Resultados da relação profundidade/tempo do ensaio de erosão	84
Tabela 14 - Condutividade térmica e resistência dos compósitos geopliméricos	90
Tabela 15 – Condutividade térmica de compósitos a base de gesso	91
Tabela 16 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontrad	as
nas composições G01, GRV20 e GRV40.	96
Tabela 17 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontrad	as
nas composições GRV60, GRV80 e GRV100	99

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Aplicações de materiais geopoliméricos em função da razão atômica Si:Al...... 51

LISTA DE ABREVIATURAS

CSH- Silicato de Cálcio Hidratado CTC - Capacidade de troca de cátions DRX- Difração de Raio X FRX- Fluorescência de Raio X GO- Goiás IAP- Índice Atividade Pozolânica IBGE – Instituto de Geografia e Estatística LABEME - Laboratório de Ensaios de Materiais e Estruturas LACOM- Laboratório de Análises Químicas LACRA - Laboratório de Construções Rurais e Ambiência MK- Metacaulim mm - Milímetros MME- Ministério de Minas de Energia NBR - Norma Técnica PB - Paraíba PI- Piauí PIB - Produto Interno Bruto **OS** - Polisialato PSDS - poli (sialato - disiloso) PSS - poli (sialato-siloso) PVC - Policloreto de Vinila TC - Tijolo Cerâmico t- Tonelada UFCG - Universidade Federal de Campina Grande UFPB - Universidade Federal da Paraíba ICDD - Centro Internacional para Dados de Difração

SUMÁRIO

RESUMO	VII
ABSTRACT	VIII
LISTA DE FIGURAS	IX
LISTA DE TABELAS	X
LISTA DE QUADROS	XI
1. INTRODUÇÃO	18
1.1 JUSTIFICATIVA	19
1.2 OBJETIVOS	20
1.2.1 OBJETIVO GERAL	20
1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
2.1 VERMICULITA	21
2.1.1 ESTRUTURA CRISTALINA DA VERMICULITA	22
2.1.2 JAZIDAS	26
2.1.3 RESÍDUO DA VERMICULITA	27
2.1.4 APLICAÇÕES DA VERMICULITA EXPANDIDA NA INDÚSTRIA	28
2.1.4.1 AGRICULTURA	29
2.1.4.2 INDUSTRIA SIDERÚRGICA	29
2.1.4.3 COMPONENTES PARA A INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA	30
2.1.4.4 VERMICULITA E SEU USO NA NUTRIÇÃO ANIMAL	30
2.1.4.5 PROTEÇÃO AMBIENTAL E TRATAMENTO DE RESÍDUOS LÍQU 30	IDOS
2.1.4.6 CONSTRUÇÃO CIVIL	31
2.2 LIGANTES GEOPOLIMÉRICOS	31

2.2.1	I NOMENCLATURAS DOS GEOPOLÍMEROS	
2.2.2	2 SÍNTESE GEOPOLIMÉRICA	
	2.3 CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE COM AGREGADO	DE
VER	RMICULITA	
2.4	PROPRIEDADES FÍSICAS DE ENERGIA TÉRMICA	
2.4.1	I CONVECÇÃO	
2.4.2	2 RADIAÇÃO	41
2.4.3	3 CONDUÇÃO	41
2.5	CAPACIDADE TÉRMICA DOS MATERIAIS	42
3.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DA PESQUISA	44
3.2	RESÍDUO DA VERMICULITA	47
3.2.1	I CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA	47
3.3	METACAULIM (MK)	48
3.3	ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA DO RESÍDUO DA VERMI	CULITA E
DO N	METACAULIM	
3.4	SOLUÇÕES ALCALINAS	49
3.5	LIGANTE GEOPOLIMÉRICO	51
3.6	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E TRAÇÃO NA FLEXÃO EM 3 53	PONTOS.
3.8.1	U DURABILIDADE	
3.7.1 MAS	.1 RESISTÊNCIA A AÇÃO DA ÁGUA, ABSORÇÃO DE ÁGUA E PE SSA POR IMERSÃO	RDA DE
3.5.1	I PERDA DE MASSA POR EROSÃO (SIMULADOR DE CHUVA)	57
3.8	DESEMPENHO TÉRMICO	60
3.8 3.8.1	DESEMPENHO TÉRMICO I CONDUTIVIDADE TÉRMICA (CONDUTIVÍMETRO K30)	60 60
3.8 3.8.1 3.9	DESEMPENHO TÉRMICO I CONDUTIVIDADE TÉRMICA (CONDUTIVÍMETRO K30) CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURA DOS MAT	60 60 TERIAIS E

3.9.1	ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIO – X (FRX)61
3.9.2	DIFRAÇÃO DE RAIO – X (DRX)61
3.9.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)62
	3.9.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E CALORIMETRIA
EXPI	LORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)62
3.9.5	ESPECTROSCOPIA POR INFRAVERMELHO63
4.5.1	PERDA DE MASSA POR EROSÃO (SIMULADOR DE CHUVA)82
4.5.1	RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO SIMPLES DOS COMPÓSITOS86
	4.5.2 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO NOS 3 PONTOS DOS
COM	IPÓSITOS
4.6.1	CONDUTIVIDADE TÉRMICA DOS COMPÓSITOS90
4.7.1	ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIO X (DRX)95
4.7.2	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO (FTIR)100
	4.9.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E CALORIMETRIA
EXPI	LORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)103
4.7.6	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)107
5.	CONCLUSÕES115
6.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS117
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS118

1. INTRODUÇÃO

As atividades industriais sempre têm como consequência alguma agressão ao meio ambiente, e uma delas se deve à geração de resíduos. Ultimamente, os impactos ambientais gerados pelo setor industrial têm aumentado bastante e tem sido proporcional ao crescimento econômico de diversos segmentos. Por outro lado, o setor da construção civil destaca-se pelo grande potencial para absorver vários tipos de resíduos industriais, podendo contribuir assim para a preservação do meio ambiente.

As constantes mudanças no processo de produção de materiais ocorridas ao longo do tempo, tais como a utilização de resíduos industriais, despertou interesse no desenvolvimento de materiais não-convencionais que permitissem sua aplicação na construção civil. Os resíduos gerados pelas atividades industriais são de responsabilidade de seus geradores que são obrigados a cuidar do gerenciamento, transporte, tratamento e destinação final. É nesse contexto que os conceitos de resíduo e rejeito se diferem: o resíduo pode ser trabalhado para se obter outras funções tanto na reutilização como na reciclagem; já o rejeito é caracterizado como não utilizável.

A indústria da mineração no Brasil e no mundo está inserida como uma grande geradora de resíduos e rejeitos. No estado da Paraíba pode-se citar as produtoras de Caulim, Bentonita, Barita, Quartzo e Vermiculita. Na região do Sertão Paraibano, o município de Santa Luzia tem destaque por ser o 4ª maior produtor de Vermiculita do Brasil. Este segmento industrial chega a gerar em média até 15% de resíduo, que é proveniente das impurezas contidas no mineral extraído. Algumas mineradoras têm uma produção de extração diária superior a 20 toneladas, que resulta em grandes quantidades de material que não é aproveitado e disposto em lugares inadequados.

Com o objetivo de reduzir o impacto na produção de novos materiais é importante o desenvolvimento de soluções projetuais que minimizem os impactos ambientais e maximizem a conservação dos recursos naturais decorrentes do uso e da produção destes insumos. As técnicas construtivas utilizadas na construção civil estão referenciadas a períodos em que a preocupação com o meio ambiente não era um assunto prioritário. Processos que ignoram as necessidades de adequação às questões ambientais são aplicáveis frequentemente na construção civil. Diante deste contexto, pesquisas em diversos setores vêm sendo desenvolvidas buscando soluções que minimizem estes fatos. Deve ser salientado que a utilização de matérias primas alternativas traz grandes benefícios ambientais e financeiros, evitando a extração, transporte de

matéria prima e os seus custos decorrentes. Assim, a reutilização dos resíduos da mineração traria soluções para destinação final de materiais geralmente descartados de forma inadequada no meio ambiente.

Nessa ótica, foi estudado a viabilidade técnica da incorporação do resíduo da vermiculita em compósitos para a produção de placas para revestimento externo em alvenaria visando promover melhor condições de conforto térmico em instalações rurais tendo em vista a grande importância do setor agrícola no crescimento econômico do país.

1.1 JUSTIFICATIVA

O setor da mineração no Brasil tem grande importância na geração de emprego e renda, e atualmente tem participação de aproximadamente 8% do Produto Interno Bruto (PIB), que é a soma de todas as riquezas produzidas no país de acordo com dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2016). Com o crescimento desse mercado nos próximos anos estima-se que essa contribuição chegue à 10% no ano de 2020. Essa expansão do setor da mineração acarretará crescimento direto do volume de resíduo produzido para esse tipo de atividade econômica.

Na Paraíba a extração da vermiculita tem destaque no setor da mineração, tendo em vista que o estado é considerado o maior produtor no Brasil. Esse material quando beneficiado tem um grande valor agregado, pois apresenta diversas aplicações. Porém, no atual momento não existe aplicação para os resíduos provenientes do processo de extração e britagem (poeira), que acaba resultando em impactos ambientais nas localidades onde ficam as jazidas.

Pensando no desenvolvimento do setor, faz-se necessário a busca por técnicas de reaproveitamento e reciclagem desses resíduos (poeira) para tonar a indústria da mineração um segmento mais sustentável possível. Dessa forma esse estudo propõe a utilização do resíduo da vermiculita na produção de placas para revestimento externo, que aplicadas em construções rurais possibilitem melhor conforto das instalações e consequentemente aumente a produtividade animal e vegetal.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 OBJETIVO GERAL

Estudar a viabilidade do uso do resíduo da vermiculita na produção de placas para revestimento de paredes que proporcione melhoria no conforto térmico nas instalações rurais, utilizando-se ligantes geopoliméricos.

1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

(i) - Caracterizar física e quimicamente as propriedades dos materiais usados na pesquisa;

(ii) - Otimizar a composição do ligante geopolimérico com a relação Si:Al determinada a partir das características dos materiais usados;

(iii) - Verificar os efeitos da variação da quantidade do resíduo da vermiculita na resistência à compressão, flexão, durabilidade e condutividade térmica das composições estudadas;

(iv) – Verificar se o resíduo da vermiculita promove modificações químicas na estrutura do geopolímero;

(v) – Caracterizar química e mecanicamente os materiais sintetizados;

(vi) – Analisar se o resíduo da vermiculita promove modificações na morfologia microestrutural do compósito.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nesse capítulo é abordada uma revisão da literatura sobre o tema do estudo. A revisão está dividida em cinco partes: Vermiculita, ligante geopolimérico, materiais isolantes térmicos obtidos a partir de geopolímeros com vermiculita, propriedades físicas de energia térmica e capacidade térmica dos materiais.

2.1 VERMICULITA

O nome vermiculita é derivado do latim vermiculus que significa pequeno verme e se deve ao fato de que esse material se expande quando exposto a altas temperaturas e suas partículas tomam formas semelhantes a vermes (NUNES, 2014). Uma representação geral da célula unitária do mineral pode ser expressa pela fórmula: (Mg, Fe)₃ [(Si, Al)₄ O₁₀] [OH]₂ 4H₂O.

Dependendo da origem geológica (que é influenciada tanto pelo tipo de rocha de origem, quanto pelas condições hidrogeológicas atuantes durante o processo de formação), a composição química de cada ocorrência específica de vermiculita pode variar. Devido a essa variedade de composições químicas, diferentes fórmulas de meia cela unitária são mencionadas na literatura. Como por exemplo, são apresentadas as seguintes, retiradas da compilação publicada por Valásková e Martynková (2012):

1. [Mg]_{0,41} (Si_{2,86} Al_{1,14}) (Mg_{2,83} Al_{0,15} Fe³⁺_{0,02}) O₁₀ (OH)₂. _{3,72} H2O - Llano, Texas;

2. [Mg]_{0,32} (Si_{2,72} Al_{1,28}) (Mg_{2,36} Al_{0,16} Fe_{0,58}) O₁₀ (OH)₂ . 4,32 H2O - Quênia;

3. $[Mg_{0,39} Ca_{0,02}]$ (Si_{2,72} Al_{1,28}) (Mg_{2,59} Fe²⁺_{0,03} Al_{0,06} Fe³⁺_{0,24} Ti_{0,08}) O₁₀ (OH)₂.·_{4,7} H2O - Santa Olalla, Espanha;

4. [Mg]_{0,235} (Si_{2,83} Al_{1,17}) (Mg_{2,01} Al_{0,20} Fe²⁺_{0,16} Fe³⁺_{0,40} Ti_{0,14}) O₁₀ (OH)₂ - Ojen, Espanha;

5. $[Mg_{0,35} Ca_{0,01} Na_{0,01}]$ (Si_{2,64} Al_{1,36}) (Mg_{2,38} Fe²⁺_{0,02} Al_{0,06} Fe³⁺_{0,51} Ti_{0,03}) O₁₀ (OH)_{2.4,9}H2O - Letovice, República Tcheca;

6. $[Ca_{0,09} Na_{0,21} K_{0,50}] (Si_{3,02} Al_{0,98}) (Mg_{2,27} Al_{0,12} Fe^{3+}_{0,28} Fe^{2+}_{0,05} Ti_{0,07}) O_{10} (OH)_2$ - China;

7. $[Ba_{0,29} Ca_{0,08} K_{0,14}]$ (Si_{3,02} Al_{0,79} Ti_{0,05} Fe³⁺_{0,14}) (Mg_{2,50} Fe²⁺_{0,38} Fe³⁺_{0,09}) O₁₀ (OH, F)₂ - Palabora, África do Sul.

A vermiculita é um silicato hidratado de magnésio, alumínio e ferro que apresenta uma estrutura micáceo-lamelar com clivagem basal. O termo vermiculita é utilizado também para designar comercialmente um grupo de minerais micáceos constituídos por cerca de dezenoves

variedades de silicatos hidratados de magnésio e alumínio, com ferro e outros elementos (RASHAD, 2016).

Até alguns anos atrás, o termo vermiculita era muito mal definido, sendo aplicado a todo mineral micáceo-lamelar que fosse capaz de expandir ou esfoliar quando aquecidos. Através de estudos químicos e estudos da difração de raio-X, foi demonstrado que muitos minerais até então classificados como vermiculitas eram, na verdade, camadas interestratificadas de mica-vermiculita e clorita-vermiculita, que depois foi comprovado que também poderia ocorrer interestratificações ternárias e quaternárias de vermiculita com ilita, clorita e/ou montmorilonita. Além disso, também existe mistura lateral de vermiculita e clorita dentro da mesma estrutura. Dessa forma, existe uma grande variabilidade na estrutura cristalina dentro de uma mesma jazida, fazendo com que a sua caracterização mineralógica se torne bastante difícil (SANTOS, 1992).

2.1.1 ESTRUTURA CRISTALINA DA VERMICULITA

A vermiculita tem sua estrutura composta por superficies lamelares de silicatos, intercaladas com camadas de água 2:1. Devido a essa formação, quando aquecida entre 650 e 1000°C apresenta uma curiosa propriedade de expansão, devido à brusca transformação da água em vapor; a pressão exercida pelo vapor promove o afastamento das lamelas e uma deformação axial do mineral. Este fenômeno, chamado de esfoliação, promove um aumento no volume inicial do mineral bruto, que pode variar entre 15 e 30 vezes. (UGARTE, et. al., 2005; LESCANO, et al., 2013).

A vermiculita é um mineral do grupo dos filossilicatos. A maioria desses silicatos, incluindo a vermiculita, tem cristais com morfologia lamelar, daí o nome do grupo (do grego $\varphi \delta \lambda o - phyllo$, folha). Essa morfologia é originada pela estrutura cristalina, que é formada pela união de folhas tetraédricas (termo em inglês: *tetrahedral sheets*) planas de sílica (SiO4) e de folhas octaédricas igualmente planas (termo em inglês: *octahedral sheet*) de alumina. A essa união de duas ou mais folhas se dá o nome de "camada" (termo em inglês: *layer*). (HINDMAN, 2006; ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

As folhas tetraédricas são formadas por três planos de átomos:

 um plano de átomos de oxigênio, chamados de oxigênios basais, que constituem três dos quatro vértices dos tetraedros que formam a folha;

- um segundo plano de átomos que passa pelos centros dos tetraedros, onde estão presentes comumente átomos de silício, mas essas posições também podem ser ocupadas por átomos de elementos trivalentes (os mais comuns são Al e Fe);
- um terceiro plano, formado pelos átomos de oxigênio que são os vértices restantes dos tetraedros e que são chamados de oxigênios apicais.

A Figura 1 mostra uma representação esquemática de uma folha tetraédrica.



Figura 1 - Representação esquemática da folha tetraédrica.

Fonte: adaptado de Brigatti et al. (2006).

Nessa estrutura, a vermiculita possui o íon de magnésio Mg²⁺ como cátion trocável que ocupa as posições octaédricas e que pode ser substituído por Fe³⁺, Fe²⁺ e Al³⁺. Os íons de magnésio interlamelares são cercados de moléculas de água (SANTOS, 1992; RASHAD, 2016).

As folhas octaédricas também são formadas por três planos de átomos, e podem apresentar diferentes configurações de estrutura, ao contrário das folhas tetraédricas. De acordo com Brigatti et al. (2006) os três planos de átomos que as constituem são os seguintes:

Um plano de átomos de oxigênio e de hidroxilas. Os átomos de oxigênio são os mesmos oxigênios apicais da folha tetraédrica, que são compartilhados entre as duas folhas, e os vértices restantes da folha octaédrica presentes nesse plano são ocupados por hidroxilas. Quando as hidroxilas estão em uma mesma aresta, o octaedro é chamado de M_{cis}, e quando as hidroxilas não estão em uma mesma aresta, o octaedro é chamado de M_{trans}.

- Um segundo plano de átomos que passa pelos centros dos octaedros, onde podem estar presentes átomos de elementos di- ou trivalentes. Dependendo dessa ocupação, as folhas octaédricas podem ser de dois tipos:
 - Folhas Trioctaédricas: as posições nos centros dos octaedros são ocupadas principalmente por elementos divalentes tais como Mg^{2+,} Fe^{2+,} Ni^{2+,} Zn²⁺ ou Ca^{2+.} Pelo fato de a ocupação ocorrer com átomos divalentes, todas as posições centrais dos octaedros (chamadas de posições octaédricas) estão ocupadas;
 - Folhas Dioctaédricas: as posições nos centros dos octaedros são ocupadas principalmente por elementos trivalentes tais como Al³⁺, Fe³⁺, ou Cr³⁺. Pelo fato da ocupação se dar com átomos trivalentes, apenas dois terços das posições octaédricas estão ocupadas aquelas que correspondem aos octaedros M_{cis} (as posições octaédricas M_{trans} estão vazias);
- Um terceiro plano de átomos, que pode conter oxigênios e hidroxilas ou apenas hidroxilas, dependendo do tipo de filossilicato. No caso de filossilicatos com camadas 1:1 (também chamadas na literatura de camadas T:O), formados pela união de uma folha tetraédrica a uma folha ocatédrica, esse terceiro plano é formado por hidroxilas; no caso de filossilicatos com camadas 2:1 (também chamadas na literatura de camadas T:O:T), compostos por duas folhas tetraédricas envolvendo uma folha octaédrica.

A Figura 2 mostra diferentes esquemas de possibilidades de folhas octaédricas.

Figura 2 - Representação esquemática das diferentes possibilidades de estruturas de folhas octaédricas. Os vértices dos octaedros são ocupados por oxigênios ou por hidroxilas. (a)
Representação da ocupação das posições nos vértices dos octaedros (oxigênios ou hidroxilas) nos casos de posições octaédricas Mcis (hidroxilas numa mesma aresta do octaedro) e Mtrans (hidroxilas não se encontram em uma mesma aresta). (b) Representação de estruturas de uma

folha trioctaédrica (todas as posições octaédricas ocupadas por elementos divalentes) e dioctaédrica (apenas dois terços das posições octaédricas – as posições Mcis – ocupadas por cátions trivalentes).



Fonte: Adaptado de Brigatti et al. (2006); Rojas-Ramirez, (2019).

A vermiculita pode se apresentar como um material de estrutura escamosa, de coloração que varia do dourado ao esverdeado e densidade de 2,5 a 2,7 g/cm³ quando no estado natural e de 0,06 a 0,2 g/cm³ quando expandida, dependendo da granulometria e do método de expansão. Suas propriedades de superfície, somadas aos altos valores de área superfícial específica, porosidade e carga superfícial negativa fazem deste um material adequado para o uso como adsorvente de grande potencial (LIN, 1998; WINSTON, et. al., 2016).

Devido a expansão gerada no processo de queima, a vermiculita passar a ter maior volume de vazios nos seus grãos, que fornece ao material propriedades de isolante térmico e acústico. Além disso, o produto obtido pelo processo de expansão é resistente ao fogo, inodoro, possui baixa densidade, não irrita a pele nem os pulmões, não é condutor elétrico, é resistente a decomposição e pode absorver água até 5 vezes o seu peso (SANTOS, 1992; MIKULICA, et. al., 2016).

2.1.2 JAZIDAS

No Brasil existem jazidas de vermiculita nos estados da Bahia, Minas Gerais, Goiás, São Paulo, Paraná, Piauí e Paraíba. De acordo com o MME – Ministério das Minas e Energia -2015, o Brasil chega a produzir aproximadamente 26.500 t/ano e essa vermiculita tem sido usada, principalmente, no mercado interno como isolante térmico e acústico, onde compreende 76% do uso para essas finalidades (NUNES, 2014). Apenas 12% da vermiculita produzida é expandida e disponibilizada no mercado com diversos nomes. Essa vermiculita expandida vem sendo usada na indústria de concretos leves, argamassas para reboco, argamassa termo isolantes e na agricultura (PERALTA, 2009; AZEVEDO, 2017).

