

EFEITO DO MÉTODO DE CONFORMAÇÃO EM MATERIAIS ATIVADOS ALCALINAMENTE

D. L. Costa^{1,*}, R. R. Menezes², L. N. L. Santana², G. A. Neves², I. M. T. Bezerra¹. J.
M. Cartaxo

¹Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais – CCT/UFCG

²Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – CCT, UFCG

Uaema/CCT/UFCG. Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongo. Caixa Postal: 10034. Campina Grande -
PB, 58109-970.

*danubialisboa@gmail.com

RESUMO

Os materiais álcali ativados (MAAs), também conhecidos como geopolímeros, são considerados polímeros inorgânicos apresentando uma estrutura amorfa que consiste em tetraedros de $(\text{SiO}_4)_4$ e $(\text{AlO}_4)_5$ ligados uns aos outros. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do método de conformação e da temperatura utilizados para obtenção de MAAs a partir do metacaulim. Foram sintetizadas amostras moldadas a partir de barbotinas e pelo processo de prensagem. As amostras foram curadas a temperatura ambiente e 60°C durante três dias. A matéria prima utilizada foi caracterizada por difração de raios X e análise química por fluorescência de raios. O comportamento mecânico dos produtos obtidos foi determinado por ensaios de flexão e sua caracterização microestrutural por difração de raios X. Os resultados evidenciaram um aumento da resistência mecânica quando se utiliza a conformação por prensagem se a cura ocorre a temperatura ambiente. Porém, para a cura a 60°C os dois métodos parecem exibir propriedades semelhantes.

Palavras-chaves: materiais álcali ativados, geopolímeros, metacaulim.

INTRODUÇÃO

Os materiais alcalinamente ativados (MAAs) ou geopolímeros são materiais inorgânicos poliméricos, desenvolvidos inicialmente por Joseph Davidovits em 1970. O processo de obtenção, também chamado de geopolimerização envolve uma reação química entre aluminossilicatos de óxidos de metais alcalinos (precursores) e

de soluções de hidroxidos e/ou silicatos sob condições altamente alcalinas produzindo estruturas poliméricas tridimensionais amorfas a semi-cristalina, constituídas por ligações Si-O-Al^[1,2].

A etapa de conformação é fundamental, uma vez que é nesta que o material adquire a forma e características estruturais pretendidas. As peças podem então ser conformadas segundo três vias: via plástica, via seca e via líquida, por exemplo, recorrendo-se ao processo de extrusão, prensagem a seco e enchimento tradicional (barbotinas), respectivamente^[3].

Os objetivos da etapa de conformação, em qualquer operação, seja na prensagem, colagem ou extrusão, são: obter peças uniformes, de acordo com as dimensões e a geometria pré-estabelecidas, bem como contribuir na obtenção de uma microestrutura adequada às características finais desejadas^[4]. Porém, esta escolha ficará sujeita principalmente a aplicação do produto final.

Estes materiais são normalmente obtidos através da mistura do material precursor com uma solução alcalina, obtendo uma barbotina que é então vertida em moldes até o endurecimento completo dos corpos de prova, ou seja, através de um processo semelhante a colagem. Porém, um outro método de conformação pouco estudado para obtenção destes materiais e que vem mostrando bons resultados é a prensagem. Zivica et al. verificou que a combinação de uma baixa razão líquido/sólido com uma pressão de compactação promove a obtenção de produtos com elevadas propriedades mecânicas^[5].

No caso de avaliação da resistência mecânica de geopolímeros por diferentes métodos de conformação, a conformação por colagem teoricamente favorece uma maior dissolução das espécies Si e Al por promover um maior contato entre o precursor e a solução alcalina. Já na conformação por prensagem, o teor de umidade utilizado não deve ser elevado a fim de garantir uma porosidade adequada ao sistema que ofereça boa propriedade mecânica ao produto obtido.

Diante disto o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito do método de conformação utilizado para obtenção de MAAs, também conhecidos como geopolímeros a partir do metacaulim.

