

## SÍNTESE DE GEOPOLÍMERO USANDO COMO PRECURSOR A ESCÓRIA

A. M. Silva<sup>1</sup>, C.E.Pereira<sup>1</sup>, F.O. COSTA<sup>1</sup>, B.V. Sousa<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, Avenida Aprígio Veloso, 882 – Bairro Universitário - CEP:58429-900 - Campina Grande – PB, [andre.egufcg@gmail.com](mailto:andre.egufcg@gmail.com)

### RESUMO

*A obtenção do cimento geopolimérico é realizada através de reações que envolvam materiais nos quais em suas composições apresentam alumina-silicato que serão ativados por soluções alcalinas. O objetivo deste trabalho é a obtenção de uma pasta geopolimérica, utilizando como precursor a escória e ativador o hidróxido de sódio para ser aplicada em separação de água e óleo. Após a síntese da pasta geopolimérica, verteu-se a mesma em recipientes cilíndricos e curados em estufa a 60°C durante 6 horas. Para averiguar a importância deste trabalho foi necessária a caracterização do cimento geopolimérico obtido através da Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e ensaios de resistência mecânica, flexão do cimento geopolimérico. Essa caracterização comprovou que a amostra contém os grupos silicato e aluminato, componentes essenciais para a síntese de geopolímeros.*

*Palavras-chave: geopolímero, escória, caracterização.*

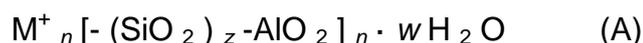
### INTRODUÇÃO

Com a crescente preocupação em relação ao aquecimento global, as tecnologias “verdes” ou ambientalmente corretas têm ganhado bastante espaço no mercado mundial. Um dos grandes desafios das indústrias e dos centros de pesquisas é produzir materiais com melhores propriedades, seja química, física, ou

mecânica, porém, que não agridam o meio ambiente <sup>(1)</sup>. E o geopolímero é uma alternativa desses materiais, pois o cimento geopolimérico supera em muito o cimento Portland em relação à redução de emissão de CO<sub>2</sub> e redução de consumo de energia.

Os geopolímeros são polímeros inorgânicos cuja obtenção se dá pela polimerização de matérias-primas naturais de origem geológica contendo aluminossilicatos. O termo foi introduzido por Davidovits para representar polímeros minerais resultantes da geoquímica. O processo de polimerização envolve a reação química sob condições altamente alcalinas dos minerais Al-Si, produzindo a ligação polimérica Si-O-Al-O. Por este motivo, a relação Si/Al é a principal variável no processo de geopolimerização. O controle deve ser feito por variações de temperatura, pressão e composição (razões molares) do geopolímero <sup>(2)</sup>.

A Equação A apresenta a fórmula empírica da composição química do geopolímero:



Em que M é um cátion alcalino (M= Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Li<sup>+</sup>, Ca<sup>++</sup>, Ba<sup>++</sup>, NH<sub>4</sub><sup>++</sup>, H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>), e n é o grau de polimerização, z é 1, 2 ou 3 que está relacionado com o tipo de arranjo dos silicatos com os aluminatos e w é o teor de água do composto <sup>(3)</sup>.

O processo de geopolimerização é exotérmico que resulta da condensação polimérica de aluminossilicatos e silicatos alcalinos originando estruturas poliméricas tridimensionais. É um processo complexo que acontece em três etapas essenciais: (I) dissolução - a geração de espécies reativas através do processo de ativação alcalina que consiste na dissolução de fases amorfas (por exemplo, aluminossilicatos) para produzir sílica e alumina reativa, (II) difusão ou transporte – do complexo de Al<sup>3+</sup> e Si<sup>4+</sup> dissolvido na solução alcalina da superfície para o interior da partícula que resulta na formação da fase gel (III) solidificação – é a fase de endurecimento do gel onde, ocorre o processo de policondensação, levando à formação de polímeros amorfos ou semi-cristalinos de aluminossilicatos <sup>(4)</sup>. A importância do precursor é fornecer as espécies aluminossilicatos para que ocorra a reação que formará o geopolímero.

A escória resultante da produção do aço é constituída principalmente por cálcio, magnésio e alumínio, e quando adicionadas aos cimentos utilizados para execução de concreto, podem promover mudanças nas suas propriedades, tais

como minimização da reação álcali-agregado, da permeabilidade, do calor de 7 hidratação, da retração por secagem e o aumento da resistência a sulfatos e da resistência à compressão para idades mais avançadas <sup>(5)</sup>.