A composição da vermiculita encontrada em alguns lugares do país é demostrada na Tabela 1 abaixo.

Composto	Santa Luzia - PB	Sancrelândia - GO	Massapê - PI
SiO ₂	42,8	40,4	45,1
MgO	19,9	18,3	23,6
Al ₂ O ₃	6,8	13,0	10,2
Fe ₂ O ₃	6,7	8,5	5,8
K ₂ O	4,6	3,7	0,5
Na ₂ O	1,0	2,5	0,1
CaO	0,56	1,4	3,6
MnO	0,11	0,12	-
TiO ₂	0,86	1,0	0,7
NiO	0,29	0,21	-
BaO	-	-	0,2
Cr ₂ O ₃	0,45	0,31	-
H ₂ O (total)	15,93	10,40	10,20
Total	100	100	100

Tabela 1 - Composição química (%) da vermiculita comercializada no Brasil

Fonte: Ugarte, et al., 2005.

O Brasil detém 11% das reservas mundiais de vermiculita e ocupa, atualmente, a quarta posição mundial na produção, com 5%. A produção nacional se concentra apenas em quatros produtores com um crescimento na ordem de 35% nos últimos anos.

2.1.3 RESÍDUO DA VERMICULITA

Geralmente as empresas do setor de mineração de vermiculita realizam o processo de extração e britagem do material a céu aberto. As técnicas de beneficiamento são baseadas em algumas propriedades do minério, tais como forma, densidade, composição e resistência à fragmentação (HINDMAN, 2006). No processo de beneficiamento, o minério vermiculita é extraído por escavação ou explosão, onde depois disso ele é britado e passa por uma grelha para separação do material mais grosso. Na sequência, o minério passante é seco, peneirado e separado em faixas granulométricas (mínimo de 80% retido): grossa (4 mm - 8 mm), média (2 mm - 4 mm) e fina (1 mm - 2 mm), superfino (0,5 mm e 1 mm), mícron (abaixo de 0,5 mm) (ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

O material que não se enquadra nessas frações, é direcionado para um moinho para a realização de uma nova cominação e retorna para as peneiras. O material mais fino passa por um aeroclassificador, sendo coletado, e o produto remanescente é descartado no processo: essa fração é um resíduo fino que ainda não possui aplicação em larga escala e que, por este motivo, atualmente é descartado (ROJAS-RAMÍREZ, 2019). A Figura 3 mostra o esquema de beneficiamento do minério vermiculita.





Fonte: Adaptado de HINDMAN (2006) e Rojas-Ramírez (2019).

2.1.4 APLICAÇÕES DA VERMICULITA EXPANDIDA NA INDÚSTRIA

Devido as características que o mineral vermiculita expandida tem, ele é usado em diversos setores industriais, tais como: agricultura, siderúrgica, indústria automobilística, nutrição animal, proteção ambiental, produção de polímeros e tintas e construção civil.

A utilização do resíduo da vermiculita (vermiculita fina sem expansão) ainda não tem aplicação na indústria e tem poucos registros na literatura internacional sobre o seu uso em um determinado tipo de produto. Até a elaboração desse trabalho só foram encontrados dois trabalhos que fizeram o uso desse resíduo, sendo o primeiro usado em composições de argamassas para aplicações em instalações rurais, onde foi analisado a seu desempenho

termomecânico (DIAS, 2018) e o segundo onde o resíduo foi usado para substituir parcialmente o Cimento Portland como adições pozolânicas (ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

2.1.4.1 AGRICULTURA

O mineral vermiculita expandida têm diversas propriedades que são valorizadas pela agricultura (BRASIL MINÉRIOS, 2016), algumas delas são listadas a seguir:

- Elevada capacidade de troca de cátions (CTC), que diminui a perda de fertilizantes por lixiviação;
- Alta capacidade de retenção de água;
- Baixa densidade;
- Ausência de toxicidade, já que quando é produzida a altas temperaturas é estéril e evita o desenvolvimento de micro-organismos prejudiciais às culturas agrícolas;
- Isolamento térmico, quando protege as sementes, principalmente com mudanças bruscas de temperatura;
- Favorece a aeração dos substratos de cultura, o que facilita o desenvolvimento de raízes;
- Fertilizantes: pode ser empregada como substrato para fertilizantes, que são liberados mais lentamente às culturas.

2.1.4.2 INDUSTRIA SIDERÚRGICA

Devido a vermiculita expandida ser incombustível e ter um ponto de fusão na ordem de 1350°C ela é usada como cobertura de metais líquidos. Nessa aplicação industrial, a vermiculita é espalhada em sua forma não expandida na superfície do metal líquido; quando a vermiculita entra em contato com o metal (que está em elevada temperatura) acontece a absorção de calor e a expansão térmica da vermiculita. Com isto forma-se uma crosta que atua como camada isolante, evitando perdas térmicas. Essa aplicação é especialmente recomendada para aços com baixo teor de carbono (MME, 2009; ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

Existem outras aplicações da vermiculita devido a sua capacidade de isolamento térmico, tais como:

 Uso no isolamento térmico de fornos, muflas, estufas, tanques, caldeiras, reatores, turbinas e outros, tanto a granel preenchendo vazios ("loose-fill"), quanto na forma de tijolos e peças isolantes moldadas para uso como camada "back-up" de materiais refratários;

- Uso na proteção contra o fogo de estruturas e anteparas navais, seja em navios ou em plataformas de extração de petróleo;
- Uso em cabeças quentes de moldes de fundição, para normalizar o esfriamento do material fundido.
- Uso na cobertura de tanques de galvanoplastia para evitar a perda de calor (MME, 2009).

2.1.4.3 COMPONENTES PARA A INDÚSTRIA AUTOMOBILÍSTICA

A vermiculita é um componente utilizado na composição de massas para pastilhas de freio. De tais características se destacam a baixa abrasividade, resistência térmica, incombustibilidade e baixa reatividade química. É uma alternativa segura é relativamente barata para substituir o amianto. Pode ser utilizada para a produção de coberturas incombustíveis e isolantes em escapamentos e juntas, quando moída finamente ou delaminada (MME, 2009; ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

2.1.4.4 VERMICULITA E SEU USO NA NUTRIÇÃO ANIMAL

De acordo com o relatório técnico 48 – Perfil da Vermiculita, do Ministério de Minas e Energias - MME no ano de 2009, a vermiculita é empregada, na forma de vermiculita expandida, como carga para uma ampla variedade de nutrientes, ácidos graxos, vitaminas e antibióticos utilizados na preparação de aditivos para ração animal. Isto pode ser feito pela sua elevada capacidade absorvente e manutenção das características de trabalhabilidade dos produtos nos quais é inserida, e pelo fato da vermiculita não ser tóxica e não entrar em decomposição (BRASIL, 2009; ROJAS-RAMÍREZ, 2019).

2.1.4.5 PROTEÇÃO AMBIENTAL E TRATAMENTO DE RESÍDUOS LÍQUIDOS

A vermiculita expandida é utilizada em proteção ambiental devido à sua elevada capacidade de absorção, o que é atribuído a sua estrutura esponjosa. Dessa forma sendo empregada para contenção de ampla variedade tanto de resíduos e efluentes líquidos orgânicos (petróleo e produtos petroquímicos, tratamento de água e esgoto) e inorgânicos (produtos tóxicos e/ou corrosivos), em vazamentos acidentais de líquidos perigosos ou altamente poluentes, como por exemplo, o petróleo (MEDEIROS et al., 2009).

2.1.4.6 CONSTRUÇÃO CIVIL

O uso de vermiculita expandida em Construção Civil está baseado em sua baixa densidade o que possibilita a produção de concretos leves (chamados em inglês de "*lightweith aggregate concretes*", LWAC), produzidos com o uso de agregados leves tais como argila expandida, vidro expandido, perlita e vermiculita expandida estão disponíveis no mercado, e tem como características principais não apenas o baixo peso, mas também as propriedades de isolamento térmico e acústico.

São encontradas na literatura técnico-científica aplicações para a vermiculita expandida em Construção Civil, tais como:

- Concretos isolantes sílico-aluminosos projetáveis;
- Agregado para concretos leves, utilizados como contrapiso ou enchimento de lajes metálicas (forma de laje) (BRASIL, 2009);
- Em forros minerais ou de fibra de madeira, em enchimento de espaços em alvenaria (BRASIL, 2009) e em argamassa leve para enchimento de rebaixos sobre lajes (BRASIL MINÉRIOS, 2016);
- Na composição de argamassas acústicas e térmicas de revestimento de paredes, tetos e revestimentos de lajes sob o telhado em climas quentes (BRASIL, 2009);
- Painéis compostos leves com vermiculita expandida como agregado leve em conjunto com um geopolímero como ligante. Os resultados mostram que estes painéis podem ser produzidos com uma densidade satisfatória e propriedades mecânicas e térmicas semelhantes à de outros materiais utilizados no setor da construção civil (MEDRI et al., 2015);
- A vermiculita também é usada a granel dentro de blocos de concreto ou sob assoalhos para isolação térmica e acústica (BRASIL, 2009).

2.2 LIGANTES GEOPOLIMÉRICOS

Com origem na França o ligante alcalino ativado foi desenvolvido na década de 70 pelo estudioso da área Joseph Davidovits, e por meio de difratogramas de raio-X foi produzido um material amorfo de aluminosilicato e soluções altamente alcalinas, de onde resultou no termo geopolímero. Termo usado devido a estrutura química formada pela dissolução dos aluminosilicato, onde "geo", refere-se à natureza da matéria do material inorgânico e

"polímero", refere-se a estrutura equivalente a de polímeros orgânicos, já que a descoberta surgiu em pesquisas envolvendo polímeros inorgânicos, que servissem de material ligante alternativo em meio à crise energética da época (DAVIDOVITS, 1979; DAVIDOVITS, 1985; DAVIDOVITS, 1987; DAVIDOVITS, 1991). Os geopolímeros tem sido também denominado de cimentos ativados alcalinamente (PALOMO E DE LA FUENTE, 2003; ROY, 1999), cerâmica alcalina (KRIVEN; et al.,2004) e geocimento (KRIVENKO, 1994).

De acordo com os estudos Davidovits, (1979), os geopolímeros foram criados na intenção de substituir o cimento Portland em diversas construções, a polimerização acontece por meio de uma rápida reação química em ambientes de elevada alcalinadade. O estudo evidencia que o cimento Portland é um material cimentício fundamentado em reações de hidratação de óxidos de cálcio, silício e alumínio, com formação de fases cristalinas distintas e de uma estrutura amorfa de silicato de cálcio hidratado (METHA e MONTEIRO, 2008). Já os geopolímeros diferem por apresentar formação em gel de aluminosilicato (DAVIDOVITS, 1979; DAVIDOVITS, 1991).

Os primeiros geopolímeros sintetizados foram produzidos com argila caulinita (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O), quartzo (SiO₂) e soluções de hidróxido de sódio (NaOH) com diversas concentrações, em temperatura de 150°C (DAVIDOVITS, 1979; DAVIDOVITS, 1987; DAVIDOVITS, 1991). Atualmente os geopolímeros são sintetizados a partir de um vasto número de materiais aluminosilicosos e vários tipos de ativadores alcalinos. De modo semelhante às temperaturas de síntese, utilizadas, variam de 25°C a 100°C, o que influencia diretamente a cinética da reação de formação do geopolímero quanto às suas propriedades termomecânicas, o que determinaram o tipo de aplicação do material sintetizado (DAVIDOVITS, 1987; DAVIDOVITS, 1991). Estudos mais recentes corroboram que a concepção dos geopolímeros pode ser por meio de temperaturas menores entre 25°C e 60°C (GOMES, 2008).

2.2.1 NOMENCLATURAS DOS GEOPOLÍMEROS

Na sua origem, notou-se que não havia uma nomenclatura apropriada capaz de descrever a estrutura desses novos materiais cimentícios. Desta forma, Davidovits (1991), devido aos geopolímeros apresentarem estruturas comparáveis aos polímeros orgânicos, criou a terminologia *polisialato*, termo que descreve encadeamento de tetraedros de SiO₄ e AlO₄ ligados alternadamente pelo compartilhamento de átomos de oxigênio, de acordo com a Figura 4. O termo polisialato é uma abreviatura de silício-oxo-aluminato, estabelecida pela IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) no encontro realizado em Estocolmo em 1976 (DAVIDOVITS, 1987; DAVIDOVITS, 1991).

Designação	Poli-sialato	Poli-(sialato-siloxo)	Poli-(sialato-disiloxo)
Simbologia	PS	PSS	PSDS
Fórmula	-Si-O-Al-	-Si-O-Al-O-Si-O-	-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-
Si:Al	1	2	3
SiO2:AI2O3	2	4	6

Figura 4 – Nomenclatura dos geopolímeros.

Fonte: Adaptado - Davidovits, 1982; Gomes, 2008.

Davidovits, 1982) definiu em seus estudos uma equação empírica (equação 1) para determinar múltiplos tipos de arranjos, onde M é o cátion (M= Na⁺, K⁺, Li⁺, Ca⁺⁺, Ba⁺⁺, NH4⁺⁺, H₃O⁺), p é o grau de policondensação, z = 1, 2 ou 3, está relacionado com o tipo de arranjo dos silicatos com os aluminatos e descreve se é um polisialato (PS), poli (sialato-siloxo) (PSS) ou poli (sialato-disiloxo) (PSDS), e w é o teor de água do compósito. Porém ainda existem dificuldades devido ao fato do produto descoberto não ter composição estequiométrica bem definida.

A equação apresenta que as ligações entre o silício e o alumínio ocorrem por uma ponte de oxigênio e que as razões SiO₂/Al₂O₃ admitem apenas inteiros de acordo com o tipo de polisialato (z=1, SiO₂/Al₂O₃=2; z=2, SiO₂/Al₂O₃=4 e z=3, SiO₂/Al₂O₃=6). Engelhardt et al. (1982), por análises de espectroscopia raman e ressonância magnética nuclear, sugere uma notação fundamentada no arranjo do alumínio na estrutura dos tetraedros de silício e assemelhar-se a realidade dos geopolímeros. Desta forma, uma notação tridimensional do tipo: $Q^n(mAl)$, onde $0 \le m \le n \le 4$, sendo *n* o número de coordenação do silício central e *m* o número de alumínios adjacentes. Esse esquema tem sido mais recentemente usado para descrever a



Figura 5 – Coordenação tridimensional do centro de silício.

notação base do $Q^n(mAl)$ é descrita na Figura 5.

Fonte: Engelhardt et al, 1982 e Gomes, 2008.

A partir desse modelo tridimensional do centro de silício, foi permitida a elaboração de modelos conceituais como o proposto por Barbosa (1999), Figura 6.



Figura 6 – Modelo conceitual para geopolímeros

Fonte: Barbosa, 1999.
Neste modelo, foi possível notar, por exemplo, três possíveis ligações dos tetraedros de silício com os de alumínio, o (a) $Si^4(3Al)$, que se menciona a um tetraedro SiO_4 ligado a três tetraedros de AlO_4 , o (b) $Si^4(1Al)$ que se refere a um SiO_4 ligado a um AlO_4 e o (c) $Si^4(2Al)$ que se refere a um SiO_4 ligado a dois AlO_4 , corroborando que em uma mesma cadeia geopolimérica podem existir vários tipos de arranjos entre os tetraedros de silício e alumínio e que a razão molar SiO_2/Al_2O_3 pode admitir outros valores que não apenas os inteiros (BARBOSA, 1999).

2.2.2 SÍNTESE GEOPOLIMÉRICA

Existem várias nomenclaturas alusivas ao procedimento de formação dos geopolímeros como já foi mencionado antes, porém os mais conhecidos são: ativação alcalina e geopolimerização, embora ambos sejam semelhantes a metodologia de obtenção (DAVIDOVITS, 1979; PALOMO et al., 1999a; HARDJITO et al., 2004; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ e PALOMO, 2005). Na síntese da ativação alcalina são usados materiais com elevada porcentagem de óxido de silício e cálcio na sua composição, como é o caso da escória de alto-forno, que ao ser ativada com soluções alcalinas de baixa ou média concentração, acarretando produtos de reação do tipo silicato de cálcio hidratado (CSH do cimento Portland) (PURDON, 1940; Teoreanu e Puri, 1975, GLUKHOVSKY et al., 1980; KUTTI et al., 1982; MALOLEPSZY, 1989; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 1998; ROY, 1999). Nesse caso com a ausência do alumínio, o processo de endurecimento é retardado (WENG et al, 2005).

Segundo Van Jaarsveld et al. (1997), para a reação da ativação alcalina mais conhecida como polimerização acontecer, é necessário a exposição do precursor geopolimérico a um ambiente fortemente alcalino para ser possível a dissolução da sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃). Em um estudo realizado por Drever (1997), é demostrando que a dissolução da sílica cristalina ou amorfa, material esse de total importância para a realização da síntese só é possível em ambientes com pH superior a 10. Na Figura 7 a quantidade de sílica dissolvida aumenta de 10, 100 e 1000 vezes quando o pH aumenta respectivamente para 10.85, 11.7 e 12.4 em ambas as fases.



Figura 7 – Várias espécies de sílica dissolvida em função do pH.

Fonte: Drever, 1997 apud Gomes 2008, Souza 2009.

Na geopolimerização, o material é composto basicamente por sílica e alumina, e ativado por soluções alcalinas concentradas dá origem a uma reação de polimerização. Palomo et al. (1999b) complementam que as duas principais diferenças caracterizadas por ambos os modelos de ativação alcalina são: (i) composição do material a ser ativado: Si (silício) e Ca (cálcio) na ativação alcalina, enquanto Si (silício) e Al (alumínio) dominantes na geopolimerização e (ii) concentração do ativador: baixo ou moderado (primeiro modelo) e alto (segundo).

O mecanismo de dissolução da sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃) consiste em um processo de transformação rápida, onde a estrutura plana da caulinita se torna em uma estrutura espacial, fazendo com que os tetraedros de Si e Al se liguem alternadamente compartilhando moléculas de oxigênio (DAVIDOVITS, 1979; DAVIDOVITS, 1994). A reação de polimerização pode ser visualizada de forma simplificada e sistemática, embora esse processo aconteça concomitantemente, conforme Figura 8.



Figura 8 – Modelo conceitual da síntese Geopolimérica proposto por Duxson.

Fonte: Duxson et al, 2007.

Como mostram os estudos de Van Jaarsveld e Van Deventer, (1999), a síntese de geopolímeros, acontece em 5 etapas: (i) dissolubilidade, a solução alcalina vai hidrolisar a superfície do mineral dissolvendo pequenas quantidades de alumínio e silício. (ii) depois da dissolubilidade reagem com os íons silicato, já dissolvidos, e polimerizam por reações de condensação. (iii) formação de um gel. (iv) organização dos aluminosilicatos dissolvidos. (v) estrutura final da síntese, seja por dissolução e outro processo de cristalização, ou por um mecanismo do estado sólido. Van Jaarsveld et al, (1998) também observaram que na fase de dissolução com a mistura dos elementos alumina e sílica dissolvidos pelo hidróxido alcalino ocorre a eventual formação de gel, esse processo se deve ao tipo de solução alcalina utilizada ou da natureza do precursor geopolimérico (finura e estrutura amorfa) (GHARZOUNI et al.,

2015). Porém o próprio autor descreve que este mecanismo para a dissolução e formação do gel ainda não é completamente entendido.

Para Duxson et al. (2005), a reação de ativação é o resultado de duas fases consecutivas, onde a primeira é a fase de nucleação ou dissolução do material fonte de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃) e formação de espécies poliméricas, e a segunda, o crescimento, que é a fase a qual os núcleos se organizam e inicia-se a formação de cristais. Estes processos são importante para reorganização estrutural determinam à microestrutura e a distribuição dos poros do material a ser sintetizado, que são cruciais para definir as propriedades físicas dos geopolímeros (DUXTON, 2006; DOUIRI et al., 2016; MABROUM et al., 2020).

2.3 CONCRETO GEOPOLIMÉRICO LEVE COM AGREGADO DE VERMICULITA

O uso de vermiculita como agregado para a composição de concreto leve com cimento Portland já é bastante usada na construção civil. Porém, essa técnica apresenta algumas limitações devido as características de cimentação das pastas de cimento Portland, que consequentemente aumenta o consumo de cimento tornando o produto oneroso. Uma nova linha de pesquisa que vem ganhando destaque é o uso da vermiculita como agregado leve em concretos elaborados por ativação alcalina ou geopolimerização, pois esses apresentam maior poder de cimentação, resistência e durabilidade em relação ao cimento Portland.

Esses estudos iniciaram através de uma pesquisa realizada por Shoukry et al., 2016, na qual estudaram misturas de concreto leve com vermiculita aglutinados por nano metacaulim substituindo o cimento Portland branco em até 10%, onde foi possível observar que a substituição do nano metacaulim reduzia a porosidade do material promovendo incremento na resistência a compressão de 57%, na flexão de 59% e diminuição de 74% na absorção por capilaridade aos 28 dias. Porém mesmo com a redução dos vazios não houve a descaracterização do concreto como material leve.