MATERIAIS E MÉTODOS

A) Materiais

Os materiais utilizados na síntese dos MAAs foram: metacaulim, utilizado como precursor e obtido através da calcinação do caulim a uma taxa de aquecimento de 0,5°C/min por duas horas, como ativador alcalino utilizou-se uma solução de NaOH. A proporção utilizada foi de 2Si:1Al:1Na.

B) Metodologia

O precursor utilizado foi caracterizado por Difração de Raios X (DRX-6000 – Shimadzu) operando com radiação $K\alpha$ do Cu, 40KV, 30mA e com faixa de varredura 2θ entre 5-70°. A composição química do metacaulim foi obtida por Fluorescência de Raios X (EDX-900 – Shimadzu).

Para este estudo trabalhou-se com dois tipos de conformação: A partir de uma barbotina e a prensagem. Para a conformação utilizando-se a barbotina foi preparada uma pasta a partir da mistura do metacaulim com o NaOH (razão sólido/líquido=1,25), esta barbotina foi vertida em moldes retangulares (30mm x 5mm x 5mm) e levados a cura. Para a conformação por prensagem, o metacaulim e o NaOH foram misturados manualmente (teor de umidade de 10%), granulados em peneira ABNT #8 (2,36mm), moldados utilizando-se moldes retangulares (60mm x 20mm x 9mm) e prensados utilizando-se duas pré-prensagens de 0,5 tonelada e uma de 4 toneladas por 30 segundos.

Após a preparação dos corpos de prova, estes foram submetidos a duas diferentes temperaturas de cura: TA (Temperatura ambiente) e 60°C (em estufa) por um período de 72 horas. Para cada condição de cura foram preparados dez corpos de prova, estes foram submetidos a ensaio de caracterização física, com determinação do Módulo de Ruptura a Flexão em três pontos (0,5mm/min) e microestrutural a partir de ensaios de DRX.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

C) Caracterização do Precursor

A Figura 1 apresenta o difratograma do caulim após tratamento térmico, ou seja, do metacaulim utilizado como precursor.

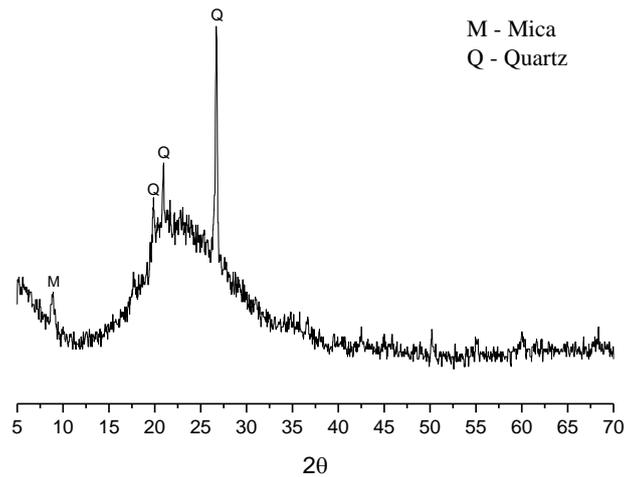


Figura 1 – Difratogramas do metacaulim.

Com o aquecimento do caulim ocorre a quebra da estrutura cristalina, tornando este material amorfo. Isto pode ser observado pelo difratograma do metacaulim, na qual apresenta apenas um pequeno pico referente à mica (10 Å) e um halo difuso compreendido entre 15-35°(2θ), que também é característica de sua estrutura amorfa, neste halo é observado um pequeno pico correspondente a presença de quartzo (3,35 Å) e dois picos secundários (4,44 Å e 4,24Å) também de quartzo.

Após a obtenção do precursor, foi determinada sua composição química. A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos por EDX.

Tabela 1 – Composição química do metacaulim

Elemento na forma de óxido	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	Outros	P.F*
(%)	49,08	44,60	0,80	0,58	0,25	0,12	4.48

*P.F – Perda ao Fogo

O elevado teor de SiO₂ e Al₂O₃ revela a característica silico-aluminosa do precursor, ótima condição para que ocorra a formação de um material geopolimérico. O precursor apresenta uma razão Si/Al = 2,2. O teor de K₂O é proveniente da mica identificada no DRX.