A escolha do tipo do metal alcalino utilizado durante a síntese do geopolímero depende da fonte dos materiais, bem como a aplicação dos geopolímeros <sup>(6)</sup>. Porém a maioria das pesquisas tem dado ênfase ao efeito do sódio ( $\text{Na}^+$ ), do potássio ( $\text{K}^+$ ) e ainda de soluções de silicato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SiO}_4$ ). No presente trabalho utilizamos como ativador alcalino o hidróxido de sódio.

De acordo com essa preocupação da sociedade quanto à preservação do meio ambiente, aumenta a busca por novas tecnologias que procurem minimizar, principalmente, a poluição atmosférica. E o presente trabalho estuda a viabilidade do uso da escória como precursor na síntese geopolímero.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Materiais

Os materiais utilizados para a preparação do geopolímero foram escória, cinza da casca de arroz, hidróxido de sódio e água destilada. A escória foi usada como precursor para a preparação do material geopolimérico. A cinza da casca de arroz (CCA) foi usada como fonte de alumínio e silício. Para garantir o pH alcalino desejado, foi preparado a solução de hidróxido de sódio com concentração de 12 mol/L.

### Métodos

#### Preparação do material geopolimérico

Para a obtenção da pasta geopolimérica foi realizada as seguintes etapas: a escória e a CCA foram misturadas manualmente com água destilada, por cerca de 10 minutos, até obter uma mistura homogênea. A esta mistura foi adicionado a solução alcalina sob agitação mecânica até obter uma mistura homogênea. O material obtido foi transferido para o molde e submetido a um tratamento térmico em estufa por 6h a 60°C, após esse período o material permaneceu curando em temperatura ambiente, por até 28 dias. A superfície dos moldes foram cobertas com filme de polietileno. De acordo com Barbosa <sup>(7)</sup>, esse processo evita a evaporação

excessiva da água na ativação alcalina na amostra durante a cura térmica, é um passo importante porque a água é necessária para a polimerização.

### Caracterização

#### Difração de Raios-X (DRX)

Foi utilizado o método de varredura, que consiste na incidência dos raios X sobre uma amostra em forma de pó, compactada sobre um suporte. O aparelho utilizado foi XRD 6000 da marca Shimadzu, com radiação K do cobre, tensão de 40KV, corrente de 30mA, tamanho do passo de 0,020 e tempo por passo de 1,000s. A amostra foi varrida na faixa de  $2\theta$  de 2 a 50°. Os valores de espaçamentos interplanares  $d_{(hkl)}$  podem ser obtidos usando a Lei de Bragg, Equação B:

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

Em que:

Comprimento de onda ( $\lambda$ ) = 1,5418 Å;

$d_{(hkl)}$ : distância entre o índice de planos (hkl);

hkl: índice de Miller;

#### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A amostra do geopolímero foi analisado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a qual possibilita a obtenção de imagens que permitem visualizar com apreciável detalhe os aspectos da microestrutura do material. O estudo efetuado no MEV foi feito após preparação da amostra.