Novais et al., 2016, trabalhou com a produção de placas leves para revestimento obtidas por misturas de geopolímero e vermiculita. Foram utilizados dois tipos de vermiculita com granulometrias diferentes como agregado leve (vermiculita média e fina). Os autores observaram, que na junção desses materiais era gerado um concreto leve que variava de 700 kg/m³ para a vermiculita fina e 800 kg/m³ para a vermiculita média com porosidades de 61% a 73% respectivamente. Embora o ligante geopolimérico tenha uma condutividade térmica menor em relação ao concreto de cimento Portland, que pode variar de 0.4-0.8 W/m^oK, com a adição

da vermiculita essa taxa caiu significativamente para 0.18-0.19 W/mºK respectivamente para os dois tipos de vermiculita. Dessa forma, promove-se a produção de um material de grande aplicação em produtos isolantes e com maior durabilidade em relação aos já disponíveis no mercado.

Seguindo essa ótica, como o resíduo da vermiculita apresenta uma bibliografía escassa, faz-se necessário a busca por métodos que faça o uso desse resíduo em materiais que já estão inseridos na indústria e no meio acadêmico.

2.4 PROPRIEDADES FÍSICAS DE ENERGIA TÉRMICA

O calor é um tipo de energia térmica em movimento por meio da fronteira de um espaço. Considera-se estar em movimento pela transposição de um sistema numa dada temperatura a outro sistema ou meio em uma temperatura inferior, em beneficio dessa diferença de temperaturas (GOMES, 2015).

O calor pode ser transferido de um corpo a outro de duas maneiras, transitório, é um método em que as propriedades de um sistema, inclusive suas temperaturas mudam a cada instante, e os permanentes que se mantêm sempre fiel com o tempo.

Um bom exemplo de entender estas duas formas é a descrição de Coutinho (2005) diz que essas duas formas podem ser observadas quando se liga um forno, suas paredes inicialmente frias, vão se aquecendo aos poucos, até o momento em que a temperatura de cada superfície deixa de se elevar. Até esse instante, o regime era transitório, depois se passou a ter o regime permanente.

Em uma edificação rural o regime permanente é constante, quando as condições térmicas das faces internas (temperatura e fluxo de calor) chegam a uma situação de equilíbrio, mantendo os padrões de comportamento após uma sequência de dias com propriedades semelhantes, quanto à modificação da temperatura, umidade e insolação (LATHAA et al., 2015).

Uma parcela significativa dessa energia gasta com a climatização de um espaço se deve às trocas térmicas entre os meios externo e interno. Das principais formas de transferência de calor estudadas – condução, convecção e radiação – destaca-se, no que se refere à proteção térmica de ambientes, a condução, através das paredes. A deslocamento de calor por uma parede ocorre em determinada direção quando há um gradiente de temperatura, com a energia sendo transmitida da superfície de maior temperatura para a de menor temperatura (FOGIATTO 2015). A princípio, a condição essencial para a transmissão de calor é que os corpos tenham temperaturas diferentes. A exemplo da Figura 9, o corpo A, com maior temperatura, cede parte de sua temperatura ao corpo B, o que causa a redução de sua temperatura e a assimilação da temperatura pelo corpo B, irá aumentar a sua temperatura existente. Por condução a tendência é que, os corpos estabilizem suas temperaturas.

Figura 9 – Esquema da transferência de calor de um corpo para outro.



Diferentes materiais de construção respondem em tempos diferentes no que diz respeito à transferência de energia térmica devido às suas propriedades inerentes. Suas propriedades térmicas determinam em conjunto os padrões de consumo de energia e as condições de conforto térmico na empregabilidade construtiva (ZHANG et al, 2017).

2.4.1 CONVECÇÃO

O modo de transferência de calor por convecção acontece por meio do movimento de um fluído em contato com uma superfície, estando os dois com uma diferença de temperatura. A equação apropriada para a taxa de transferência é a lei do resfriamento de Newnton (Incropera, 2007), representada pela equação 2.

$$Q \operatorname{conv} = \operatorname{hc.As} (Ts - T\infty).(W)$$
 Equação 2

Onde:

Qconv = transferência de calor por convecção (W)

hc= coeficiente de transferência de calor por convecção (W/(m².K))

As= área da superfície através da qual a transferência de calor ocorre (m²)

Ts= temperatura da superfície (K)

 $T\infty$ = temperatura do fluido suficientemente longe da superfície (K)

2.4.2 RADIAÇÃO

Frota e Shiffer (2001), definiram em seu estudo a radiação como o mecanismo de permuta de calor entre dois corpos, que conservam entre si uma distância qualquer, por meio da sua capacidade de emitir e de absorver energia térmica. Esse mecanismo de troca é proveniente da natureza eletromagnética da energia, que ao ser absorvida provoca resultados térmicos, o que permite sua transmissão sem necessidade de meio para propagação, ocorrendo mesmo no vácuo.

Segundo Lamberts et al, (2014) a radiação pode ser dividida em direta e difusa, ocorrendo porque após penetrar a atmosfera, a radiação sofre interferências em seu trajeto em direção à superfície terrestre. Já a radiação direta, é uma parcela que atinge diretamente a terra e sua intensidade depende da altitude solar e do ângulo de incidência dos raios solares em relação a superfície que a recebe, sendo a mesma a fonte de luz mais intensa e a responsável principal em ganhos térmicos de uma edificação.

2.4.3 CONDUÇÃO

A Lei de Fourier da condução térmica em referência a J. Fourier rege os fenômenos de transferência de calor por condução, através dela podemos calcular o fluxo de calor transportado por condução entre duas superfícies (ÇENGEL, 2009). A condução é uma transferência de calor que acontece entre um sólido ou um fluido através de uma mudança de temperatura, como descrito na equação 3.

$$Q \ cond = -KA \frac{dT}{dx} W$$
 Equação 3

Onde:

Qcond = transferência de calor por condução (W) k = condutividade térmica (*W*/(*m*.*K*)) A = área da superfície através da qual a transferência de calor ocorre (m²) dT/dx = gradiente de temperatura (K/m)

2.5 CAPACIDADE TÉRMICA DOS MATERIAIS

É bem conhecido que existe uma necessidade de desenvolver tecnologias para alcançar o conforto térmico em edifícios, reduzindo a demanda de refrigeração e aquecimento, neste sentido o estudo da capacidade térmica dos materiais e suas formas de transferência de calor.

A competência de um corpo armazenar calor chama-se capacidade térmica ou massa térmica. Os elementos construtivos leves têm uma menor capacidade de armazenamento térmico do que os elementos densos. Mas não só a massa do material terá contribuição, também o seu calor específico (GOMES, 2015).

Para Incropera et al., (2008) os materiais bons condutores de calor têm valores de k elevados e quanto maior o valor de k, maior será o fluxo de calor através da parede e, portanto, a temperatura da face interna. Para determinar a influência que o tipo de material tem sobre a magnitude de fluxo através da parede, utiliza-se a propriedade térmica denominada de condutividade térmica (k).

O calor específico é a quantidade de calor suficiente para elevar em 1K ou 1°C a unidade de massa de uma substância considerada. Ou seja, o calor específico (c) ou capacidade térmica específica é o quociente da capacidade térmica pela massa, caracterizando a capacidade de um material acumular calor (ABNT, 2005).

Todos os materiais possuem capacidade de armazenar calor, conforme a equação (4): onde:

$$CT = m.c$$

Equação 4

CT- capacidade térmica (kJ/m².ºK);

m- Massa superficial do elemento construtivo (kg);

c- calor específico do material (J/kg °K).

Outra alternativa para mensurar a capacidade é em função do volume e da espessura do material, analisando a capacidade térmica volumétrica (kJ/m³.ºK) por área (kJ/m². ºK). As propriedades dos materiais de construção determinam o seu comportamento quanto à admissão, transferência, armazenamento e emissão de calor. As principais grandezas envolvidas nesse processo são definidas pela NBR 15220-1 (ABNT, 2005), algumas das quais podem ser destacadas: condutividade térmica, densidade de massa aparente, calor específico, transmitância térmica e fator de ganho de calor solar de elementos opacos (GRABARZ, 2013).

Segundo Figueira (2006), a capacidade térmica alta não garante por si só uma melhoria na regulação térmica da construção. Em uma parede exterior, por exemplo, uma parte do calor aprisionado é retirada em direção ao exterior quando a temperatura baixa. No interior da alvenaria uma parte vai para a superfície interna, e outra para a superfície externa, quando a temperatura desta se torna mais baixa.

De acordo com Gracia e Cabreza (2015), quanto maior for a disposição térmica dos componentes de uma edificação (paredes e cobertura), maior será sua inércia térmica e, por conseguinte, maior o amortecimento dos picos de temperatura internos em relação aos valores correspondentes no ambiente externo.

3. MATERIAL E MÉTODOS

A metodologia abordada foi experimental, com auxílio de máquinas e equipamentos laboratoriais no intuito de caracterizar os materiais usados e o produto gerado nesse estudo quanto suas propriedades químicas, físicas, mecânicas e térmicas. Esse estudo foi realizado no Laboratório de Ensaios de Materiais e Estruturas (LABEME) da Universidade Federal da Paraíba – UFPB *Campus* João Pessoa em parceria com o Laboratório de Construções Rurais e Ambiência (LACRA) da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG *Campus* Campina Grande.

3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DA PESQUISA

Para o estudo foram acatados aspectos que envolvessem a fabricação das placas (compósito geopolimérico) e o ligante alcalino. Desta forma, foram avaliados parâmetros que influenciavam diretamente o produto. De início foram realizadas análises químicas e físicas de todos os materiais granulares e pulverulentos utilizados no processo de obtenção das placas (resíduo da vermiculita) e o precursor geopolimérico (metacaulim).

Em seguida, foram avaliadas as características químicas dos ativadores alcalinos determinando quantidades empregadas e importância para a composição do ligante, como também a elaboração de algumas misturas que obtivessem relações molares de acordo com o especificado pela bibliografia internacional para ligante geopolimérico aplicado em materiais usados que favoreçam ao conforto térmico.

Para cura dos corpos de provas e das placas foram utilizadas estufas com base em outros trabalhos (material científico publicado na temática). E por último a análise de desempenho mecânico do material sintetizado, verificação da resistência à ação da água, análise do comportamento térmico e caracterização química dos compósitos obtidos.

O planejamento experimental dessa pesquisa se descreve da seguinte forma:

- (i) Caracterização física, mineralógica do resíduo da vermiculita;
- (ii) Caracterização física e química do precursor (metacaulim) usado no processo de fabricação do ligante geopolimérico;
- (iii) Caracterização dos ativadores alcalinos;
- (iv) Definição das relações molares para elaboração do ligante geopolimérico;
- (v) Análise dos parâmetros de retração, resistência mecânica e resistência a ação da água nas misturas elaboradas e definição da composição das placas;

- (vi) Análise das características térmicas das placas;
- (vii) Caracterização química do material sintetizado.

O cronograma do planejamento experimental da pesquisa pode ser visto por etapas na Figura 10.



3.2 RESÍDUO DA VERMICULITA

3.2.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E QUÍMICA

O resíduo foi obtido na Mineração Pedra Lavrada Ltda (MPL), localizada em Santa Luzia – PB as margens da BR 230, KM 277, empresa que realiza apenas a extração e beneficiamento granular da vermiculita. Foram coletados dois tipos de resíduos na mineradora, onde os operários chamavam o primeiro de "areia" e o segundo de "poeira", porém depois de uma análise prévia foi decidido usar a poeira como material da pesquisa. O resíduo da vermiculita pode ser visto na Figura 11. Para caracterizar o resíduo da vermiculita foi feita a granulometria por meio do método do peneiramento NBR-11355/2015. Também foi feito a determinação da massa unitária e massa específica com a ABNT NBR NM 52:2009.



Figura 11 - Resíduo da vermiculita usado na pesquisa

Para determinar a absorção de água do resíduo da vermiculita foi usado uma adaptação do método usado na norma NBR – 8492/2012. Como o resíduo tem uma granulometria muito fina foi realizado um ensaio para verificar se ele apresentava plasticidade. Os ensaios usados foram os Limites de Atterberg com base na norma ABNT NBR 7180/2016.

Para identificar a composição mineralógica e química do resíduo da vermiculita foram feitos ensaios de Difração de raio-X (DRX) e Fluorescência de raio-X (FRX), onde o primeiro

determina quais são os componentes mineralógicos desse mineral e o segundo a sua composição química, informações de suma importância para identificar variações que poderão haver no geopolímero após a sua sintetização, tendo em vista que a vermiculita é um filosilicato e tem alto teor de sílica, composto esse que poderá ter participação no processo de geopolimerização.

3.3 METACAULIM (MK)

Foi utilizado um metacaulim comercializado na região de João Pessoa que geralmente é usado como material pozolânico para concretos como pode ser visto na Figura 12. Esse material tem um grande potencial para produção do ligante alcalino ativado por ser uma fonte de sílica e alumina na forma amorfa. Para a caracterização desse material foram realizadas as técnicas de análise química e mineralógica com fluorescência de raio-X (FRX) e difração de raio-X (DRX), ambas realizadas pelo LACOM – Laboratório de Combustíveis e Materiais da Universidade Federal da Paraíba -UFPB. Além disso, foi feita a análise granulométrica desse material usando a granulometria a laser e determinado a finura pelo método de Blaine de acordo com a ABNT NBR 16372:2015:



Figura 12 - Metacaulim utilizado como precursor geopolimérico

3.3 ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA DO RESÍDUO DA VERMICULITA E DO METACAULIM

O índice de atividade pozolânica (IAP) foi feito com base nas determinações da NBR 15895 (2010). O ensaio foi realizado no LACOM Laboratório de Combustíveis e Materiais da Universidade Federal da Paraíba -UFPB. O ensaio consiste em manter sob agitação uma solução composta de 1 g do material (resíduo da vermiculita ou metacaulim) e 2 g de óxido de cálcio em 250 ml de água a uma temperatura de $90 \pm 5^{\circ}$ C durante 16 horas. O resultado do ensaio é expresso pela quantidade de hidróxido de cálcio que é consumido por grama do material ensaiado. Para a realização desse ensaio o resíduo da vermiculita e o metacaulim foram passadas na peneira de N° 200 e secadas em estufa na temperatura de 110° C durante 24 horas, após a secagem as amostras foram resfriadas dentro da estufa e só retiradas quando fossem direto para o ensaio. Além disso foi realizado o índice de atividade pozolânica com cal para ambos os materiais de acordo com a NBR - 5.751/2015.

A Atividade Pozolânica com Cal (AIP) é a capacidade de uma substância sílicoaluminosa com granulometria pulverulenta reagir à temperatura ambiente com hidróxido de cálcio. Para essa determinação foram moldados 5 corpos de prova cilindricos de 5 cm x 10 cm com uma argamassa de referência com traço 1:9: e a água foi uma quantidade que chegasse a um espalhamento de 225 ± 5 mm de acordo com as determinações da norma. Os corpos de prova foram mantidos em um lugar que tivesse temperatura média de 22° C e só foi retirado desse espaço quando foram ser submetidos ao ensaio de resistência à compressão.

3.4 SOLUÇÕES ALCALINAS

No estudo em questão foram usados como soluções alcalinas o silicato de sódio e o hidróxido de sódio. As soluções foram adquiridas na Pernambuco Química. As suas propriedades foram fornecidas pelo laudo técnico do fabricante (tabela, e em laboratório foi conferido o seu pH por meio do uso de um Phmetro digital, o que foi possível mensurar um pH de aproximadamente 13,5 para as soluções visto na Figura 13.

Fórmula:	Na2OSiO3	
Aspecto	Líquido viscoso levemente turvo	
Cor	Incolor a levemente amarelado	
Alcalinidade como Na ₂ O (em %)	16,00% a 19,00%	
Sílica como SiO ₂ (em %)	33,00% a 38,00%	
Solubilidade	Solúvel em água	
Relação SiO ₂ / Na ₂ O	1,95 a 2,50	
pH	11,00 a 14,00 (solução a 1%)	
Densidade (g/ml) a 20°C	1,63 a 1,67	
Viscosidade (Brookfield) a 20°C	> 600 cPs	
Ferro (ppm)	< 100	
Sólidos totais (em %)	50,00 a 57,00	
Easte: Demembras Originas 2018		

Tabela 2 - Propriedades do silicato de sódio

Fonte: Pernambuco Química, 2018.

Figura 13 – Medição do pH das soluções alcalinas

3.5 LIGANTE GEOPOLIMÉRICO

Para a composição do ligante foi usada a metodologia adotada por Davidovits (1982), que determina uma relação SiO₂/Al₂O₃ de 3,0 para materiais com grande capacidade de resistência ao fogo e com bom desempenho térmico, como pode ser visto no Quadro 1. As proporções dos materiais foram adaptadas de acordo com estudo realizado por Novais et al., 2016.

Si:Al	Aplicações
	Tijolos
1	Cerâmica
	Proteção contra incêndio
2	Encapsulamento de resíduos tóxicos e radioativos
Z	Cimentos e concretos com baixa emissão de CO ₂
	Compósitos de fibras resistentes ao fogo
3	Equipamento para fundição
	Compósitos resistentes ao calor, 200 °C a 1000 °C
> 2	Selantes para indústria, 200 °C a 1000 °C
~3	Cabines e componentes para aeronáutica
20-35	Compósitos de fibras resistentes ao fogo e à altas temperaturas
	Fonte: Boutterin e Davidovits 2010

Quadro 1 – Aplicações de materiais geopoliméricos em função da razão atômica Si:Al.

Fonte: Boutterin e Davidovits, 2010.

O ligante alcalino ativado que foi elaborado nesse estudo foi composto por metacaulim (MK), silicato de sódio, hidróxido de sódio e água. As proporções dos materiais são descritas na Tabela 3.

Tabela 3 – Proporções dos materiais utilizados na produção do ligante alcalino ativado com o

	Resíduo	% Ativador alcalino			
Amostras	vermiculita	Precursor	Silicato de sódio	NaOH	Água
	%	(MK)	Na ₂ OSiO ₃	NaOII	Agua
G01		65,0	30,0	1,0	4,0
GRV20	20,0	65,0	30,0	1,0	8,0
GRV40	40,0	65,0	30,0	1,0	8,0
GRV60	60,0	65,0	30,0	1,1	12,0
GRV60	80,0	65,0	30,0	1,1	12,0
GRV100	100,0	65,0	30,0	1,3	15,0

resíduo de vermiculita que gerou o compósito final

A composição G01 é uma pasta geopolimérica elaborada com metacaulim, silicato de sódio, hidróxido de sódio e água. Essa pasta tem relação SiO₂/Al₂O₃ de 3,0, o que possibilita o material a ter um melhor comportamento térmico em relação a pastas com relações SiO₂/Al₂O₃ menor que 3,0 como já mencionado anteriormente. As demais composições tiveram a adição de 20, 40, 60, 80 e 100% do resíduo de vermiculita respectivamente (GRV20, GRV40, GRV60, GRV80 e GRV100) em relação ao percursor geopolimérico, que é o metacaulim. O silicato de sódio não houve variação em todas as composições, tendo em vista que a quantidade de sílica para a relação desejada já tinha sido alcançada, as únicas variações que houve foi do hidróxido de sódio e da água como pode ser visto na Tabela 3 com a finalidade de sempre manter uma molaridade de solução de 8 mols. A água variou devido a maior quantidade de resíduo de vermiculita e o hidróxido de sódio foi aumentado toda vez que o incremento de água diminuía o Ph da solução.

A descrição das etapas da moldagem pode ser vista a seguir:

- Pesagem separada dos materiais sólidos (do precursor geopolimérico (metacaulim), resíduo da vermiculita);
- (ii) Preparo do ativador alcalino começando pela mistura da água com NaOH e esperar o resfriamento da solução obtida por um tempo mínimo de aproximadamente 10 minutos;
- (iii) Após o resfriamento adicionar o silicato de sódio (Na₂OSiO_{3 (IND)});
- (iv) Misturar a água da moldagem com a solução alcalina e adicionar imediatamente ao metacaulim;
- (v) Promover a mistura manual do metacaulim com o ativador alcalino de forma a obter um material homogêneo para formar o ligante geopolimérico;
- (vi) Adicionar ao ligante o resíduo da vermiculita e misturar até homogeneizar;
- (vii) Realizar a moldagem imediato, a fim de garantir uma boa compactação dos corpos de prova, tendo em vista que o processo de endurecimento do ligante geopolimérico é mais rápido do que o cimento Portland;
- (viii) Após 60 minutos desformar do material e confinar os corpos de prova em sacos plásticos durante 3 dias para depois submetê-las ao processo de cura em estufa com temperatura controlada de 55°C por mais 7 dias (Sumajow e Rangan, 2006).

A Figura 14 descreve todo o processo de forma esquemática.



Figura 14 – Processo de mistura e moldagem dos corpos de prova.

Após 60 minutos da moldagem os corpos de prova foram colocados em saco plástico, onde passaram 3 dias com intuito de dificultar a perda de água que é gerada no processo de geopolimerização, a fim de garantir condições adequada para a perfeita realização da síntese. As composições GRV60, GRV80 E GRV100 tiveram que passar quase 3 horas para serem desmoldadas, mesmo corrigindo o Ph com o hidróxido de sódio elas demoraram mais tempo para ganhar uma consistência de desmolda. Após o processo de confinamento, os corpos de prova foram submetidos a cura em estufa com temperatura constante de 55°C durante 7 dias, tendo em vista que na literatura para obter alta resistência não se faz necessário mais tempo de cura.

3.6 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO E TRAÇÃO NA FLEXÃO EM 3 PONTOS.