D) Caracterização dos MAAs

A Figura 2 apresenta o resultado das médias da resistência mecânica obtida para os MAAs. Os produtos obtidos por preparo da pasta foram denominados “C” e por prensagem “P” seguidos da respectiva temperatura de cura.

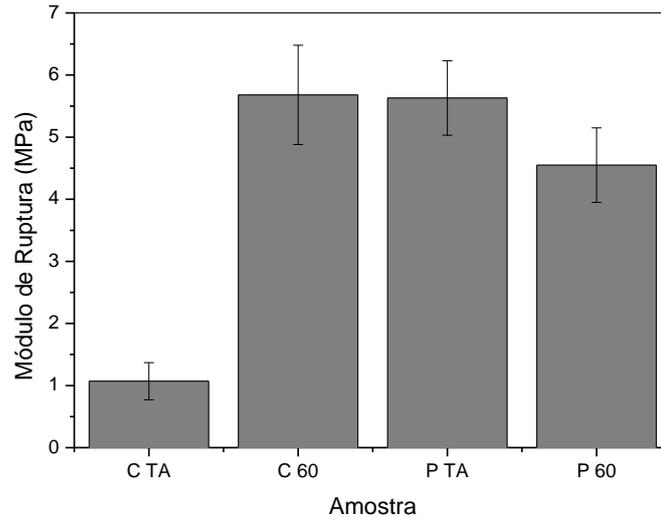


Figura 2 – Módulo de ruptura dos produtos obtidos.

Observando os resultados de resistência mecânica, é possível perceber que os MAA's obtidos por barbotina e curados a TA apresentaram os menores valores de resistência ($1,07 \pm 0,3$ MPa). Acredita-se que a temperatura ambiente a cinética de reação é muito lenta (baixa dissolução de metacaulim), além disso a água retida nos poros que não foi eliminada impede tanto a formação do gel quanto da estrutura final, promovendo uma maior quantidade de macroporosidade^[2]. Os MAAs conformados por prensagem e curados a 60°C apresentaram uma resistência de $4,5 \pm 0,6$ MPa e por fim as amostras conformadas a partir da barbotina e curadas a 60°C ($5,7 \pm 0,8$ MPa) e as conformadas por prensagem e curadas a TA ($5,6 \pm 0,6$ MPa) apresentaram basicamente os mesmos valores. O método de conformação por prensagem parece ser o melhor para obtenção de um produto com maior resistência mecânica, pois além de garantir boas propriedades mecânicas este processo exige uma menor quantidade de água necessária para a moldagem, principalmente para a cura a TA que não exige utilização de energia adicional.

A Figura 3 apresenta os difratogramas dos MAAs obtidos em diferentes temperaturas durante 72 horas.

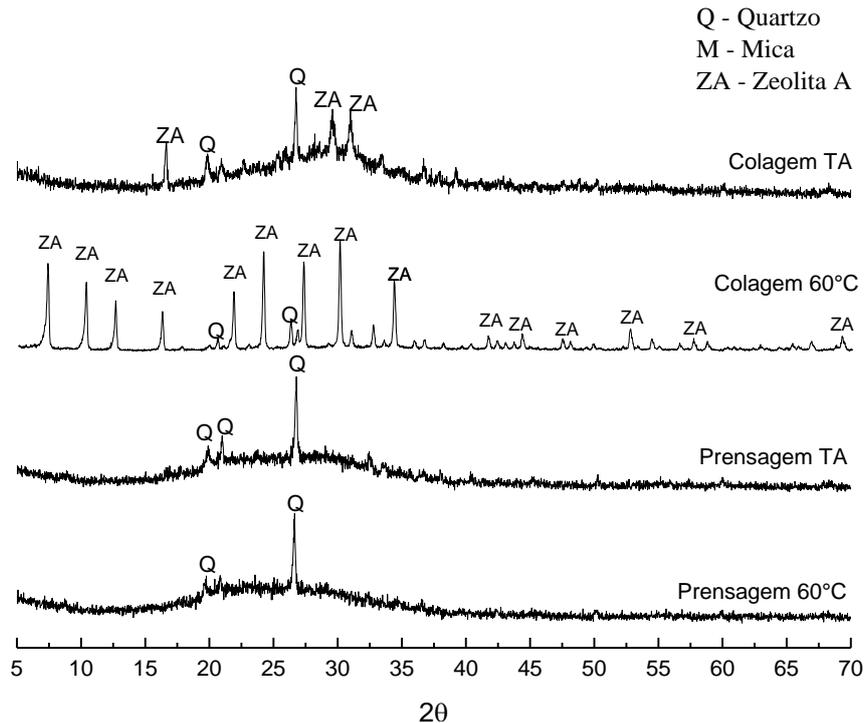


Figura 3 – Difratoogramas dos produtos obtidos.