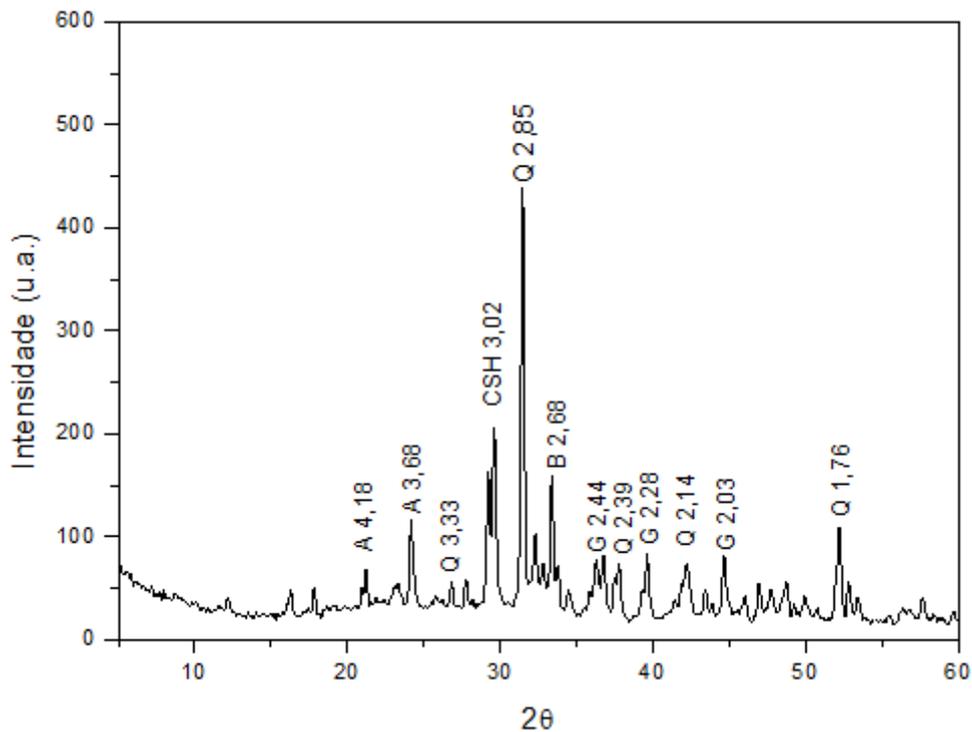
#### Resistência à flexão

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

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Difratometria de Raios-X (DRX)

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



**Figura 1** : Difratograma da amostra de geopolímero.

Legenda: A = atapulgita, B = baierita, G = gibbsita, CSH = silicato de cálcio hidratado, Q = quartzo.

Analisando o difratograma do geopolímero é possível observar picos a (4,18 e 3,68 Å) que são característicos da presença de atapulgita  $[Mg_{10}Si_{16}O_{10}(OH)_4(OH_2)_8]$ . Nos picos (2,44, 2,03 e 2,28 Å), foi caracterizado a presença de gibbsita  $[Al(OH)_3]$ .

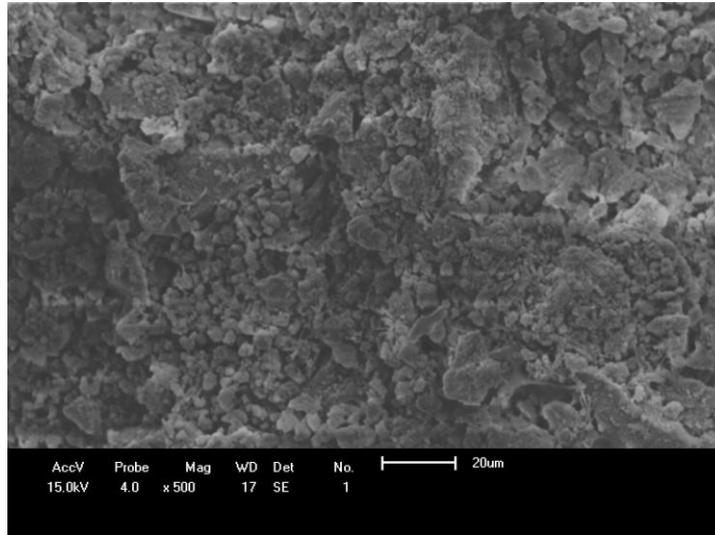
Verificou-se a presença da sílica não reativa na forma de quartzo nos picos 3,33, 2,85, 2,39, 2,14 e 1,76 Å.

O pico apresentado no material geopolimérico (3,02 Å) evidencia que o cálcio reagiu com a  $SiO_2$  na presença da solução alcalina (NaOH) formando o silicato de cálcio hidratado (C-S-H) que caracteriza a formação do geopolímero <sup>(8)</sup>.

### Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram realizadas análises microestruturais, por meio da observação de imagens obtidas em MEV. Para obtenção das micrografias, o corpo de prova foi

cortado em forma quadrática na superfície do material. A Figura 2 mostra a micrografia com ampliação de 500x do geopolímero sintetizado.

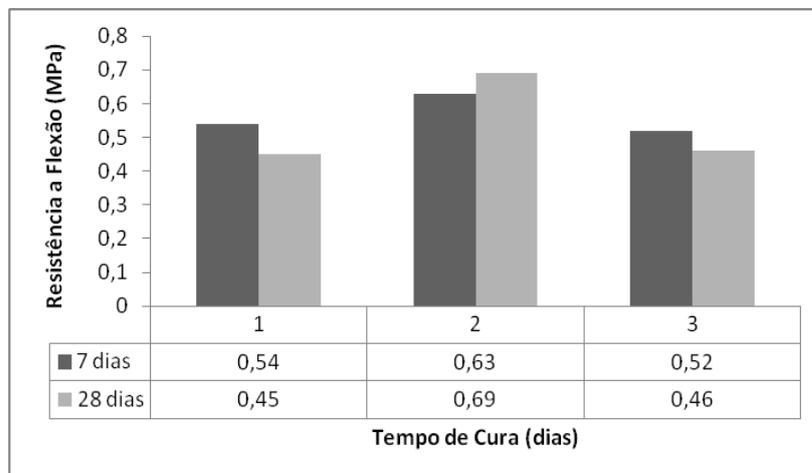


**Figura 2** : Micrografia mostrando a microestrutura do geopolímero.

Observa-se na micrografia espaços vazios entre os agregados de partículas com morfologia indefinida. Porém esta superfície com espaços vazios, pode está interferindo na resistência mecânica, pois favorece a ruptura do material com mais facilidade.