Para determinar a resistência à tração na flexão foram moldados uma serie de 5 corpos de prova prismáticos com dimensões de 4,0 cm x 4,0 cm x 16,0. Após a realização do ensaio de resistência à flexão a barra que era submetida se dividia em duas peças, onde elas eram

usadas para realizar a resistência à compressão simples. Para a realização da compressão simples era utilizado duas peças metálicas com aresta de 4,0 cm na parte superior e inferior do corpo de prova, o que possibilitava uma área de contato igual para as duas faces (figura 15). Esse processo permitia um número maior de amostras para a resistência a compressão simples e garantia uma economia de material. Esse método é descrito na norma NBR 13279 (NBR, 2005): Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão.

Figura 15- a) Molde dos corpos de prova prismáticos b) Esquema com as peças de aresta 4,0 cm para o ensaio de compressão simples.



Nesse ensaio foi usado uma prensa hidráulica manual com célula de carga de 20 toneladas (Figura 16) da marca Alfa Instrumentos e modelo PCM20T. Ambas as resistências foram medidas com 7 dias de cura, tendo em vista que a literatura sobre ligante geopolimérico indica que não há grande evolução da resistência após esse período.



Figura 16 Prensa hidráulica manual usada na pesquisa.

3.8.1 DURABILIDADE

3.7.1 RESISTÊNCIA A AÇÃO DA ÁGUA, ABSORÇÃO DE ÁGUA E PERDA DE MASSA POR IMERSÃO

Os ensaios de resistência e absorção de água por imersão foram feitos considerando-se uma adaptação da norma NBR – 8492 (NBR, 2012). Para o ensaio de absorção de água foram usados corpos de prova de todas as misturas já descritas na Tabela 3.

As amostras passaram 48 horas em estufa em temperatura de 110°C para eliminar a água em seus capilares e após esse procedimento foram pesadas. Em seguida, elas foram colocadas em um recipiente que mantivessem submersas até o término do ensaio. Para conseguir o peso úmido as amostras foram retiradas e realizada a secagem da sua superfície com um pano seco e logo em seguida realizado a sua pesagem. A absorção dos corpos de prova foi determinada pela Equação 5. Esse processo foi realizado nas misturas que, após o ensaio, se mantiverem com forma possível para a determinação do seu peso, ou seja, as que não se desgastarem por completo.

$$W = \frac{Pw - Ps}{Ps} \times 100 \tag{5}$$

Em que:

Pw = peso úmido (g)

$$Ps = peso seco (g)$$

Para determinar a perda de massa por meio do desgaste gerado pela ação da água, os corpos de prova foram recolocados em estufa com temperatura de 110°C durante 48 horas e após esse período foi realizada uma nova pesagem, onde ao final desse processo contabilizará um ciclo. Os valores de perda de massa foram obtidos pela equação 6 ao fim de cada ciclo, onde ao final foi realizada a média de perda de massa.

$$M = \frac{P1 - P2}{P2} x \ 100 \tag{6}$$

Em que:

$$M = perda de massa (\%)$$

P1 = peso seco antes do ensaio (g)

P2 = peso seco depois do ensaio (g)

Para esse ensaio foram confeccionados 5 corpos de prova de forma cilíndrica com dimensões de 2,5 cm x 5,0 cm feitos com tubos de PVC (Figura 17), onde foi realizado um ciclo para cada composição e a média aritmética de absorção e perda de massa foi elaborada desconsiderando o valor maior e menor.

Figura 17 – Moldes para confecção dos corpos de prova para o ensaio de absorção e perda de massa por imersão.



Todas as composições foram submetidas ao ensaio de absorção e perda de massa por imersão.

3.5.1 PERDA DE MASSA POR EROSÃO (SIMULADOR DE CHUVA)

A durabilidade das placas foi aferida com base no método formulado pelo *Bulletin 5*, do *Building Code of Australia*, com as modificações previstas por Heathcote (2003), que fornece os parâmetros necessários para determinar a durabilidade de corpos de prova de solo cimento.

No ensaio padrão australiano, as amostras de solo estabilizado são submetidas a um jato d'água com pressão de 50 kPa, por um tempo mínimo de 60 minutos, gerados por uma mangueira acoplada a um mini chuveiro que produz um jato pressurizado (Figura 18).



Figura 18 - - Ensaio de erosão em blocos estabilizado (adaptado por Heathcote, (2003)).

Fonte: Obonyo, Exelbirt e Baskaran, 2010.

Nesse estudo em questão, o objetivo foi aferir a durabilidade de placas feita com as formulações já mencionadas de geopolímero, resíduo da vermiculita sob um regime de chuva contínua de aproximadamente 60 mm/m².

Foram ensaiados 3 corpos de prova (15 cm x 15 cm x 3 cm (Figura 19)) de misturas que foram previamente ensaiadas no teste de resistência e absorção de água por imersão e se mantiveram intactas. As amostras foram expostas a um jato d'água na horizontal, proveniente de um chuveiro padronizado com 37 furos, cada furo com 1,5 mm de diâmetro. O jato pressurizado produziu uma vazão aproximadamente de 12 l/mim, e uma pressão de 50 kPa, que corresponde a uma coluna d'água de 5 m. Para garantir essa pressão foi acoplado a bomba e ao chuveiro uma tubulação que gerava a pressão desejada. A distância entre os corpos de prova e o chuveiro é de 470 mm, de acordo com o ensaio padrão (HEATHCOTE, 2003; OBONYO, EXELBIRT e BASKARAN, 2010.).

Como o experimento tem uma duração de 1 hora para cada placa, isso gerou um consumo hídrico de aproximadamente 800 litros, pensando dessa forma, foi utilizado um protótipo do Laboratório de Materiais e Estruturas (LABEME) da UFPB com as configurações do ensaio padrão onde a água foi bombeada por meio de uma bomba submersa com uma capacidade de vazão máxima de 2000 l/hora e provido de uma tubulação que promoveu o retorno da água utilizada no ensaio para um tanque onde a mesma foi reutilizada várias vezes e gerando uma maior economia de água (Figura 20).



Figura 19 – Corpos de prova para ensaio do simulador de chuva.





Para determinar a perda de massa dos corpos de prova ensaiados foi utilizado o mesmo método de secagem e pesagem da norma NBR – 8492/2012: Também foi verificado a profundidade de desgaste dos corpos de prova com um paquímetro de acordo com as determinações do *Bulletin 5*, do *Building Code of Australia*, que determina que a relação profundidade (mm)/ tempo (1 ciclo = 60 minutos) não deve ser superior a 1,0 mm. Para isso foi feito uma leitura de profundidade a cada 15 minutos de realização do ensaio e no final realizado a relação profundidade/tempo de acordo com estudo realizado por Obonyo et al. (2010).

3.8 DESEMPENHO TÉRMICO

3.8.1 CONDUTIVIDADE TÉRMICA (CONDUTIVÍMETRO K30)

O ensaio de condutividade térmica foi executado com base na medição da resistência térmica pelo método fluxométrico, por meio do equipamento Condutivímetro K30 (Figura 21), em regime estacionário, conforme a NBR 15220 (NBR, 2005):



Figura 21 - Condutivímetro K30

O princípio do método de condutividade baseia-se na medição da resistência térmica com a aplicação de uma densidade de fluxo de calor, constante e unidirecional, a partir de superfícies isotérmicas, onde o condutivímetro é composto por um lado que eleva a temperatura e outro que mantém a sua temperatura no estado normal. Dessa forma, o equipamento consegue medir qual o tempo em que o material consegue conduzir o calor que é gerado da parte aquecida para a que se encontra em temperatura ambiente. Para tal, foram moldadas placas planares com

as seguintes dimensões: 30 cm x 30 cm, e com 3 cm de espessura. A Figura 22 mostra um esquema do dispositivo.



Figura 22 – Esquema interno do funcionamento do condutivímetro.

3.9 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E MICROESTRUTURA DOS MATERIAIS E DO COMPÓSITO SINTETIZADO

Para realização da análise química e microestrutural dessa pesquisa foi usado um conjunto de aparatos tecnológicos de laboratórios de diversas universidades. Na realização dessa análise foi usado a amostra de referência do ligante geopolimérico sem o incremento do resíduo da vermiculita e a amostra que tem adição de 40% do resíduo de vermiculita.

3.9.1 ANÁLISE QUÍMICA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIO – X (FRX)

A análise química foi realizada no Laboratório de Solidificações Rápida da UFPB com um equipamento Modelo XRF-1800 da Shimadzu. Por meio da fluorescência de raios-X obteve-se os percentuais de SiO₂, Al₂O₃ e M₂O (M= K e Na) do precursor geopolimérico e resíduo da vermiculita, desta forma determinando a quantidade ideal para cada composição seguindo as relações molares dos óxidos determinadas por Davidovits (1982).

3.9.2 DIFRAÇÃO DE RAIO - X (DRX)

Os materiais minerais utilizado e o compósito sintetizado foram peneirados na peneira ABNT nº 325, sendo submetidos a análises de difração de raios-X, no equipamento X-Ray Diffractometer da marca Siemens, modelo D 5000, operando com radiação K α de cobre, 30 kV e 30 mA, com varredura de ângulo 2 θ entre os halos de 10° a 60°. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Análises Químicas da UFPB (LACOM). Foram analisados os materiais usados na pesquisa e os compósitos produzidos.

3.9.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Para a realização do MEV utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura disponível no Laboratório de Microscopia de Engenharia Mecânica (LMEM) da UFCG com o aparelho da marca TESCAN, modelo VEGA3 (Figura 23). Foram realizados a microscopia no resíduo da vermiculita, no compósito de referência e os de 20% e 40% de adição do resíduo da vermiculita.



Figura 23 - Equipamento da microscopia eletrônica de varredura.

3.9.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

A análise Termogravimétrica é uma técnica usada para identificar as mudanças de fase de um material quando submetido a variação de altas temperaturas. Além disso, a técnica tem a capacidade de quantificar a perda de massa de acordo com a elevação da temperatura e sua intensidade, onde essa perda pode ser devido a perda de água livre na estrutura do material, desidratação, desidroxilização e descarbonatação. Para essa análise foi utilizado o TGA do LABFILM – Laboratório de Síntese e Caracterização de Filmes Finos da Universidade Federal da Paraíba – UFPB, onde o compósito foi macerado até uma finura que o material passante na peneira de Nº 200 somasse uma massa de 2,0 g para a formação das pastilhas. O compósito foi submetido a temperaturas que variou de 25 a 1000°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/mim. Foram realizadas o ensaio com os compósitos sintetizado de referência e com adição de 40% do resíduo da vermiculita.

3.9.5 ESPECTROSCOPIA POR INFRAVERMELHO

As análises de transmissão na região do infravermelho foram realizadas em um espectrofotômetro de infravermelho da BOMEM 100, que fica no Laboratório de Combustíveis e Materiais (LACOM) da UFPB. As amostras foram misturadas com brometo de potássio (KBr) na concentração de 2% e prensadas para a obtenção das pastilhas. Este procedimento foi utilizado para verificar a transformação do estado de coordenação do alumínio de VI para IV, condição necessária à reação de geopolimerização. Foram realizados a espectroscopia em todos os compósitos produzidos nesse trabalho.

4. ANÁLISE DOS RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesse capítulo serão apresentados todos os resultados obtidos na pesquisa e realizadas as discussões de acordo com a literatura internacional sobre os temas abordados.

4.1 RESÍDUO DA VERMICULITA

4.1.1 GRANULOMETRIA DO RESÍDUO DA VERMICULITA

Os resultados da granulometria por peneiramento do resíduo da vermiculita usada na pesquisa pode ser visto na Figura 24.

Figura 24 – Resultados da granulometria por peneiramento do resíduo da vermiculita.



O detalhamento da granulometria pode ser visto na Tabela 5.

№ Peneira (mm)	Resíduo da vermiculita			
	% passante	% retida	% retida acumulada	
25,4	100			
19,1	100			
9,5	100			
4,8	100			
2,0	100			
1,20	100			
0,60	99,97	0,03	0,03	
0,42	71,93	28,04	28,07	
0,30	46,09	25,84	53,91	
0,15	19,26	26,83	80,74	
0,074	12,79	6,47	87,21	
0,066	9,21	3,58	100	
Fundo	9,21			

Tabela 4 – Detalhamento da granulometria do resíduo da vermiculita.

É possível observar no gráfico e na tabela que o resíduo utilizado apresenta grãos muito finos que estão abaixo da peneira de número 0,60 mm. A predominância nesse solo utilizado é de grãos com diâmetro de 0,42mm, que tem 28,04% da amostra grãos de 0,30mm, que tem 25,84% e grãos de 0,15mm, que tem 26,83%, onde ao total essas três peneiras somam quase 80% da amostra usada no ensaio. Dessa forma o resíduo da vermiculita pode ser classificado como agregado fino. De acordo com a granulometria apresentada o solo em questão (resíduo da vermiculita) apresenta uma finura de baixa reatividade química seja usado em concreto e argamassas de cimento Portland ou até mesmo ativação alcalina como é o caso desse trabalho.

De acordo com Gomes (2008); Mohsen e Mostafa (2010) e Kutuniva et al. (2019) para acontecer a dissolução das partículas solidas compostas por sílica e alumina é necessário que o solo esteja com uma granulometria que se classifique como material filler, ou seja, aquele material que é passante na peneira de Nº 200 (0,075mm). O resíduo usado apresenta 9,21% de material pulverulento, porém só será possível afirmar se houve dissolução quando forem analisados os ensaios de DRX e MEV do compósito elaborado com o resíduo.

4.1.2 MASSA ESPECÍFICA E MASSA UNITÁRIA

Os resultados de massa específica e massa unitária do resíduo da vermiculita são apresentados na Tabela 6.

Material	Massa específica (g/cm ³)	Massa unitária (g/cm³)
Resíduo da vermiculita	2,84	1,48

Tabela 5 - Massa unitária e massa específica do resíduo da vermiculita

A parte fina do resíduo da vermiculita apresenta uma massa específica que muito se assemelha com a de um cimento Portland que pode variar de 2,80 a 3,20 g/cm³ de acordo com cada tipo de cimento. Essa finura se deve ao processo de separação do mineral britado na mineradora por meio dos aeroclassificadores, que é nada mais nada menos que um conjunto de equipamentos de ventilação, que por pressão positiva arrasta as partículas menores do mineral vermiculita fazendo a sua separação e coletando o material fino como foi demostrado na Figura 3 (página 24).

De acordo com Metha e Monteiro (2008), materiais com elevada massa específica tendem a ser negativo, pois aumentam o consumo de água e pode aumentar o consumo de cimento caso o agregado usado não tenha atividade pozolânica. Porém, quando dosados de forma correta pode gerar o empacotamento (efeito *filler*), que deixa o compósito mais denso e consequentemente ganha aumento de resistência e durabilidade. No caso dos compósitos feito com pastas geopolimérica o aumento de água não é incrementado na mistura pelo processo de moldagem tendo em vista que na dissolução dos aluminosilicatos acontece a formação de água, porém mesmo sendo acrescentado água o que importa é a não redução do Ph de dissolução (DUXSON et al, 2007; SOUZA 2009 e GHARZOUNI et al., 2015).

4.1.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DO RESÍDUO DA VERMICULITA

Os resultados dos compostos químicos encontrados no resíduo da vermiculita podem ser vistos na Tabela 7.

Composto químico	Metacaulim (%)
SiO ₂	61,604
MgO	18,715
Fe ₂ O ₃	7,064
CaO	5,566
Al ₂ O ₃	5,056
Na ₂ O	0,528
K ₂ O	0,216
Outros	1,249

Tabela 6 - Composição química do resíduo da vermiculita

Geralmente a maioria dos materiais pozolânicos são usados como precursores geopoliméricos devido a sua elevada quantidade de óxidos, que de acordo com a norma NBR 12653 (ABNT, 2015) tenha a soma dos óxidos SiO₂+Al₂O₃+Fe₂O₃ valores superiores a 70%, esta composição vai variar conforme a natureza do material mineral utilizado. Para a norma NBR 12653 (ABNT, 2015), o Fe₂O₃ é considerado um óxido importante, porém na síntese geopolimérica ele não participa efetivamente, desta forma sendo considerado apenas SiO₂+Al₂O₃. Quando somados os óxidos SiO₂+Al₂O₃+Fe₂O₃ de acordo com a norma de materiais pozolânicos podemos dizer que o resíduo da vermiculita é classificado como o tal.

Porém quando somados apenas os óxidos SiO₂+Al₂O₃ o resíduo da vermiculita não chega a 70% como pode ser visto na Figura 25.

Figura 25 - Somatório dos óxidos SiO₂+Al₂O₃ encontrados no resíduo da vermiculita.



Mesmo o resíduo não se caracterizando como um material pozolânico devido ao somatório dos óxidos $SiO_2+Al_2O_3$ não chegarem a 70%, o resíduo pode ter características amorfas e ter participação na reação de polimerização da ativação alcalina. De acordo com Barbosa (1999), Pinto (2004) e Shoukry et al. (2016), os óxidos contidos nos minerais tem maior reatividade quando encontrados na sua fase amorfa, mesmo que seja em pequenas quantidades. Porém o que identifica o as fases cristalinas e amorfa de um mineral é o difratograma de raio-X.

O gráfico com os difratogramas do resíduo da vermiculita é apresentado na Figura 26 e as fases mineralógicas na Tabela 8.

Residuo da vermiculita **V** - Vermiculita-Na⁺Ca²⁺Mg²⁺) (Mg Fe²⁺Fe³⁺)₃ (Si Al)₄ O₁₀(OH)₂₄ h₂O \mathbf{Q} - Quartzo - SiO₂ **Mi** - Mica - K⁺Al₂(Si₃Al) O₁₀(OH, F)₂ T - Talco - Mg₆(Si₈O₂₀)(OH)₄ H - Hematita Fe₂O QC - Calcita CaCO3 Intensidade н V Q 0 Mi \cap 35 50 60 10 15 20 25 30 40 45 55 2 Theta

Figura 26 – Análise mineralógica do resíduo da vermiculita.

Tabela 7 Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontradas no resíduo da vermiculita

Legenda	Fase	Composição química	Fichas
V		$N_{0}^{+}C_{0}2^{+}M_{0}2^{+}(M_{0}E_{0}2^{+}E_{0}3^{+})$, (Si A1).	98-003-7442
	Vermiculita	Na Ca2 Mg $^{\prime}$ (Mg Fe Fe $^{\prime}_{3}$ (SI AI) ₄ O ₁₀ (OH) ₂₄ H ₂ O	98-003-4812
			01-077-0022
Q	Quartzo		96-101-1177
		SiO ₂	96-901-2601
			00-046-1045
Mi	Mica	K^+ Ala(SiaAl) Qua(QH, E)a	96-006-8549
		K AI ₂ (SI ₃ AI) $O_{10}(O\Pi, \Gamma)_2$	96-901-2887
Т	Talco	Mg ₆ (Si ₈ O ₂₀) (OH) ₄	96-101-1153
			96-900-8041
С	Calcita	CaCO ₃	00-005-0586
Н	Hematita	Fe ₂ O	00-024-0072

No gráfico do DRX foi encontrado como fase principal a vermiculita trioctaédrica, que é um mineral com estrutura 2:1 (BRIGATTI, GALAN e THENG, 2006; HILLIER; MARWA; RICE, 2013; LESCANO, et al., 2013). Também são encontradas outras fases de minerais com estrutura 2:1, como é o caso do talco e mica, porém em menores quantidades. Outra fase encontrada com abundância além da vermiculita é o quartzo (SiO₂), onde em quase todos os picos pode ser visto. Já era esperado encontrar esse mineral, pois na análise de composição química do resíduo o óxido com maior quantidade é o SiO₂, porém quase todas as fases do quartzo foram identificadas em picos, o que indica que o mineral é encontrado na sua forma cristalina, exceto um pico tem características de amorficidade, que é o localizado no intervalo entre 22° e 23° do ângulo (2 θ).

A vermiculita também é encontrada na sua maioria na forma cristalina, mas no intervalo do halo de 12,5° a 17°do ângulo (2 θ) o mineral apresenta um comportamento amorfo, o que não concretiza dizer que essa porção da amostra tenha 100% de amorficidade. Outro mineral bastante encontrado é a hematita (Fe₂O), e isso também já era esperado tendo em vista a coloração escura do resíduo. A fase com menor incidência foi a calcita (CaCO₃), que foi encontrada no ângulo 26° e 34°, onde ambos são apresentados na forma de picos.

Em estudo recentemente feito por Rojas-Ramírez (2019) é possível observar as fases de vermiculita, mica e talco no resíduo usado pelo autor. De acordo com Brigatti et al. (2006), a composição mineralógica de um argilomineral depende das condições ambientais de pressão e temperatura que ele está sendo submetido no seu processo de desenvolvimento. Por isso, alguns minerais são encontrados em uma determinada região e outros não. Depois dessa análise acredita-se que o resíduo tenha participado muito pouco da reação de polimerização do ligante alcalinamente ativado, mas para afirmar essa hipótese é ideal associar a análise do DRX com o método de Rietveld (YOUNG, 1993).
4.2 PERCURSOR GEOPOLIMÉRICO (METACAULIM)

4.2.1 GRANULOMETRIA, MASSA ESPECÍFICA E FINURA BLAINE DO PRECURSOR GEOPOLIMÉRICO (METACAULIM)

A granulometria a laser do metacaulim é apresentado na Figura 27.





O metacaulim utilizado apresenta um diâmetro médio das partículas de 12,66 μ m, a distribuição granulométrica indica que 10% dos sólidos acumulados são menores que 1,08 μ m, 50% são menores que 4.08 μ m e 90% são menores que 37,11 μ m. A distribuição granulométrica só serve para ter uma noção da divisão dos finos no volume total da amostra, e não como parâmetro básico para determinar uma boa reatividade dos compostos aluminosilicatos. O que serve melhor como critério para saber se o material terá uma boa reatividade quando considerado a finura é a superfície específica (cm²/g), que é demostrado na Tabela 9.