Provavelmente a maior quantidade de água presente nos produtos conformados a partir da barbotina favorece uma maior dissolução das espécies Si e Al no precursor, favorecendo assim a formação de fases cristalinas presentes nestes produtos (zeolita A), aliado ao efeito da temperatura (60°C) estas fases cristalinas provavelmente são responsáveis pela maior resistência encontrada nestes produtos quando comparados aos obtidos pelo mesmo processo porém para uma cura a temperatura ambiente.

A baixa quantidade de água presente nos MAAs conformados por prensagem não favorece uma boa dissolução das espécies, porém a pressão de prensagem aplicada provavelmente compensa este fato, favorecendo o desenvolvimento da resistência.

CONCLUSÕES

Para o processo de conformação a partir de barbotinas verifica-se a existência de uma ótima temperatura de cura, 60°C favoreceu neste caso a melhor resistência mecânica. Por outro lado, para conformação por prensagem a temperatura não influenciou tanto na resistência mecânica, porém superou os corpos obtidos a partir de barbotinas para a cura a temperatura ambiente. Desta forma, é possível observar que o desenvolvimento da resistência mecânica dos MAAs depende do tipo de

conformação a ser utilizado e sendo também a aplicação do produto final um fator decisivo para a escolha do método a ser utilizado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] PANIAS, D.; GIANNOPOULOU, I. P. DEVELOPMENT OF INORGANIC POLYMERIC MATERIALS BASED ON FIRED COAL FLY ASH. *Acta Metallurgica Slovaca*, v. 12, p. 321 - 327, 2006.
- [2] MUÑIZ-VILLARREAL, M.S.; MANZANO-RAMÍREZ, A.; SAMPIERI-BULBARELA, S.; RAMÓN GASCA-TIRADO, J.; REYES-ARAIZA, J.L.; RUBIO-ÁVALOS, J. C.; PÉREZ-BUENO, J.J.; APATIGA, L. M.; ZALDIVAR-CADENA, A.; AMIGÓ-BORRÁS, V. The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer. *Materials Letters* v. 65, p. 995 - 998, 2011.
- [3] FREITAS, C. S. R.; PEREIRA, Í. A. F. S.; PEREIRA, M. L. G.; SIMÕES, T. C. R.; FERREIRA, A. A. L. Influência de Diferentes Processos de Conformação nas Características Finais de Produtos Cerâmicos. *Cerâmica Industrial*, v. 14, n. 3, 2009.
- [4] AMORÓS ALBERO J. L. A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n.5, 2000.
- [5] ZIVICA, V.; BALKOVIC, S.; DRABIK, M. Properties of metakaolin geopolymer hardened paste prepared by high-pressure compaction. *Construction and Building Materials* v. 25, p. 2206 - 2213, 2011.

ABSTRACT

The alkali activated materials (MAAs), also known as geopolymers are considered inorganic polymers having an amorphous structure consisting of tetrahedral $(\text{SiO}_4)_4$ and $(\text{AlO}_4)_5$ connected to each other. The aim of this study was to evaluate the effect of conformation method and temperature used to obtain MAAs from metakaolin. Molded samples were synthesized by geopolymer paste and pressure compaction. The samples were cured at room temperature and 60°C for three days. The raw material used was characterized by X-ray diffraction and chemical composition by energy dispersive x-ray (EDX). The mechanical properties of the products obtained was determined by flexural strength and the microstructural characterization by X-ray diffraction. The results showed an increase

in strength if using pressure compaction and curing takes place at ambient temperature. However, for curing at 60°C both methods appear to exhibit similar properties.

Key-Words: Alkali activated materials, geopolymers, metakaolin.