### Resistência à flexão

A Figura 3 apresenta a resistência mecânica à flexão dos corpos geopoliméricos, com o ativador alcalino 12 mol/L e tempos de curas com 7 e 28 dias.



**Figura 3** : Resistência mecânica do cimento geopolimérico sintetizado, com CCA e tempo de cura com 7 e 28 dias.

A partir dos resultados observados na Figura 3, verificou-se que o maior valor de resistência a flexão do material geopolimérico no período de 7 dias de cura foi de 0,63 MPa. Porém com o aumento do tempo de cura (28 dias) percebeu-se o aumento da resistência para 0,69MPa.

Para os outros corpos de prova observou-se que com o tempo de cura de 28 dias houve uma diminuição do valor da resistência.

Este fato pode ser atribuído ao aparecimento de excesso de precipitado de hidróxido de cálcio no produto final <sup>(9)</sup>. Como também, o baixo grau de geopolimerização das amostras pode ter sido causado pela presença de carbono na CCA, que reduzem a velocidade de dissolução do material na presença da solução alcalina.

## CONCLUSÃO

Neste trabalho de pesquisa foi possível avaliar o desempenho da escória como precursora do geopolímero, utilizando a cinza da casca de arroz como fonte de alumínio e silício e o hidróxido de sódio como ativador alcalino. Através da caracterização, pode-se confirmar, no difratograma a presença do silicato de sódio que corresponde a formação do geopolímero. Na micrografia foi possível identificar que a morfologia do material é um indicativo do seu comportamento superficial. O teste de resistência informou que o comportamento de rompimento do geopolímero foi de 0,69 MPa para 28 dias.

## REFERÊNCIAS

- (1) MELO, L.G.A. Síntese e caracterização de geopolímeros contendo filitos. 2011, 185p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, IME/RJ, Rio de Janeiro.
- (2) DIAS, A.A. Estudo da degradação de argamassa geopolimérica pó ácido acético e sulfúrico. 2008, 128p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, UENF/RJ, Rio de Janeiro.
- (3) DAVIDOVITS, J. Mineral Polymers and Methods of Making Them, U.S. Patent 4349386 (Setembro), 1982.

- (4) HE, J.;ZHANG J.;YU, Y.;ZHANG G. The strength and microstructure of two geopolymers derived from metakaolin and red mud-fly ash admixture: A comparative study. *Construction and Building Materials* v. 30.p. 80–91, 2012.
- (5) JUNIOR, J.R. Adição de escória de alto forno em argamassa colante tipo AC-I. 2009, 99p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Paraná, UFPR/PR, Curitiba.
- (6) VAN JAARSVELD, J. G. S., VAN DEVENTER J. S. J., LORENZEN L. The potential use of geopolymeric materials to immobilise toxic metals: Part I. Theory and applications. *Minerals Engineering*, v.10, p. 659–69, 1997.
- (7) BARBOSA, V. F. F. Síntese e caracterização de Polissialatos. 1999, 150p. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, IME/RJ, Rio de Janeiro.
- (8) LECOMTE, I.; HENRISTC.; LIÉGEOIS, M.; MASARI, F.; RULMONT, A.; CLOOTS, R.; (Micro)-structural comparison between geopolymers, alkali-activated slag cement and Portland cement. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 26, p. 3789–3797, 2006.
- (9) TORRAL, F. P., Desenvolvimento de ligantes obtidos por activação alcalina de lamas residuais das minas da Panasqueira. 2007, 423p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade da Beira Interior, UBI/ Covilhã, Portugal.

## **SYNTHESIS OF GEOPOLYMERS USING AS PRECURSORY SLAG.**

### **ABSTRACT**

*Obtaining the geopolymer concrete is achieved by reactions involving materials in which exhibit in their alumina-silicate compositions that are activated by alkaline solutions. The objective of this work is to obtain a geopolymer paste, using as precursory slag and activator sodium hydroxide to be applied in separation of oil and*

*water. After synthesis of the geopolymer binder, the same poured into cylindrical recipient and cured in an oven at 60 ° C for 6 hours. To ascertain the importance of this work was necessary to characterize the geopolymer cement obtained by X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and mechanical resistance tests, bending geopolymer cement. This characterization showed that the sample contains the silicate and aluminate groups, essential components for the synthesis of geopolymers.*

Key-words: geopolymer, slag, characterization.