Ensaio	Metacaulim
Finura Blaine [cm²/g]	11.000
Massa Específica [g/cm³]	2,51

Tabela 8 – Finura Blaine e massa específica do metacaulim

De acordo com Zampieri (1993) e Pinto (2004) para acontecer os processos de reação de dissolução dos aluminosilicatos é necessário que o precursor (pozolânas) atinja valores próximos de 7500 cm²/g para a reatividade ser elevada, embora a composição amorfa do material seja levada em consideração. Porém, como o metacaulim estudado tem uma finura bem superior aos 7500 cm²/g a sua reatividade tende a ser maior e provavelmente isso resultará no aumento da formação de compostos polimerizados, que são formados por um tetraedro de silício e três tetraedros de alumínio como pode ser visto no modelo conceitual de Barbosa (1999) na Figura 6 (página 30).

4.2.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MINERALÓGICA DO PRECURSOR GEOPOLIMÉRICO (METACAULIM)

A composição química do metacaulim é apresentado pela Tabela 10.

Composto químico	Metacaulim (%)
SiO_2	73,964
Al ₂ O ₃	18,307
Fe ₂ O ₃	4,025
K ₂ O	0,233
CaO	0,700
Na ₂ O	0,458
MgO	0,748
Outros	1,565

Tabela 9 - Composição química do metacaulim

Diferente do resíduo da vermiculita, o metacaulim é usado e classificado como uma pozolana. O somatório dos óxidos SiO₂+Al₂O₃ são apresentadas na Figura 28 e a difratograma de raio x na Figura 29 e a Tabela 11 com as fases e suas respectivas fichas ICCD.



Figura 28 - Somatório dos óxidos SiO₂+Al₂O₃ encontrados no metacaulim.

Figura 29 - Análise mineralógica do metacaulim

— Metacaulin



Legenda	Fase	Composição química	Fichas		
			96-101-1177		
Q	Quartzo	SiO_2	96-901-2601		
			00-046-1045		
С	Caulinita	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	01-083-0971		
А	Alumina	Al ₂ O ₃	00-010-0173		
Н	Hematita	Fe ₂ O	00-024-0072		
S	Sílica	SiO ₂	00-033-1161		

Tabela 10 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontradas no metacaulim

O metacaulim comercial utilizado na pesquisa apresenta uma grande quantidade de picos, o que não é característico do material em questão. No difratograma é possível observar que o mineral que tem maior incidência é a caulinita ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), mas só apresenta perfil de amorfícidade apenas no halo de 13° a 17° do ângulo (2 θ) e do halo 56° a 60 do ângulo (2 θ), os demais halos que aparecem o mineral caulinita são na forma cristalina. Além disso, o difratograma apresenta vários picos que são de sílica (SiO₂), quartzo (SiO₂) alumina (Al₂O₃), que com exceção do quartzo os demais é o mineral caulinitica, mas na sua forma cristalina. De acordo com Gomes (2008), os picos que apresentam caulinita na forma cristalina no mineral caulim é proveniente de falhas no processo de calcinação, onde o caulim sai da sua forma cristalina e passa para uma fase amorfa, que é a metacaulinita. Quando acontece esse tipo de falha a quantidade de metacaulinita é reduzida e o material perde reatividade pozolânica e nas reações de dissolução dos aluminosilicatos da ativação alcalina. Além desses minerais foi encontrado dois picos de hematita (Fe₂O).

4.2.3 ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP)

Os resultados do ensaio do Chapelle são descritos na Tabela 12.

Tabela 11 – Valores de consumo de Hidróxido de Cálcio para determinação de atividade pozolânica de acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2015).

Matarial	Atividade pozolânica		
Wateria	(mg Ca (OH) ₂ /g)		
Resíduo da vermiculita	274		
Metacaulim	971		

O resíduo da vermiculita e o metacaulim apresentaram 274 mg Ca (OH)₂/g e 971 mg Ca (OH)₂/g consumido respectivamente. De acordo com a NBR 15894-1 (ABNT, 2010) para o material metacaulim para o uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 1: Requisitos, o índice de atividade pozolânica Chapelle indicado pelo consumo de hidróxido de cálcio deve ser maior ou igual a 750 mg Ca (OH)₂/g. De acordo com Carvalho (2016) o consumo de hidróxido de cálcio no metacaulim e em outras pozolânas não está apenas relacionado a amorficidade do material, e sim sua finura. Já o resíduo da vermiculita apresentou um consumo de 274 mg Ca (OH)₂/g, o que de acordo com a norma NBR 15894 – 1 (ABNT, 2010) não faz referência a quantidade de hidróxido de cálcio consumido por outros tipos de pozolânas.

De acordo com a NBR 12653(NBR, 2015) o resíduo da vermiculita seria classificado como pozolana do tipo N, pois o material é uma argila e o somatório dos óxidos de SiO₂ e Al₂O₃ são superiores a 70%. Porém mesmo com essa quantidade de óxidos exigidos o material apresentou um perfil cristalino e baixo consumo de hidróxido de cálcio. Para que o resíduo da vermiculita apresente melhor desempenho na atividade pozolânica deve ser feito aumento da sua finura e realizar um processo térmico de calcinação para que aconteça modificações de algumas fases do material.

A média dos resultados do ensaio de Atividade Pozolana com Cal são apresentados na Figura 30





Os resultados apresentados demonstram que o metacaulim obteve uma resistência à compressão de 7,4 MPa, que é superior ao que a NBR 12653 (ABNT, 2015) exige para atividade pozolânica com cal. Já o resíduo de vermiculita registrou apenas 4,8 MPa, o que é abaixo dos 6,0 MPa que a norma determina. Embora muitos autores defendam que esse ensaio é uma forma simplista de mensurar o aumento de resistência de uma argamassa com cal, o que não determina fielmente que esse ganho seja proveniente das reações físico-químico que gera o consumo de hidróxido de cálcio e promove a criação de compostos menos solúveis e mais resistentes. De acordo com Zampieri (1993) esse ensaio tem objetivo de eliminar as variações que existem quando é feito o método com cimento. Para Medina (2011) há relevância na realização do ensaio desde que seja comparado o sistema Cal-Pozolana, Cimento-Pozolana e um sistema binário composto com os dois aglomerantes.

Embora o resíduo de vermiculita não apresente características de material pozolânico de acordo com as diretrizes da NBR 15894 – 1 (ABNT, 2010) e a NBR 12653 (ABNT, 2015), entretanto só é possível afirmar que não houve reação dos compostos sílico-aluminoso ou se houve e qual o nível de reação com os ensaios de difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura, que pode ser visto a formação de novos minerais, mudanças de fazer e identificar

modificações na morfologia do material. Porém levando em consideração que uma argamassa feita apenas com cal e areia tenha resistência que pode variar de 0,5 a 2,0 MPa, a argamassa que teve adição do resíduo teve uma resistência superior a argamassa de referência, porém esse crescimento de resistência foi consequência do efeito *filler* e não por reações de consumo do hidróxido de cálcio.

3.4 DURABILIDADE

4.4.1 RESISTÊNCIA A AÇÃO DA ÁGUA ESTÁTICA, ABSORÇÃO DE ÁGUA E PERDA DE MASSA POR IMERSÃO

As médias do resultado de resistência a ação da água estática, absorção de água e perda de massa por imersão são apresentadas na Tabela 13 e os corpos de prova que foram submetidos ao ensaio são vistos na Figura 31.

Tab	ela 12	– Média	dos resul	tados de	e resisté	ència à	i água,	absorção	e perda	de de	massa	por
-----	--------	---------	-----------	----------	-----------	---------	---------	----------	---------	-------	-------	-----

Tipo da Amostra	Peso seco 1 (g)	Resistência à água	Peso úmido (g)	Peso seco 2 (g)	Peso da água (g)	Perda de massa (g)
G01	31,1	SIM	34,1	30,9	3,0	0,2
GRV 20	34,0	SIM	37,8	33,7	3,8	0,3
GRV 40	38,3	SIM	43,1	37,9	4,8	0,4
GRV 60	35,6	SIM	40,1	34,7	4,5	0,9
GRV 80	35,3	SIM	39,9	34,4	4,6	0,9
GRV 100	35,7	SIM	40,4	34,6	4,7	1,1

imersão.



Figura 31 - Amostras antes e depois do ensaio de absorção por imersão.

Como pode ser visto na tabela acima todas as composições do compósito obtiveram estabilidade dimensional quando submerso por 24 horas. A perda de massa variou de 0,2 g para a pasta geopolimérica sem adição do resíduo e 1,1 g para o compósito com adição de 100% do resíduo da vermiculita. Porém pode ser visto que com o aumento da adição do resíduo a perda de massa foi aumentando gradativamente, mas não atrapalhou o processo de solidificação do compósito. De acordo com Santa (2012) que estudou composições de pastas geopolimérica com resíduo da indústria de papel, o aumento de materiais sólidos não reagentes na reação de polimerização dos aluminosilicatos podem atrapalhar o processo de endurecimento e tornar o compósito sem durabilidade quando exposto a ação da água. A perda de massa pode ser visualizada melhor com suas porcentagens na Figura 32.



Figura 32 – Porcentagens da perda de massa depois do ensaio de absorção por imersão.

A pasta G01 teve perda de massa por imersão de 0,64%, já os compósitos que receberam o resíduo de vermiculita GRV20, GRV40, GRV60, GRV80 e GRV100 obtiveram perda de massa por imersão de 0,88%, 1,04%, 2,53%, 2,55% e 3,08% respectivamente. Além de apresentar baixar perda de massa, todos os compósitos demonstraram uma aparência de intacto no final do ensaio, o que não aparentava ter registrado perda de massa. Observando outros corpos de prova que não se submeteram ao ensaio foi possível ver que existia uma quantidade excessiva de metacaulim na superfície. De acordo com Hodhod, Alharthy e Bakr (2020), esse fenômeno acontece quando o metacaulim ou qualquer outro precursor geopolimérico apresenta baixa reatividade, e partículas solidas que não reagiram com as soluções alcalinas migram para a superfície do compósito geopolimérico. Também não foi observado desprendimento do resíduo da vermiculita, já que ele tem aspecto brilhoso é assim seria fácil de perceber ele desagregando da superfície do corpo de prova.

Esse comportamento de baixa reatividade já era esperado após a análise da mineralogia do percursor geopolimérico (metacaulim) e do resíduo da vermiculita. Da mesma forma que a perda de massa foi gradativa com o aumento da adição do resíduo da vermiculita a absorção de água também foi como pode ser visto na Figura 33.



Figura 33 – Porcentagens da absorção de água por imersão depois de 24 horas.

A pasta G01, que é a de referência teve uma absorção de água por imersão de 9,71%, o que de acordo com as NBR – 7170/1983 Tijolo maciço cerâmico para alvenaria, NBR – 7171/2005 Bloco Cerâmico para alvenaria e NBR – 8492/2012 - Tijolo maciço de solo-cimento: determinação da resistência à compressão e da absorção de água determina que a absorção de água por imersão desses materiais não deve ser inferior a 8,0 %, pois caso seja haverá dificuldades de assentamento. A pasta geopolimérica foi comparado a esses materiais supracitados, pois o geopolímero ainda não tem norma especifica que dê parâmetros de caracterização. Porém mesmo que o G01 ou as demais composições tivessem absorção de água por imersão inferior a 8,0 % não haveria problemas na aderência no seu assentamento, pois o ligante geopolimérico pode servir de adesivo para materiais metálicos, que tem porosidade muito baixa em relação a materiais de caráter cerâmico. Para a utilização como adesivo o geopolímero tem que ter relação SiO₂/Al₂O₃ maior que 3 como foi visto no quadro 1 (página 47).

O resultado da pasta G01 foi relativamente próximo dos resultados obtidos por Pinto (2004), que teve como absorção de água por imersão um valor de 8,3% em pastas geopolimérica com percursor metacaulim. Já Azevedo (2018) obteve absorções de água com pastas geopoliméricas feitas com metacaulim e resíduo da cerâmica vermelha de 6,8% para o

metacaulim com 3 dias de cura e 5,4% com 28 dias de cura, já a pasta com o resíduo cerâmico obteve absorção de 36,2% para 3 dias e 37,8% para 28 dias. Embora tenha que levar em consideração que o que determina maior densidade de um ligante geopolimérico mão é apenas o percursor e sim o ativador alcalino, relação SiO₂/Al₂O₃, relação solido/ativador e temperatura de cura. Para uma pasta que servirá de base para uma placa de revestimento a sua absorção de água ficou próximos dos valores encontrados na bibliográfica.

Já analisando os compósitos que receberam adição do resíduo da vermiculita todos obtiveram absorção inferiores a 14%, onde o GRV20 teve 11,28%, GRV40 12,66%, GRV60 12,97%, GRV80 13,37 e GRV100 13,58%. Esse comportamento já era esperado devido a grande quantidade de finos que o resíduo da vermiculita apresenta devido ao seu processo de beneficiamento com os aeroclassificadores, além disso de acordo com Hillier, Marwa e Rice (2013) a vermiculita tende a ter absorção de água elevada devido a sua distância interfoliar ou distância interplanar basal que pode variar de 14 a 20 Ângstrons, que tem relação direta com a sua composição química.

Mesmo com o crescimento da absorção de água com o incremento de resíduo da vermiculita, todos os compósitos com o mineral obtiveram porcentagem de absorção inferior aos valores determinados como limite de materiais assentados. Isso mostra que a elevação da absorção não limita o uso dos compósitos com as demais composições de adição do resíduo da vermiculita.

4.5.1 PERDA DE MASSA POR EROSÃO (SIMULADOR DE CHUVA)

Os resultados do ensaio de perda de massa por erosão com o simulador de chuva são descritos na Figura 34.



Figura 34 – Porcentagem da perda de massa por erosão com o simulador de chuva.

A pasta geopolimérica G01 foi a composição que teve perda de massa de 1,74%, o que se caracterizou como a amostra que teve menor erosão em relação as demais. Já os compósitos com adição do resíduo da vermiculita (GRV20, GRV40, GRV60, GRV80 e GRV100) obtiveram perda de massa de 2,36%, 3,41%, 4,11%, 4,57% e 5,11% respectivamente. De acordo com trabalho realizado por Heathcote e Morre, (2003) com base na norma australiana Boletim 5, os valores admissíveis para erosão em blocos de terra estabilizados com cimento é de 10%. Dessa forma, podemos ver que todos os corpos de prova ensaiado obtiveram valores bem inferior aos estabelecidos pela norma australiana. No estudo realizado por Rezende et al. (2015), onde a autora realizou o ensaio de erosão com misturas de concreto de cimento Portland com substituição parcial por metacaulim (0%, 10%, 15% e 20% de substituição), os resultados de perda de massa foram inferiores a 4,0%. Embora tenha sido feito 20 ciclos do ensaio de erosão em cada amostra, a perda de massa de

Os blocos estabilizados com cimento Portland, que tem uma menor quantidade do ligante tendem a ter um aumento da perda de massa, pois além de perder massa ocasionado pelo atrito do jato de água também tem a menor estabilidade química característica do material cimentante (Cimento Portland) quando exposto a água em movimento (Heathcote e Moore, 2003; Obonyo, Exelbirt e Baskaran, 2010). De acordo com Metha e Monteiro, (2008), esse mecanismo de erosão do ligante se dá por meio da lixiviação dos produtos hidratados da pasta de cimento Portland devido ao pH baixo da água em relação ao pH do silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e hidróxido de cálcio (C-H).

é mais denso (Concreto de cimento Portland).

No caso de blocos estabilizados com a ativação alcalina, essa perda de massa é reduzida devido a inércia química característica dos ligantes geopoliméricos (PALOMO et al., 1999a; DIOP e CRUTZECK, 2008a; DIOP e CRUTZECK, 2008b). Nessa pesquisa essa perda pode ter sido aumentada em relação a outros estudos devido à baixa reatividade do metacaulim, como já foi comentado anteriormente. A quantidade de massa que os corpos de prova perderam é consequência do atrito gerado pelo jato de água no momento do ensaio fazendo com que as partículas do compósito, que estão na superfície da amostra se desprendessem.

Quando analisado a profundidade do desgaste gerado pelo ensaio de erosão, todas as amostras ensaiadas obtiveram relação profundidade (mm) / tempo (1 ciclo = 60 minutos) inferiores a 1 mm, o que de acordo com o *Bulletin 5*, do *Building Code of Australia* todos os compósitos são duráveis em um período de 50 anos, que é o tempo determinado para tijolos de solo cimento. Os resultados das medições a cada 15 minutos e a relação entre a profundidade e tempo são demostrando da Tabela 14.

Comnásito	Tompo (minutos)	Profundidade da	Relação
Composito	Tempo (minutos)	erosão (mm)	profundidade/tempo
	15	< 0,1	
C01	30	< 0,1	0
001	45	< 0,1	
	60	< 0,1	
	15	0,1	
GRV20	30	0,1	0.008
GICV20	45	0,3	0,000
	60	0,5	
	15	0,1	
GRV40	30	0,1	0.008
0KV40	45	0,4	0,008
	60	0,5	
	15	0,2	
GRV60	30	0,6	0.013
GICV00	45	0,6	0,015
	60	0,8	
	15	0,4	
GRV80	30	0,6	0.015
GRV80	45	0,9	0,015
	60	0,9	
GRV100	15	0,8	
	30	1,3	0.026
	45	1,6	0,020
	60	1,6	

Tabela 13 -Resultados da relação profundidade/tempo do ensaio de erosão.

Os resultados da relação de profundidade/tempo são menores que os estabelecidos pelo *Bulletin 5*, porém o ensaio é feito por meio de um jato de água que não tem interferência de nada, porém nas instalações rurais, que são os lugares proposto para o uso da placa estudada podem receber modificações primárias que diminua o contato direto entre a chuva e a placa. De acordo com Baeta (2010), um exemplo de modificação primária que pode ser feita e o

aumento do beiral do telhado, que nesse caso evita que a precipitação fique em contato direto com a face da alvenaria que receberá a placa, nesse caso beiral pode ser modificado e aumentado na fase de projeto também. A aparência dos corpos de prova antes e pós o ensaio de erosão pode ser visto na Figura 35 e 36.

Figura 35 – Aspecto físico antes do ensaio, depois com o corpo de prova úmido e depois do ensaio com o corpo de prova seco (G01, GRV 20 e GRV 40)



Figura 36 – Aspecto físico antes do ensaio, depois com o corpo de prova úmido e depois do ensaio com o corpo de prova seco (GRV 60, GRV 80 e GRV 100)



4.5 RESISTÊNCIA MECÂNICA DOS COMPÓSITOS

4.5.1 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO SIMPLES DOS COMPÓSITOS

No ensaio de resistência à compressão simples a pasta geopolimérica de referência G01 obteve uma resistência de 15,9 MPa. Já o compósito com adição de 20% do resíduo da vermiculita GRV20 teve um valor de 13,2 MPa, o que representa uma queda de resistência de 16,99% em relação a pasta de referência. A composição com adição de 40% de resíduo, o GRV40 registrou um valor de resistência de 19,9 MPa, que é 25,15% mais resistente do que a pasta de referência. O GRV60 teve 3,1 MPa e os GRV80 e GRV100 obtiveram valores de 2,7 MPa, onde o GRV60 foi 80,51 % menos resistente do que o G01 e os GRV80 e GRV100 foram 83,03% menor que o de referência.

A média dos resultados são descritos na Figura 37.



Figura 37 – Resultados de resistência à compressão simples dos compósitos estudado.

A pasta geopolimérica de referência G01 teve resistência à compressão bem inferior as pastas feita com o percursor metacaulim, porém a composição e as relações molares estabelecidas por esse estudo não levou em consideração aumento de resistência, e sim condutividade térmica. O compósito GRV20 teve uma queda de resistência, o que não era esperado tendo em vista a garantia da mesma quantidade de água da pasta G01 e a molaridade da solução permanecer sempre em 8 mols. Já a composição do GRV40 teve um aumento da resistência mecânica, o que foi contrário ao resultado do GRV20. O aumento de resistência em compósitos com adições de resíduos minerais no processo de extração de argila de acordo com Da Rocha (2008) é esperado, pois esses resíduos são materiais pulverulentos e mesmo não havendo reatividade química, o material preenche espaços vazios e realiza o refinamento de poros no compósito. A queda de resistência do compósito GRV20 é semelhante com o estudo realizado por Capasso et al. (2019), onde foi introduzido agregado oriundo da mineração de carvão em pasta geopolimérica feitas com cinzas volantes.

Os demais compósitos com resíduo da vermiculita (GRV60, GRV80 e GRV100) tiveram redução drástica da resistência à compressão simples. Esse comportamento se deve a estrutura física do mineral vermiculita, que tem baixa resistência mecânica e grãos com tendência lamelares semelhantes as micas (SANTOS, 1992). Esse comportamento da queda de

resistência com o uso do resíduo da vermiculita como agregado também foi percebido no estudo realizado por Dias (2018), que fez substituição parcial e integral da areia pelo resíduo da vermiculita. De acordo com Rojas-Ramirez (2019) esse mineral tem baixa reatividade em argamassas de cimento Portland, e só entra no compósito como material de enchimento devido a suas grandes quantidades de finos na sua composição.

A confirmação que o resíduo da vermiculita iria contribuir muito pouco para a reação de polimerização do ligante geopolimérico já tinha sido obtida na análise mineralógica do mineral. Porém essa confirmação com o DRX não é de caráter qualitativo, e sim quantitativo. Pois a quantidade de material ativo no resíduo mesmo sendo pequena pode gerar compostos durante o processo de reorganização das espécies dissolvidas e formar produtos que contribuam para o aumento da resistência do compósito, porém isso só é possível averiguar quando realizado a Ressonância Magnética Nuclear – RMN (SHAO–DONG WANG e SCRIVNER, 2003; PALOMO, ALONSO e JIMENEZ, 2004).

4.5.2 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO NOS 3 PONTOS DOS COMPÓSITOS

A pasta geopolimérica G01 teve resistência à tração na flexão de 1,6 MPa, que representa 10,06% da sua resistência à compressão, que de acordo com Pinto (2004) se assemelha bastante com a relação de resistência a flexão de compósitos a base de cimento Portland e algumas composições de ligante alcalinamente ativado (geopolímero). As composições GRV20 e GRV40 apresentaram ganho de resistências em relação a pasta de referência, onde os resultados do GRV20 e GRV40 foram de 3,6 MPa e 6,9 MPa respectivamente. Porém as demais composições GRV60, GRV80 e GRV100 obtiveram um comportamento diferente do GRV20 e GRV40, onde os três compósitos tiveram uma queda de resistência gradativa de acordo com o aumento de adição do resíduo da vermiculita, registrando 1,2 MPa, 1,3 MPa e 1,1 MPa respectivamente. Os resultados podem ser vistos na Figura 38.



Figura 38 – Resistência à tração na flexão nos 3 pontos dos compósitos estudados.

Os compósitos GRV20 e GRV40 tiveram um aumento de resistência a tração na flexão de 225% e 431,25% em relação ao G01. Esse ganho de resistência pode ser atribuído a forma física do mineral, que de acordo com Ugarte Sampaio e França (2005) têm formato lamelar semelhante as micas, o que proporciona ganho de resistência a tração na flexão. No estudo feito por Rojas-Ramirez et al. (2019) é possível observar o perfil lamelar da vermiculita no seu estado natural. Hillier (2013) reforça isso quando explica o processo de exfoliação que o mineral vermiculita sofre quando submetido a choque térmico, que gera sua expansão e nesse caso promove o incremento de resistência à tração quando utilizado junto a algum material cimentício. Chouhan et al. (2019) também identificou esse comportamento quando estudado a adição de resíduo de mineração de calcário como agregado em argamassas de cimento Portland. Monsores et al. presenciou esse comportamento do aumento de resistência a tração usando mica na forma cristalina em compósitos poliméricos, embora a natureza química do compósito seja diferente, mas a ação física do mineral é a mesma.

As demais composições GRV60, GRV80 e GRV100 registraram queda de resistência à tração em relação ao G01 de 25%, 18,75% e 31,25% respectivamente. Esse comportamento se deve a menor quantidade de material ligante no compósito que faz com que a zona de transição entre ligante e agregado se torne fragilizada. Caneda-Martínez et al. (2019) teve redução da

resistência à flexão em compósitos feitos com adição de resíduo mineração de carvão. Mesmo não sendo mineral de vermiculita, o resíduo da mineração do carvão gera um agregado fino e de elevada porosidade que mais se assemelha ao resíduo estudado nesse trabalho.

4.6 COMPORTAMENTO TÉRMICO

4.6.1 CONDUTIVIDADE TÉRMICA DOS COMPÓSITOS

Os resultados de condutividade térmica e resistência térmica dos compósitos geopoliméricos são apresentados na Tabela 15.

Composições	Condutividade (W/m.K)	Resistência (m ² .K/W)
G01	0,163	788,4
GRV20	0,156	1024,6
GRV40	0,155	1024,6
GRV60	0,223	509,9
GRV80	0,226	511,1
GRV100	0,332	209,5

Tabela 14 - Condutividade térmica e resistência dos compósitos geopliméricos

Na Tabela 14 é possível observar que o compósito G01 tem uma condutividade térmica de 0,163 W/m.K e quando introduzido 20% e 40% do resíduo da vermiculita esse valor baixa para 0,156 W/m.K e 0,155 W/m.K respectivamente. Quando a quantidade do resíduo é superior a 40% os valores de condutividade térmica aumenta ao ponto de ser superior ao da pasta G01, onde o GRV60 tem condutividade de 0,223 W/m.K, o GRV80 de 0,226 W/m.K e o GRV100 0,332 W/m.K.

A baixa condutividade térmica da pasta G01 é proveniente da natureza química do material, que se assemelha a estrutura química das zeólitas (DAVIDOVITS, 1994; DUXON et. al, 2005). Além disso, o geopolímero pode ter redução da sua condutividade devido a porosidade que a pasta obtém oriundo no seu processo de formação, seja em temperatura ambiente ou temperatura artificial (FELIZARDO, 2016). As reduções na condutividade térmica das composições com 20% e 40% são ocasionadas devido a estrutura física do mineral vermiculita, que apresenta lamelas espaçadas e com isso gerando vazios que dificultam a transferência de calor (ROJAS-RAMÍREZ et. al., 2019). Valores próximos são encontrados no estudo realizado por Medri et. al. (2015), onde foi elaborado uma placa leve de compósito geopolimérico com vermiculita expandida, onde o autor fez uma pasta com relação SiO₂/Al₂O₃

igual a 2,0 e adiciona 20% de vermiculita expandida, que obteve uma condutividade térmica de 0,189 W/m.K. No estudo de Medri et. al. (2015) a redução de condutividade se dá pela maior quantidade de vazios que o mineral vermiculita expandido tem, desta forma acredita-se que a contribuição do resíduo seja significativa, mas um grande contribuinte para os resultados de condutividade foi a relação SiO_2/Al_2O_3 igual a 3,0.

As demais composições GRV60, GRV80 e GRV100 não mantiveram esse comportamento de redução da condutividade térmica, o que até o momento não foi encontrado justificativa na bibliografia internacional estudada. Porém, mesmo acontecendo o aumento na condutividade os compósitos GRV60, GRV80 e GRV100 registraram valores inferiores a outros tipos de materiais usados como isolante térmico, a exemplo do gesso. A Tabela 16 apresenta valores de condutividade térmica de outros compósitos a base de gesso.

Material	Condutividade térmica (W/m.K)
Gesso celular	0,50
Gesso (placa)	0,35
Gesso paramentado c/ cartão antichama	0,35
Gesso com fibras minerais	0,35
Gesso projetado	0,50
Gesso com vermiculita 1:1	0,30
Gesso com vermiculita 1:2	0,25
Argamassa de gesso	0,53
Argamassa de cal e gesso	0,70
Argamassa de cal e gesso	0,22

Tabela 15 - Condutividade térmica de compósitos a base de gesso

Fonte: Incopera (2003) e Frota e Schiffer (2001).

As composições GRV60 e GRV80 têm valores muito semelhantes aos estudos que englobam gesso com vermiculita expandida 1:2 e argamassa de cal e gesso. Já a GRV100 se assemelha ao gesso com vermiculita 1:1. Porém, o gesso apresenta baixa condutividade térmica devido a sua estrutura porosa, já o geopolímero além de apresentar redução da condutividade térmica por porosidade a maior parte da redução é advinda dos minerais que são encontrados na sua composição (GHARZOUNI et. al. 2015).

O comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica dos compósitos é apresentado nas Figuras 39, 40, 41, 42, 43 e 44.





Figura 40 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no condutivímetro K30 do compósito GRV20





Figura 41 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no condutivímetro K30 do compósito GRV40.

Figura 42 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no condutivímetro K30 do compósito GRV60.





Figura 43 - Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no condutivímetro K30 do compósito GRV80.

Figura 44 – Comportamento térmico durante o ensaio de condutividade térmica no condutivímetro K30 do compósito GRV100.



Os compósitos que obtiveram melhores resultados foram os GRV20 e o GRV40 entre os que foram estudado em questão, mas os GRV60, GRV80 e GRV100 obtiveram valores que podem ser considerados como compósitos isolantes térmicos quando levando em consideração valores de condutividade térmica de materiais usados no conforto térmico como é o caso do gesso com vermiculita expandida 1:2.

4.7 ANÁLISE QUÍMICA E MICROESTRUTURAL DOS COMPÓSITOS SINTETIZADOS

4.7.1 ANÁLISE MINERALÓGICA POR DIFRAÇÃO DE RAIO X (DRX)

Os difratogramas de raio X das misturas G01, GRV20 e GRV40 são apresentados na Figura 45 e as cartas dos respectivos minerais e seus nomes na Tabela 17.



Figura 45 – Difratogramas das composições G01, GRV20 e GRV40.

Legenda	Fase	Composição química	Fichas
			96-101-1177
Q	Quartzo	SiO ₂	96-901-2601
			00-046-1045
Н	Hematita	Fe ₂ O	00-024-0072
Ca	Calcita	CaCO ₃	00-005-0586
F	Fluorita	CaF2	00-035-0816
Tr	Trona	Na ₂ CO ₃ NaHCO ₃ 2H ₂ O	01-077-2041
т			96-101-1153
1	Taico	141 <u>g</u> ₆ 518020(011)4	96-900-8041
М	Mulita	3Al ₂ O ₃ .2SiO	01-089-2814
		$Na^{+}C_{2}2^{+}Ma^{2+}(Ma Ee^{2+}Ee^{3+})_{2}$ (Si A1).	98-003-7442
V	Vermiculita		98-003-4812
		U10(UT)24 T2U	01-077-0022

Tabela 16 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontradas nas composições G01, GRV20 e GRV40.

Analisando o difratograma da G01 é possível observar o desaparecimento de três picos que eram encontrados no difratograma do percursor geopolimérico metacaulim. Além disso, é possível observar que alguns picos tiveram sua intensidade reduzida. Isso se deve ao aumento de fases amorfas que antes do processo de dissolução se encontrava no estado cristalino e quando exposta ao meio alcalino se dissolvem e geram um material de fase amorfa ou semiamorfa (PROVIS et al.2005; DUXSON et al. 2007; NOVAIS et al. 2016). É possível observar um padrão de amorficidade entre o halo 21 ao 27, o que indica a formação de gel N-A-S-H que é o composto mais comum em cimentos alcalinos a base de argila calcinada (ZHANG et al., 2013). Além disso, o G01 apresentou no halo 30 e 37 a presença do mineral trona (Na₂ CO₃NaHCO₃2H₂O), que é um mineral rico em carbonato de sódio, o que indica que mesmo com cuidados no processo de dosagem da pasta geopolimérica G01, ela ainda ficou com álcalis Na⁺ que não reagiram com os aluminosilicatos do metacaulim e depois de endurecida reagiu com o CO₂, porém não foi possível observar visualmente a presença de carbonatos nos corpos de prova da pasta G01,mas sim nas composições GRV20 e GRV40 com pequenas manchas brancas.

Os difratogramas das composições GRV20 e GRV40 apresentaram modificações no pico do halo 22 com aumento da cristalinidade em relação a G01. Podemos também observar o crescimento dos picos localizados no halo 25, 27 e 29, que no difratograma da G01 indicava a presença de quartzo (SiO₂), porém em uma fase menos cristalina. Já quando observado no GRV20 e GRV40 a intensidade do quartzo aumenta, o que pode estar associado diretamente a quantidade desse mineral encontrada no resíduo da vermiculita na forma cristalina, que pode ter dificultado identificar a presença do gel N-A-S-H. Essa análise comprova que o aumento de resistência que essas duas composições obtiveram está relacionada diretamente com a redução dos poros por via física, ou seja, pelo preenchimento de vazios por material pulverulento que não reagiu quimicamente com as soluções alcalinas (PROVIS, 2018). O gel N-A-S-H pode ser encontrado e quantificado quando analisado a microestrutura dos compósitos GRV20 e GRV40.

Analisando os difratogramas das composições GRV20 e GRV40 em relação ao seu comportamento térmico é possível ver que nas duas misturas com 20% e 40% do resíduo da vermiculita foram encontrados picos de mulita ($3Al_2O_3.2SiO$) e vermiculita ($Na^+Ca^{2+}Mg^{2+}$) (Mg Fe²⁺Fe³⁺)₃ (Si Al)₄ O₁₀(OH)₂₄ H₂O), que são dois minerais que tem baixa condutividade térmica, o que ajudou na redução da condutividade térmica do GRV20 e GRV40 em relação a pasta G01 (SANTOS, 1992; RASHAD, 2016).

Na Figura 46 podemos observar os difratogramas das composições GRV60, GRV80 e GRV100 e na tabela 18 as fases mineralógicas, a composição química e as cartas ICDD de cada mineral.



Figura 46 - Difratogramas das composições GRV60, GRV80 e GRV100.

Legenda	Fase	Composição química	Fichas
			96-101-1177
Q	Quartzo	SiO_2	96-901-2601
			00-046-1045
Н	Hematita	Fe ₂ O	00-024-0072
Ca	Calcita	CaCO ₃	00-005-0586
F	Fluorita	CaF2	00-035-0816
Tr	Trona	Na ₂ CO ₃ NaHCO ₃ 2H ₂ O	01-077-2041
Т	Talco	Mg6Si8O20(OH)4	96-101-1153
1			96-900-8041
М	Mulita	3Al ₂ O ₃ .2SiO	01-089-2814
		$Na^{+}Ca2^{+}Ma^{2+}(Ma Ee^{2+}Ee^{3+})a$ (Si A1)	98-003-7442
V	Vermiculita		98-003-4812
		0 ₁₀ (0 1) ₂₄ H ₂ O	01-077-0022
На	Halita	NaCl	00-005-0628
Bo	Bornite	Cu ₅ FeS ₄	01-073-1667
С	Caulinita	Al ₂ Si ₂ O ₅ (OH) ₄	00-033-1161

Tabela 17 - Fases mineralógica, fórmula química e fichas ICDD das fases encontradas nas composições GRV60, GRV80 e GRV100.

O difratograma do GRV60 apresentou um perfil mais amorfo do que as demais composições, e em especial a G01. Todos os picos que apresentaram quartzo (SiO₂) e hematita (Fe₂O) do halo 20 ao 40 deixaram de existir e onde era possível observar picos de quartzo, que é sílica no estado cristalino foi visualizado caulinita (Al₂Si₂O₅(OH)₄) que no percursor geopolimérico usado se encontra no seu estado amorfo na forma de metacaulinita (Al₂Si₂O₅(OH)₄) (PINTO, 2004; DIOP e CRUTZECK, 2008; GOMES, 2008). Além disso, os picos que registravam hematita no G01 desapareceram no GRV 60, mas mantiveram o registro da vermiculita (Na⁺Ca2⁺Mg²⁺) (Mg Fe²⁺Fe³⁺)₃ (Si Al)₄ O₁₀(OH)₂₄ H₂O). Também podemos afirmar que o perfil amorfo encontrado entre os halos 20 a 40 indica a formação de fases amorfas do tipo N-A-S-H, devido a grande quantidade de caulinita e sódio encontrados entre esses halos (ZHANG et al., 2013).

Além disso, no difratograma do GRV60 é possível observar a presença do mineral bornite (Cu_5FeS_4), que acredita ser falha experimental do ensaio, pois esse mineral é rico em cobre e os materiais sintetizados tinham teores insignificantes de óxido de cobre na sua composição, o que impossibilitava a criação desse mineral. Os demais minerais encontrados no GRV60 é a trona (Carbonato de sódio) e a halita (NaCl). O trona é formado por meio do Na⁺ livre que entra em contato com o gás carbônico do meio ambiente e a halita é quando o Na⁺ reage com o cloro presente na água de moldagem. Ambos os minerais são sais solúveis que podem prejudicar a durabilidade dos compósitos.

Nos difratogramas dos GRV80 e GRV100 o que pode ser visto de diferente dos demais é a grande presença do quartzo (SiO₂) na forma cristalina. No GRV80 o quartzo cristalino é encontrado do halo 20 ao 60, já no GRV100 o mesmo mineral só é encontrado do halo 20 ao 25 e depois disso é encontrado caulinita no halo 37 e 50. No GRV80 e GRV100 também é encontrado o bornite e halita, porém em menores quantidades.

4.7.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO (FTIR)

Os resultados das curvas de espectroscopia de infravermelho são apresentados na Figura 47. O G01 que é o compósito de referência mostra um espectro na região do infravermelho no comprimento de onda de 3700 cm⁻¹ a 3600 cm⁻¹ que pode ser atribuída as deformações axiais assimétrica e simétrica características das hidroxilas que estão ligadas ao Al e a água livre que podem ser encontradas no mineral caulinita (GOMES, 2008). Esse comportamento no espectro analisado confirma a hipótese de que o precursor geopolimérico usado teve um processo de calcinação deficiente, pois esse determinado ponto apresentado do espectro é característico da estrutura cristalina da caulinita, que quando bem calcinada passa de caulinita para metacaulinita.

No mesmo espectro é possível observar no comprimento de onda 1050 cm⁻¹ uma absorção que é característica dos cimentos alcalinos elaborados com percursores provenientes de argilas calcinada (metacaulim). Essa absorção é advinda da vibração que ocorre no estreitamento assimétrico dos grupos Si-O-Si e Si-O-Al que são encontrados nos tetraedros e octaedros da metacaulinita (GHARZOUNI et al. 2015). Na sequência podemos observar a modificação que ocorre no comprimento de onda 800 cm⁻¹, que quando identificado no precursor antes da síntese geopolimérica apresenta uma transmitância mais elevada, e no G01 acontece uma redução do deslocamento devido à estrutura do Al-O e nos GRV20 e GRV40 o deslocamento é maior (GRANIZO et al. 2002).



Figura 47 – Espectros dos compósitos G01, GRV20 e GRV40.

No comprimento de onda 720 cm⁻¹ foi encontrado um comportamento de transmitância que se assemelha a formação de gel N-A-S-H, que é característico a estrutura das ligações do sistema SiO₂+Al₂O₃+Na₂O (AZEVEDO, STRECKER e LOMBARDI, 2018). Além disso, pode ser visto uma vibração no comprimento de onda de 500 cm⁻¹, que é característico do sistema T-O, onde o T pode ser Si ou Al. Esse comprimento de onda pode ser encontrado em todos as amostras. Nos compósitos GRV20 e GRV40 foram encontrados no comprimento de onda de 3600 cm⁻¹ a 3300 cm⁻¹ e no 1700 cm⁻¹ e 1500 cm⁻¹ banda de absorção largas e intensas, que são atribuídas ao comportamento de vibração das ligações de O-H e água adsorvida encontradas na região interlamelar da vermiculita no seu estado natural (RITZ, ZDRÁLKOVÁ e VALÁSKOVÁ, 2014).

Nos GRV20 e GRV40 o comprimento de onda 800 cm⁻¹ a vibração é mais acentuada em relação ao G01, o que leva a supor que com o incremento do resíduo da vermiculita uma parte da metacaulinita não reagiu com a solução alcalina fazendo com que esse comportamento que foi reduzido no G01 ficasse mais evidente nesses dois compósitos, o que pode ter diminuido a formação do gel N-A-S-H, porém essa hipótese só será confirmada na realização da microscopia eletrônica de varredura (MEV). No comprimento de onda 700 cm⁻¹ foi encontrado

uma vibração que se assemelha a band de 720 cm⁻¹ do gel N-A-S-H, o que pode ter sido um erro do aparelho e ter realizado o deslocamento dessa vibração. Essa hipótese é confirmada, pois o M – OH, onde o M = Si ou Al realiza ligações alternadas com o oxigênio e o hidrogênio assim formando o polisialato de sódio, que é encontrado na forma de gel N-A-S-H (MEDRI et al., 2015).

Nas composições GRV60, GRV80 e GRV100 foram observadas as mesmas vibrações no comprimento de onda 3700 cm⁻¹ a 3600 cm⁻¹, que são referentes as deformações das ligações das hidroxilas ao Al (Figura 48).



Figura 48 - Espectros dos compósitos GRV60, GRV80 e GRV100

No comprimento de onda 3600 cm⁻¹ a 3300 cm⁻¹ se mantem dos três compósitos é possível observar de forma mais clara que nos compósitos GRV20 e GRV40 a vibração das ligações das hidroxilas e água adsorvida das lamelas do mineral vermiculita. Esse leve aumento das vibrações se dão a maior quantidade de vermiculita presentes nesses compósitos. Da mesma

forma é observado no comprimento de onda 1700 cm⁻¹, que ambos são característicos da vermiculita no seu estado in natura (AZEVEDO, 2017).

Nos espectros analisados no comprimento de onda 1490 cm⁻¹ é possível visualizar uma pequena elevação na transmitância que indica vibração característica de produtos carbonatados, que nesse caso é Na₂CO₃, que justifica no difratogramas de raio-X do GRV60, onde foi encontrado carbonato de sódio na forma do mineral trona. Esse fenômeno acontece quando os álcalis (Na⁺) das soluções alcalina não reagem com o SiO₂ e Al₂O₃ do precursor geopolimérico e depois da realização da síntese fica no material de forma instável e vem a reagir com o gás carbônico livre na atmosfera. Em seguida nos três espectros visualizamos o comprimento de onda 1050 cm⁻¹ a 990 cm⁻¹ que apresenta uma frequência reduzida proveniente das ligações dos grupos dos aluminosilicatos, que são os componentes mineralógico encontrados no ligante sintetizado com metacaulinita, esses grupos têm vibrações assimétricas de Si-O-T, que são identificados facilmente devido a relação Si/Al que forma o material ativado alcalinamente (VASSALO, 2013).

Além disso, foi encontrado um comprimento de onda característico da metacaulinita, que já tinha sito visto nos compósitos G01, GRV20 e GRV40, que é na banda de 800 cm⁻¹ e outro comprimento de onda na banda 700 cm⁻¹, que se assemelha com a banda de 720 cm⁻¹, o que reforça a teoria de formação de gel N-A-S-H ou outro mineral com estrutura semelhante as zeólitas (GRANIZO et al., 2002). Por final são encontrados o comprimento de onda 500 cm⁻¹ referente ao T-O, onde o T = Si ou Al, essa vibração que produz esse comprimento de onda é característica da metacaulinita e pode ser encontrado em todos os compósitos. De acordo com Vassalo, (2013) os picos que são localizados com bandas inferiores de 760 cm⁻¹ até 670 cm⁻¹ são característicos de anéis de Al e a formação de fase de zeólitas formadas pelo processo de dissolução dos aluminosilicatos.

4.9.4 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA) E CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

A análise termogravimétrica foi realizada com o intuito de observar as alterações geradas no material proveniente da perda de massa por meio dos processos físicos e químicos ocasionados pela elevação da temperatura. As mudanças ocorridas no compósito de referência G01 podem ser vistas na Figura 49. Inicialmente podemos observar que a composição de

referência apresentou uma modificação de massa com uma temperatura de 56°C, onde o valor da perda foi de aproximadamente 0,4%.



Figura 49 - TGA e DSC do compósito de referência G01.

Seguindo a curva de TGA do compósito G01 podemos ver que depois da faixa de temperatura de 80°C a perda de massa aumenta gradativamente até chegar a 105°C, que é onde tem o encontro da curva de TGA e DSC, o que indica a primeira transformação química que acontece na composição G01, e pode ser visto na interseção 1 da figura 58. A interseção 1 representa a perda de água contida nos poros do compósito, que iniciou a redução da massa em 56°C e se tornou-se acentuada com 105°C, com perda de 2,4%. Esse comportamento de perda já foi anunciado com um pico endotérmico na curva de DSC na temperatura de 68°C. De acordo com Douiri et al. (2016) esse comportamento acontece até temperaturas de 150°C e é proveniente da água presente nos poros da pasta após a síntese, onde essa água é resquícios da água de moldagem e da água presente no silicato de sódio ou potássio. Provis, (2018) afirma que as perdas de massa nessa faixa de temperatura só afetam a estabilidade dimensional de pastas geopoliméricas quando são elevadas e promovem retração do material ativado alcalinamente, que nesse caso não se aplica.

Na curva de TGA ainda são vistos três picos onde o primeiro foi registrado na temperatura de 302°C, o segundo em 383°C e o terceiro em 483°C, e tem registro de perda acumulada do início até o terceiro ponto de massa de 5,5%, 5,9% e 6,6% respectivamente. De acordo com Davidovits, (2008) esses picos que apresentam perda de massa estão associados a eliminação da água interlamelar presente na metacaulinita, e que ainda quando usado esse tipo de precursor geopolimérico onde o processo de calcinação não foi eficaz, as pastas têm um aumento acentuado de perda de massa nessas faixas de temperatura. Rahier et al. (2007) realizou análises térmicas em pastas elaboradas com metacaulim e observou a ocorrência de perda de massa elevada em temperaturas que foram de 400-600°C, ocasionado pela evaporação da água contida entre as lamelas do mineral metacaulinita. Rocha et al. (2018) também obteve esse comportamento em argamassas compostas com metacaulinita.

O pico de TGA na faixa de temperatura 645°C tem um registro de perda de massa acumulada de aproximadamente 7,0%. De acordo com Provis, (2018) a perda de massa gerada em temperaturas de 600-700°C estão relacionadas a eliminação de carbonatos que estão contidos em pastas geopoliméricas a base de metacaulinita. Os carbonatos que são encontrados em material ativado alcalinamente com argila calcinada são resultados do excesso de álcalis de Na⁺ e K⁺ que não reagiu com o SiO₂ e Al₂O₃ presentes nos argilos minerais. No final da análise térmica o compósito G01 se mantém praticamente estável o que é justificado pela interseção 2 gerada pela curva da TGA e DSC e no final apresenta uma perda total da amostra de 7,2%. Depois de 800°C toda a perda de massa do G01 está associada a desidroxilização de parte do material que não reagiu por completo no processo de dissolução. O final da curva DSC na faixa de 981°C apresenta um comportamento que tende a aumentar a perda de massa da TGA caso o material fosse exposto a temperaturas superiores a 1000°C.

No compósito GRV40 o comportamento de perda de massa foi um pouco semelhante com o G01 em relação a perda de massa total, que no G01 foi de 7,2% e no GRV40 7,24%. Porém, o GRV40 começou a apresentar perda de massa em uma temperatura de 52°C e a 62°C teve as primeiras mudanças químicas no material, sendo mais significativo em 120°C, que é onde acontece a interseção da TGA com a DSC. Na faixa de 302°C é possível observar um pico endotérmico que está realacionado a saída de água do material, que nesse caso contém água da pasta geopolimérica e do resíduo da vermiculita e consequentemente fez com que esse pico foi registrado com uma temperatura superior à da pasta G01. No restante da curva de TGA não foi possível identificar picos, mesmo assim é visível o comportamento de perda de massa que pode ser visto na Figura 50.

Figura 50 - TGA e DSC do compósito GRV40.



Na curva de DSC na temperatura de 866°C é identificado um pico endotérmico que significa desidroxilização da água que está ligada quimicamente as moleculas de Si-OH (PROVIS, 2018). Além disso, esse pico demostra a mudança de fase do mineral vermiculita da fase cristalina para a amorfa, esse processo faz com que o argilomineral se torne mais estável quando exposto a elevadas temperaturas e ambientes quimicamente agressivos (HILLIER, 2013). O último pico endotérmico encontrado foi na temperatura de 1000°C que indica a tendência de aumento da mudança de fase cristalina para amorfa. A perda de massa levemente superior em relação ao G01 é oriunda da maior quantidade de água no compósito devido ao incremento do resíduo da vermiculita, porém o resíduo quando passa da temperatura de 800°C apresenta maior estabilidade dimensional, e isso pode ser visto na curva de TGA, onde observamos uma leve redução da massa.

Medri et al. (2015) obteve resultados parecidos na estabilidade dimensional de compósitos geopoliméricos com adições de vermiculita expandida, porém os seus valores de perda de massa foram inferiores devido ao uso do mineral na forma esfoliada, que tende a perder menos água contida nos poros, pois no processo de expansão essa água já foi retirada. Comparando a perda de massa e o comportamento térmico do estudo realizado por Madri et al.
(2015), o GRV40 apresentou semelhança, o que indica que o resíduo da vermiculita *in natura* pode ser utilizado em compósitos que necessitam de melhoria no comportamento térmico.

4.7.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As imagens do resíduo da vermiculita podem ser vistas na Figura 51.

Figura 51 – Resíduo da vermiculita (A) Imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 1.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 3.000 vezes e (D) imagem com aproximação de 5.000 vezes.



A Figura 51 apresenta a morfologia do resíduo da vermiculita, e é possível observar que os grãos não apresentam uma certa uniformidade na sua geometria, o que deve ser proveniente

do processo britagem, tendo em vista que os britadores são produzidos para gerar partículas maiores que as do resíduo para a produção da vermiculita expandida. Na Figura 51A é possível observar que os grãos apresentam tamanho de partículas que variam de 100 a 200 μ m e pode ser encontrado partículas maiores que 200 μ m.

Na figura 51C é possível observar o emparelhamento das lamelas do argilomineral vermiculita. São essas lamelas que quando submetidas ao choque térmico expulsa a água entre elas e fazem o processo de expansão do mineral. De acordo com as mineradoras que realizam o processo de extração da vermiculita, o resíduo apresenta potencial de expansão, porém não tem comercialização. Nas imagens da Figura 51B, 51C e 51D conseguimos observar grão com granulometrias inferiores a 5 μ m, que mais a seguir neste trabalho é possível observar que esses grãos sofreram processo de diluição quando exposto as soluções alcalinas.

A pasta geopolimérica que é vista na Figura 52 mesmo com a baixa reatividade do metacaulim, o que foi mostrado no ensaio de difração de raio-X (DRX) apresenta uma boa compacidade e é possível observar que houve a dissolução das partículas de metacaulim. A Figura 52D apresenta uma estrutura homogenia, o que é característico de pastas geopoliméricas a base de metacaulinita. Além disso, as regiões marcadas na imagem da Figura 52D podemos visualizar a formação do gel N-A-S-H as mais claras apresentam um aspecto esponjoso (região 1 e 3) e as mais escuras apresenta uma estrutura mais densa. Essa diferença é devido a topografia e nível de metalização da amostra analisada, onde as regiões 1 e 3 apresentam mais detalhes da sua estrutura, que mesmo na sua preparação tenha sido polida, mas ainda ficou em uma cota mais elevada do que as demais regiões. Já as regiões 2 e 4 apresentam um material mais densificado, e assim não sendo possível analisar melhor sua morfologia, porém é possível identificar a formação do gel N-A-S-H.

As estruturas formadas pelo gel N-A-S-H se assemelham bastante com a estrutura do C-S-H do Cimento Portland, porém são mais densas e apresentam estrutura químicas 3D (ROCHA et al.; 2018). Algumas pastas com metacaulinita podem apresentar formação de C-S-H quando realizado a adição de algum material que tenha cálcio na sua composição. Na análise do compósito G01 na superfície polida não foi encontrado estruturas de zeólitas, o que já era esperado, pois não foi encontrado comportamento desse mineral nos ensaios de DRX, FTIR e TGA.



Na Figura 53 que é apresentado a pasta geopolimérica G01 transversal observamos que não tem a mesma densificação em relação a amostra com superfície polida, isso se deve irregularidade do material e consequentemente não realizando uma metalização suficiente que possa melhorar a definição da amostra. Porém na Figura 53D é possível observar a formação do gel N-A-S-H. Para encontrar mais informações na amostra na transversal teria que ser

realizado mais etapas de metalização do material e com isso possibilitar uma maior aproximação.

Figura 53 – Compósito G01 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000 vezes e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes.



A Figura 54 do compósito GRV20 apresenta uma morfologia um pouco destinta do G01, porém bastante compacta. Na análise da superfície polida não possível encontrar a presença do resíduo da vermiculita, o que pode indicar que as partículas menores podem ter sido dissolvida e se fundido com as de metacaulinita. A imagem 54C podemos observar a formação do gel N-A-S-H, já na imagem 63D observamos a presença do N-A-S-H e estruturas esféricas que se

assemelham com a formação de zeólitas na ativação de cinzas volantes (HARDJITO; WALLAH e RANGUN, 2004). Essa formação de zeólitas nos compósitos com adição do resíduo da vermiculita é possível devido a presença de cálcio na composição químicas do resíduo. Porém para uma afirmação precisa se faz necessário a análise química da morfologia analisada por meio da espectroscopia por energia dispersiva (EDS).

Figura 54 – Compósito GRV20 superfície (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000 vezes e
(D) imagem com aproximação de 10.000 vezes.



Figura 55 – Compósito GRV20 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000 vezes e
 (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes.



Na Figura 55A transversal que é o compósito GRV20 podemos ver na fratura que foi realizada para a preparação da amostra a presença de uma grande porção do resíduo da vermiculita e essa amostra é a única que apresenta a formação mais acentuado do gel N-A-S-H, o que no G01 e GRV40 foram menos acentuados quando analisado o perfil transversal. Acredita – se que seria possível visualizar esse tipo de estrutura caso as amostras passassem por outra metalização. De acordo com a morfologia da Figura 55D é possível afirmar que uma

pequena parcela do resíduo da vermiculita sofreu dissolução, porém não é possível descrever fielmente qual o produto de formação.

Figura 56 – Compósito GRV40 superfície (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000 vezes e
(D) imagem com aproximação de 10.000 vezes.



A Figura 56 do compósito GRV40 superfície apresenta uma morfologia mais densa em relação ao GRV20, e esses resultados já eram esperados devido ao incremento de resistência que o compósito apresentou nos ensaios de resistência mecânica. Novamente foi possível identificar a formação do gel N-A-S-H, o que justifica maior densidade do compósito e consequentemente aumento da resistência mecânica. Na amostra transversal que é apresentada

na figura 57 é possível observar o resíduo que não sofreu dissolução além disso na imagem 57C e D podemos ver um material que se assemelha com o C-S-H do cimento Portland.

De acordo com PROVIS, 2018 as pastas geopoliméricas que tem adição de minerais contendo cálcio na sua composição pode haver a formação de fases zeólitas ou variações do C-S-H do cimento Portland.

Figura 57 – Compósito GRV40 transversal (A) imagem com aproximação de 200 vezes, (B) imagem com aproximação de 3.000 vezes, (C) imagem com aproximação de 5.000 vezes e (D) imagem com aproximação de 10.000 vezes.



5. CONCLUSÕES

O presente trabalho procurou elaborar um compósito geopolimérico com a adição do resíduo de vermiculita que atendesse a critérios de resistência mecânica, durabilidade e conforto térmico. De acordo com os resultados obtidos nesse estudo é possível concluir:

O resíduo de vermiculita utilizado na pesquisa apresenta quase 10% de material fino na sua totalidade, o que gera aumento de água para elaboração de concreto e argamassa de cimento Portland, mas para o uso com ativação alcalina esse aumento de água é reduzido devido a cinética de reação. A composição mineralógica do resíduo é composta na sua maioria por mineral de vermiculita, o que atribui características benéficas ao compósito, porém esse mineral é encontrado na sua forma cristalina o que faz a reatividade do agregado ser baixa.

Na absorção de água por imersão os compósitos que obtiveram menor absorção foram os com 20% e 40% do resíduo de vermiculita. Quando analisado a durabilidade dos compósitos os que tiveram adição de 20% e 40% foram os que obtiveram menores resultados de perda de massa quando submetido ao ensaio de perda de massa por imersão e perda de massa por erosão com o simulador de chuva. Em relação aos ensaios de resistência mecânica, o uso do resíduo de vermiculita gerou um aumento na resistência à compressão no compósito com 40% de resíduo. Já no ensaio de resistência à flexão os compósitos com 20% e 40% de resíduo de vermiculita foram os que obtiveram incremento na resistência à flexão sendo o com 40% o de maior valor.

No ensaio de condutividade térmica os compósitos que obtiveram menor valor de condutividade foram o GRV20 e GRV40, embora os demais obtiveram resultados que podem ser considerados como materiais de conforto térmico quando comparados a outros materiais cimentícios e sendo possível sua utilização em qualquer tipo de instalação rural para melhoria do conforto térmico. No âmbito da mineralogia foi possível concluir que o resíduo da vermiculita modifica a síntese de geopolimerização e gera materiais com formações mineralógicas completamente diferente do compósito de referência G01.

Na realização da espectroscopia foi possível perceber modificações químicas em todos os compósitos que teve incremento do resíduo, onde apareceu uma banda no comprimento de onda de 700 cm⁻¹, que indicou a presença de formação de gel N-A-S-H ou fases de zeólitas. A análise termogravimétrica mostrou que a adição de 40% do resíduo da vermiculita não modifica

o comportamento térmico do compósito em relação ao de referência, o que pode ter sido a geração de fases amorfa ou semi-amorfa que geraram maior estabilidade térmica ao compósito.

A morfologia dos compósitos mostrou a presença de formação de gel N-A-S-H e fases que se assemelham a zeólitas e C-S-H do cimento Portland, o que deve ter sido o motivo para o aumento da resistência dos compósitos que receberam adições de 20 e 40 % do resíduo da vermiculita.

Com esses pontos supracitados é possível afirmar que o incremento do resíduo da vermiculita atribui benefícios a pasta geopolimérica e realiza modificações em algumas fases encontradas. Porém é necessário a realização de outros ensaios para definir de forma mais precisa as características dos compósitos com adição do resíduo.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar o comportamento mecânico, térmico e a durabilidade do compósito elaborado com uma pasta que tenha relação SiO₂/Al₃O₂ superior a 3,0;
- Elaborar um compósito geopolimérico com resíduo da vermiculita com maior quantidade de finos e mensurar a participação do resíduo na síntese geopolimérica;
- Estudar a incorporação do resíduo da vermiculita calcinado em diversas temperaturas de calcinação e avaliar sua participação na síntese geopolimérica;
- 4. Avaliar o comportamento das placas em uma instalação rural real;
- Avaliar o comportamento térmico do compósito com ativadores alcalinos a base de potássio;
- 6. Estudar a utilização das placas no conforto acústico.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. 2018. Moradias em meio rural. Disponível em: <<u>http://www.ibge.gov.br>. Acesso em: 02 set. 2017.</u>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - **ABNT NBR - 5.751**. Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias. ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – **ABNT NBR 52: Agregado** miúdo: determinação da massa específica e massa específica aparente. 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – **ABNT NBR 8492: Tijolo** maciço de solo-cimento: determinação da resistência à compressão e da absorção de água. 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT NBR 12653. Materiais pozolânicos – Requisitos. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT NBR 15220-5: Desempenho térmico de edificações parte 5: Medição da resistência térmica e da condutividade térmica pelo método fluximétric. 2005.

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - **ABNT NBR 15895.** Materiais pozolânicos - Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado - Método Chapelle modificado. 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – **ABNT NBR 7180: Determinação do limite de plasticidade.** 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – **ABNT NBR-11355**: **Vermiculita expandida: análise granulométrica- método de ensaio**. 2015.

ASTM C1285-02, Standard Test Methods for Determining Chemical Durability of Nuclear, Hazardous, and Mixed Waste Glasses and Multiphase Glass Ceramics: the Product Consistency Test (PCT). American Society for the Testing of Materials ASTM International, v. 12, n. 1, p. 19428–2959, 2008.

AZEVEDO, A. G. S.; STRECKER, K.; LOMBARDI, C. T. Produção de geopolímeros à base de metacaulim e cerâmica vermelha. **Cerâmica**. v. 64, p. 388-396. 2018.

AZEVEDO, A. G. S.; STRECKER, K.; LOMBARDI, C.T. Cerâmica 64 (2018) 388-396.

AZEVEDO, C. C. A., **Estudo de comportamento térmico de compósito à base de gesso e vermiculita.** 57f. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2017.

BAETA, F. C.; SOUZA, C. F. Ambiência em edificações rurais: Conforto animal. Viçosa,2^a Ed. UFV. 2010. 269p.

BARBOSA, V. F. F. **Síntese e caracterização de polissialatos.** 122 f. Tese. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro. 1999.

BEZERRA, L. A. C. Análise do desempenho térmico de sistema construtivo de concreto com EPS como agregado graúdo. 64f. Dissertação. Universidade Federal do Rio Grande do Norte- UFRN. Natal, 2003.

BÓ, M. D; NEVES W. F; AMARAL, S., Substituição do mercúrio por água na determinação da densidade aparente do suporte cerâmico cru. Cerâmica industrial. v.7 n.2, p. 42-46. 2002.

BOUTTERIN, C.; DAVIDOVITS, J., La Brique Géoplymère L.T.GS. CORDI-GÉOPLYMÈRE S.A., Coodination et Développement International des Géoplymère. v. 1, p. 79-88. 2003.

Brasil Minérios. 2016. Disponível em: <u>http://www.brasilminerios.com.br/</u> Acesso em: 12 fevereiro de 2019.

BRASIL. Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral / Coordenadores Thiers Muniz Lima, Carlos Augusto Ramos Neves Brasília: DNPM, p. 114 -135, 2016. Disponível em: <u>https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudo/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2015</u>. Acesso em: 11 novembro 2020.

BRASIL. **Ministério de Minas e Energia -** MME. Relatório Técnico 48. Perfil da Vermiculita. [s.l.] : J. Mendo Consultoria, 2009.

BRIGATTI, M. F.; E. GALAN; THENG, B. K. G. Structures and Mineralogy of Clay Minerals. In: BERGAYA, F.; THENG, B. K. G.; LAGALY, G. (Eds.). Handbook of Clay Science. Developments in Clay Science. Elsevier, v. 1, 2006.

CANEDA-MARTÍNEZ, L.; MEDINA, C.; ROJAS, M. I. S.; FRÍAS, M. Water transport in binary eco-cements containing coal mining waste. **Cement and Concrete Composites** 104 (2019) 103373.

CAPASSO, I.; LIRER, S.; FLORA, A.; FERONE, C.; CIOFFI, R.; CAPUTO, D.; LIGUORI, B. Reuse of mining waste as aggregates in fly ash-based geopolymers. Journal of Cleaner **Production**. Volume 220, 20 May 2019, Pages 65-73.

ÇENGEL, Y. A. Transferência de Calor e Massa: Uma Abordagem Prática. 5° edição. 2009.

CHOUHAN, H. S.; KALLA, P.; NAGAR, R.; GOUTAM, P. K. Gainful utilization of dimensional limestone waste as fine aggregate in cement mortar mixes. **Construction and Building Materials.** 221, (2019) 363-374.

DA ROCHA, A. K. A.; MENEZES, R. R. NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C.; MELO, W. A. Argamassas mistas para alvenaria utilizando resíduo de caulim - Parte I: comportamento mecânico. **Revista Escola de Minas.** 61(4): 505-512, out. dez. 2008.

DAVIDOVITS, J. Ancient and modern concretes: What is the real difference? Concrete International, v. 9, n. 12, p. 23-35. 1987.

DAVIDOVITS, J. **Geopolymer chemistry and sustainable development.** In: Geopolymers, green chemistry and sustainable development solutions. 4° edição. França. 2005.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Chemistry e Aplication. Institute Geopolymère. 2008, second ed., Chapter 1, Pag. 9.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: inorganic polymeric new materials. Journal of Thermal Analysis. v. 37, p. 1633-1656. 1991.

DAVIDOVITS, J. Mineral polymers and methods of making them. Priority and Related Applications. v. 4 p.349- 386. 1982.

DAVIDOVITS, J. **Properties of geopolymer cements. In:** Alkaline Cements and Concretes, Kiev, Ukraine, p. 1-19. 1994.

DAVIDOVITS, J. Synthesis of new high-temperature geo-polymers for reinforced plastics/composites. Annual Pacific Technology Conference Thecnical Displays, v. 4, p. 151-154. 1979.

DAVIDOVITS, J.; COURTOIS, L. **D.T.A. detection of intra-ceramic geopolymeric setting** in archaeological ceramics and mortars. Abstracts of papers 21st Symposium on Archaeometry, p. 22 -45. 1981.

DAVIDOVITS, J.; SAWYER, J.L. Early high strength mineral polymer. Materials Engineering. 1985.

DIAS, R. T. V. **Desempenho Termomecânico de argamassas com adição de resíduos de vermiculita para construções rurais**. 83f. Dissertação. Programa de Pós-graduação em Engenharia Agrícola. Universidade Federal de Campina Grande. 2018.

DIOP, M. B.; CRUTZECK, M. W. Low temperature process to create brick. Construction and Building Materials. v. 22, p. 1114–1121, 2008a

DIOP, M. B.; CRUTZECK, M. W. Sodium silicate activated clay brick. Bulletin of Engineering **Geology and the Environment**. v. 67, p. 499 -505.2008b

DOUIRI, H.; KADDOUSSI, I.; BAKLOUTI, S.; AROUS, M.; FAKHFAKH, Z. Water molecular dynamics of metakaolin and phosphoric acid-based geopolymers investigated by impedance spectroscopy and DSC/TGA. Journal of Non-Crystalline Solids. 445–446, 95-101. 2016.

DREVER, J.I. The geochemistry of natural waters. Surface and Ground Water Environments. 3° edição. Prentice Hall Ltd. p. 420-421.1997.

DUXON, P.; PROVIS, J.; GRANT, L.; MALLICOAT, S.; KRIVEN, W; DEVENTER, J. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects v. 269, n.3, p. 47-58. 2005.

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

DUXTON, P. The structure and thermal evolution of metakaolin geopolymers. Tese. Department of Chemical & Biomolecular Engineering, The University of Melbourne. 2006.

ENGELHARDT, G.; HOEBBEL, D.; TARMAK, M.; SAMOSON, A.; LIPPMAA, E. ²⁹Si-NMR-Untersuchungen zur Anionenstruktur von kristallinen Tetramethylammoniumalumosilicaten und-alumosilicatlösungen. Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie v. 484, p. 22-32, 1982.

FELIZARDO, V.; NANDI, V.S.; DONADEL, K.; NOVAIS, R.; LABRINCHA, J.; ZACCARON, A. Revista Matéria, v.21, n.2, pp. 429 – 436, 2016.

FERNANDEZ J.; PALOMO A.; Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: Effect of the activator. Cement and Concrete Research v. 35, n. 10, p. 1984-2359, 2005.

FERNANDEZ J.; PUERTAS, A.; ARTEAGA, F. A.; **Determination of kinetic equations of alkaline activation of blast furnace slag by means of calorimetric data**. Journal Thermal Analysis v.52, p. 945–955. 1998.

FROTA, A. B.; SCHIFFER, S. C.; Manual de Conforto Térmico. 5.ed. São Paulo: Studio Nobel, 2001.

GHARZOUNI, A.; JOUSSEIN, E.; SAMET, B.; BAKLOUTI, S.; ROSSIGNOL, S. **Effect of the reactivity of alkaline solution and metakaolin on geopolymer formation**. Journal of Non-Crystalline Solids v. 410 p.127 –134, 2015.

GLUKHOVSKY, V.D.; ROSTOVSKAJA, G.S.; RUMYNA, G.V. **High strength slag alcaline cements**. 7th International Congress on the Chemistry of. Cement 3° edição. p.164-168, 1980.

GOMES, E. G. S.; Desempenho térmico de alvenarias: uma alternativa com o uso de blocos de EVA. Dissertação. 127f. Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa. 2015.

GOMES, K. C. Potencial de ativação alcalina de materiais residuais aluminosilicosos no desenvolvimento de matrizes cimentícias. Dissertação. 126f. Universidade Federal da Paraíba. 2008.

GRABARZ, R.; SOUZA, L.; PARSEKIAN, G. A. Análise teórica do comportamento térmico do bloco e da alvenaria estrutural cerâmica e de concreto em habitações de interesse social – HIS. In: III Simpósio Brasileiro de Qualidade do Projeto no Ambiente Construído, p. 12, Campinas, 2013.

GRACIA A.; CABEZA L. F. Phase change materials and thermal energy storage for buildings. Energy and Buildings, v.103, n. 15, p. 414-419, 2015.

GRANIZO M.L, ALONSO S., BLANCO-VARELA M.T, PALOMO A., Alkaline activation of metakaolin. Effect of calcium hydroxide in the products of reaction. J. Am. Cer. Soc. 85 (2002) 225-23.

HARDJITO, D.; WALLAH, S. E.; RANGUN, B. V. Fly ash based geopolymer concrete, Construction material for sustainable development. Concrete World: Engineering & Materials, American Concrete Institute, India. 2004.

HEATHCOTE, K.; MOORE, G. **The UTS durability test for earth wall construction**. SCRIB E- book online. 2003.

HILLIER, S.; MARWA, E. M. M.; RICE, C. M. On the mechanism of exfoliation of 'Vermiculite'. Clay Minerals, v. 48, p. 563–582, 2013.

HINDMAN, J. R. Vermiculite: Industrial Minerals and Rocks: Commodities, Markets, and Uses. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Society for Mining, Metallurgy, and Exploration (SME), 2006.

HODHOD, O. A.; ALHARTHY, S. E.; BAKR, S. M. Physical and mechanical proprieties for metakaolin geopolymer bricks. **Construction and Building Materials**. v. 265, 2020.

INCROPERA, FRANK. P. ET AL. Fundamentos de transferência de calor e massa. Tradução Carlos Alberto Biolchini da Silva. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2003.

KATUNIVA, J.; MARINEN, J.; KAUPPILA, T.; KARPPINEN, A.; HELLSTEN, S.; LUUKKOEN, T.; LASSI, U. Geopolymers as active capping materials for in situ remediation of metal (loid)-contaminated lake sediments. Journal of Environmental Chemical Engineering. v. 7, p 123 – 345, 2019.

KRIVEN, W. M.; GORDON, M.; BELL, J. L. Geopolymers: Nanoparticulate, na noporous ceramics made under ambient conditions. In: PROC. Annual Meeting of The Microscopy Society OF America, 62° edição.2004.

KRIVENKO, P. V. Alkaline cements. In: First International Conference on Alkaline Cements and Concretes, 1994.

KUTTI, T.; MALINOWSKI, R.; SREBRENIK, M. Investigation of mechanical properties and structure of alkali activated blast furnace slag mortars. Silices Industriels v. 6. p. 149–158. 1982.

LAMBERTS, R.; DUTRA, L.; PEREIRA, F. O.; Eficiência Energética na Arquitetura. 3^a Edição. Eletrobras, Procel, 2014.

LANGTON, C. A.; ROY, D. M. Longevity of borehole and shaft sealing materials: characterization of ancient cement-based building materials. Scientific Basis for Nuclear Waste Management. v. 26, p. 543 -549.1984.

LATHAA, P.K.; DARSHANA Y.; VIDHYA V.; Role of building material in thermal comfort in tropical climates – A review. Journal of Building Engineering, v.3, p. 104-113, 2015.

LESCANO, L.; MARFIL, S.; MAIZA, P.; SFRAGULLA, J.; BONALUNI, A. 2013. Amphibole in vermiculite mined in Argentina. Morphology, quantitative and chemical studies on the different phases of production and their environmental impact. Environ Earth Sci. v.70, p. 1809–1821, 2013.

LIN, I. Perlite and Vermiculite. Industrial Minerals. p. 55-59.1998.

MABROUM, S.; ABOULAYT, A.; TAHA, Y.; BENZAAZOUA, M.; SEMLAL, M.; HAKKOU, R. Elaboration of geopolymers based on clays by-products from phosphate mines for construction applications. **Journal of Cleaner Production**. 261, 121317. 2020.

MALOLEPSZY, J. The hydration and the properties of alkali activated slag cementitious materials. Zeszyly naukowe agh, cerâmica. v. 53, p. 7–125, 1989.

MEDEIROS, M. A.; SANSIVIERO, M. T. C.; ARAÚJO, M. H.; LAGO, R. M. Modification of vermiculite by polymerization and carbonization of glycerol to produce highly efficient materials for oil removal. **Applied Clay Science**, [s. 1.], v. 45, n. 4, p. 213–219, 2009.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do metacaulim em sistemas binários com cimento Portland e hidróxido de cálcio**. 151f. Dissertação. Escola Politecnica da Universidade de São Paulo, 2011.

MEDRI, V.; PAPA, E.; MAZZOCCHI, M.; LAGHI, L.; MORGANTI, M.; FRANCISCONI, J.; LANDI, E. Production and characterization of lightweight vermiculite/geopolymer-based panels. **Materials and Design**, v. 85, p. 266–274, 2015.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. 3° edição. IBRACON, São Paulo: 2008.

MIKULICA, K.; HÁJKOVÁ, I.; HUBÁCEK, A. Cemente based heat-insulating materials for use constructions. Materials Science Forum. v. 865, p. 224-228, 2016.

MOSHEN, Q.; MOSTAFA, N. Y. Investigating the possibility of utilizing low kaolinitic clays in production of geopolymer bricks. **Ceramics – Silikáty** v. 54, p. 160-168, 2010.

NOVAIS, R. M.; ASCENSÃO, G.; BURUBERRI, L.H.; SENFF, L.; LABRINCHA, J. A. Influence of blowing agente on the fresh-and hardened-state proprieties of lightweight geopolymers. Materials and Design v. 108, p. 551-559.2016.

NUNES, E. R. D., Influência da Vermiculita expandida na formulação de pastas leves para evitar a migração de gás em cimentação de poços de petrolíferos. 101f. Tese. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

OBONYO, E.; EXELBIRT, J.; BASKARAN, M. Durability of compressed earth bricks: assessing erosion resistance using the modified spray testing. Sustainability. v. 2, p. 3639-3649. 2010.

PALOMO A., ALONSO S., FERNÁNDEZ- JIMENEZ A., Alkaline Activation of fly ashes: NMR study of the hydration products, **J.Am. Cer. Soc** 87 (2004).

PALOMO, A.; DE LA FUENTE, J. I. L. Alkali-activated cementitious materials: alternative matrices for the immobilization of hazardous wastes – Part I. Stabilization of boron. Cement and Concrete Research, v. 33, n.2, p. 281-288. 2003.

PALOMO, A.; GRUTZECK, M. W.; BLANCO, M. T. Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. Cement and Concrete Research. v.29, p. 1323–1329.1999.

PALOMO, A.; VARELA, M. T. B.; GRANIZO, M. T.; PUERTAS, F.; VARQUEZ, T.; GRUTZECK, M. W. Chemical stability of cementitious materials based on metakaolin. Cement and Concrete Research v. 29, n.7, p. 997–1004. 1999.

PERALTA, M. M. C. Tratamento químico de uma vermiculita visando seu uso em compósito de polipropileno. Dissertação. Universidade de São Paulo. São Paulo.2009.

PERINET, G.; CONTENSON, H.; COURTOIS, L. **Etude mineralogique de vaisselles blanches de Ras-Shamra et Tell Ramad (Syrie).** Comptes Rendus de l'Académie des Sciences p.143-144. 1980.

PINTO, A. **Sistemas ligantes obtidos por activação alcalina do metacaulino.** Tese Doutorado, Universidade do Minho, Portugal. 2004. Disponível em: <u>http://repositorium.sdum.uminho.pt/handle/1822/671</u>.

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

PROVIS, J. L. **Modelling the formation of Geopolymers**. 2006. Tese (Doutorado) Departamento de Engenharia Química e Biomolecular. Universidade de Melbourne. 2006.

PURDON, A. O. The action of alkalis on blast furnace slag. Journal of the society of chemical industry. v. 59, p. 191-202.1940.

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

RASHAD, M. A. Vermiculite as a construction material – A short guide for Civil Engineer. Construction and Building Materials. v. 125 p. 53–62.2016.

REZENDE, M. L. S.; NASCIMENTO, J. W. B.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. The effect of metakaolin on the durability of concrete hollow bloks used in masonry: evaluation of degradation caused by driving rain. **Revista Escola de Minas**. v. 68. p. 021-027, 2015.

RITZ, M.; ZDRÁLKOVÁ, J.; VALÁSKOVÁ, M. Vibrational spectroscopy of acid treated vermiculite. **Vibrational Spectroscopy**. 70, 63-69. 2014.

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. 178, 453-461. 2018.

ROJAS-RAMÍREZ, R. A.; MACIEL, M. H. ROMANO, R. C. O.; PILEGGI, R. G. COELHO, A. C. V. Impact of the use of vermiculite residue in the hardened properties of mortar. **Ceramic** 65 (2019a) 107-116.

ROJAS-RAMÍREZ, R., A.; Estudo de propriedades de pastas e argamassas cimentícias compostas com vermiculita brasileira (in natura e calcinada). 222 f. Tese. Programa de Pósgraduação da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.2019b.

ROY, D. M. Alkali-activated cements opportunities and challeges. Cement and Concrete Research, v. 29 p. 249-245. 1999.

SANTA, R. A. B. **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**. 135f. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Santa Catarina. 2012.

SANTOS, P. S. **Ciência e tecnologia de argilas**. 3° edição. Editora Edgard Blücher Ltda., São Paulo, 1992.

SHAO–DONG WANG, SCRIVNER K. L, 29Si and 27Al NMR study of alkali-activate slags, **Cem. Concr. Res**. 33 (2003).

SHOUKRY, H.; KOTKATA, M. F.; ABO-EL-ENEIN, S. A.; MORSY, M. S.; SHEBL, S. S. **Enhanced physical, mechanical and microstructural properties of lightweight vermiculite cement composites modified with nano metakaolin.** Construction and Building Materials. v. 112, p. 276-283. 2016.

SOUSA, S. M. T. Efeito da ativação alcalina dos aluminossilicatos nas propriedades mecânicas e microestruturais de compósitos argilosos prensados. 137f. Tese. Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa. 2011.

SUMAJOW, M; RANGAN, B. Low-calcium fly ash-based geopolymer concrete: Reinforced beams and columns. Tese. Reinforced beams and columns. Australia. 2006.

TEOREANU, I.; PURI, A. The activation of blast furnace slags by sodium silicate. Silicattechnik. v. 6, p. 209–216. 1975.

UGARTE, J. F. O.; SAMPAIO, J. A.; FRANÇA, S. C. A. Vermiculita. In: Rochas & Minerais Industriais: uso e especificações. Rio de Janeiro, p. 677-698. 2005.

VALÁŠKOVÁ, M.; MARTYNKOVÁ, G. H. Vermiculite: Structural properties and examples of the use. In: VALÁŠKOVÁ, M.; MARTYNKOVÁ, G. H. (Eds.). Clay Minerals in Nature – Their Characterization, Modification and Application. Cap. 11[s.l.] : InTech, 2012. p. 209–238.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J. Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash – based geopolymers. Industrial and engineering chemistry research v. 38, p. 39- 32. 1999.

VAN JAARSVELD, J. G. S.; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. Factors affecting the immobilization of metal in geopolymerized fly ash. Process Metallurgy and Materials Processing Science. v.29, n. 1, p. 283-291. 1998.

VAN JAARSVELD, J. G. S; VAN DEVENTER, J. S. J.; LORENZEN, L. The potential use of geopolymeric materials to immobilize toxic metals: Part I. Theoria and Applications. **Minerals Enginnering**, v. 10, n 7, p. 659 – 667. 1997.

VASSALO, E. A. S.; **Obtenção de geopolímero a partir de metacaulim ativado**. 104f. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Construção Civil. Universidade Federal de Minas Gerais. 2013.

WENG, L.; SAGOA-CRENTSIL, BROWN, T.; SONG, S. Effects of aluminates on the formation of geopolymer. Materials Science & Engineering. v. 117, p. 163-168. 2005.

WINSTON R. J.; DAVIDSON-BENNETT, K. M.; BRUCCIER, K. M.; HUNT, W. F. Seasonal Variability in Stormwater Quality Treatment of Permeable Pavements Situated Over Heavy Clay and in a Cold Climate. Water Air Soil Pollut v. 227 n. 140. 2016.

YOUNG, R.A. **The Rietveld Method.** 1 ed. New York, USA: Oxford University Press, 1993. 298p.

ZAMPIERI, V.A. Cimento Portland Aditivado com Pozolanas de Argilas Calcinadas: Farbicação Hidratação e Desempenho Mecânico. São Paulo 1993.Tese (Doutorado)– Instituto de Geociências da USP.

ZHANG, Z.; WANG, H.; PROVIS, J.; BULLEN, F.; REID, A.; YINGCAN, Z. Quantitative kinetic and structural analysis of geopolymers. Part 2. Thermodynamics of sodium silicate activation of metakaolin. **Thermochimica Acta**, v. 565, p. 163–171, ago. 2013.

ZHONGJUN, Z.; YUFENG, Z.; LING, J. Z.; Thermal comfort in interior and semi-open spaces of rural folk houses in hot-humid areas. **Building and Environment.** v. 128, n. 15, p. 336-347. 2017.

ANEXOS

VALORES DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO INVIDIVUAL (MPa)					
G01	GRV20	GRV40	GRV60	GRV80	GRV100
16,20	15,20	15,80	3,50	2,20	2,40
14,70	14,60	27,70	3,20	3,90	2,40
16,70	14,80	17,90	2,80	3,50	2,50
16,80	12,80	22,00	3,40	3,50	2,91
12,20	16,90	19,70	3,30	3,80	3,00
13,70	11,50	21,80	3,70	3,70	2,43
17,50	12,60	17,00	2,60	3,70	2,40
16,00	10,60	20,50	2,40	4,80	2,70
16,40	7,90	21,90	2,00	4,70	3,14
18,30	14,9	15,80	3,60	4,54	3,02

VALORES DAS MÉDIAS E DESVIO PADRÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO (MPa)			
COMPÓSITOS	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	
G01	15,85	1,81	
GRV20	13,16	2,63	
GRV40	19,94	3,59	
GRV60	3,05	0,56	
GRV80	3,82	0,76	
GRV100	2,67	0,31	

VALORES DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO INDIVIDUAL (MPa)					
G01	GRV20	GRV40	GRV60	GRV80	GRV100
1,30	4,10	5,60	1,20	1,10	0,80
2,10	3,60	7,90	1,10	1,10	1,30
1,80	3,30	7,50	1,10	1,00	1,20
1,60	2,60	5,70	1,50	2,30	1,20
1,40	4,50	7,50	1,10	1,10	0,70

VALORES DAS MÉDIAS E DESVIO PADRÃO DA RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO (MPa)			
COMPÓSITOS	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	
G01	1,64	0,32	
GRV20	3,62	0,73	
GRV40	6,84	1,09	
GRV60	1,20	0,17	
GRV80	1,32	0,54	
GRV100	1,04	0,27	

VALOR	VALORES DE ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO INDIVIDUAL (%)				
G01	GRV20	GRV40	GRV60	GRV80	GRV100
10,53	10,81	12,62	13,78	14,08	14,16
8,56	10,97	12,76	12,23	13,45	13,68
9,24	11,57	12,41	12,98	12,98	13,48
9,64	11,87	12,73	13,21	12,76	12,97
9,76	11,64	12,84	11,94	12,84	13,04

VALORES DAS MÉDIAS E DESVIO PADRÃO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA POR IMERSÃO (%)			
COPÓSITOS	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	
G01	9,54	0,72	
GRV20	11,37	0,45	
GRV40	12,67	0,16	
GRV60	12,82	0,74	
GRV80	13,22	0,54	
GRV100	13,46	0,48	

VALO	VALORES DE PERDA DE MASSA POR IMERSÃO INDIVIDUAL (%)				
G01	GRV20	GRV40	GRV60	GRV80	GRV100
0,79	0,98	1,15	2,94	2,50	3,47
0,54	0,88	1,07	2,12	2,52	3,07
0,63	0,81	0,94	2,47	2,70	3,18
0,52	0,74	0,96	2,38	2,61	2,61
0,55	0,86	0,98	2,31	2,46	2,68

VALORES DAS MÉDIAS E DESVIO PADRÃO DA PERDA DE MASSA POR IMERSÃO (%)				
COPÓSITOS	MÉDIA	DESVIO PADRÃO		
G01	0,60	0,11		
GRV20	0,85	0,08		
GRV40	1,02	0,08		
GRV60	2,44	0,30		
GRV80	2,55	0,09		
GRV100	3,00	0,35		

VALORES DE PERDA DE MASSA POR EROSÃO (%)					
G01	GRV20	GRV40	GRV60	GRV80	GRV100
1,53	3,15	3,27	3,76	2,61	5,54
1,81	0,92	3,58	4,63	6,39	3,34
1,88	2,94	3,36	3,94	4,63	6,41

VALORES DAS MÉDIAS E DESVIO PADRÃO DA PERDA DE MASSA POR EROSÃO (%)			
COPÓSITOS	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	
G01	1,74	0,18	
GRV20	2,33	1,23	
GRV40	3,40	0,15	
GRV60	4,11	0,45	
GRV80	4,54	1,89	
GRV100	5,09	1,58	