

Influência da quantidade de água na formação de eflorescência em geopolímeros a base de metacaulim

Influence of water amount in efflorescence formation of the Geopolymers based on metacaulim

Richard Thomas Lermen¹ , Tays Lucia Remontti¹, Rodrigo de Almeida Silva¹

¹ATITUS Educação, Escola Politécnica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Rua Senador Pinheiro, 304, Vila Rodrigues, 99070-220, Passo Fundo, RS, Brasil.

e-mail: richard.lermen@gmail.com, taysremontti2012@hotmail.com, rodrigo.silva@atitus.edu.br.

RESUMO

Os geopolímeros são suscetíveis à formação de eflorescência, a qual é uma manifestação patológica que afeta as propriedades mecânicas e a durabilidade dos geopolímeros. O objetivo do trabalho foi avaliar a influência da quantidade de água sobre a resistência à compressão e sobre a formação de eflorescência no estado fresco de um geopolímero a base de metacaulim. Hidróxido de sódio e silicato de sódio foram utilizados como ativadores e um tipo de metacaulim foi utilizado como precursor. Os materiais geopoliméricos foram desenvolvidos variando a razão molar total de H_2O/Na_2O com valores de 15,0, 15,5, 16,0, 16,5 e 17,0. Os resultados mostraram que a quantidade de água tem influência significativa sobre a formação de eflorescência na superfície dos geopolímeros, isto é, quanto maior for a razão molar H_2O/Na_2O , maior foi a área de eflorescência. A maior taxa de crescimento da eflorescência ocorreu aproximadamente entre 500 e 1000 minutos, após esse tempo o crescimento teve uma tendência de estabilização. Os resultados de resistência à compressão mostraram que a quantidade de água e o tempo de cura influenciaram significativamente, sendo que quanto maior a razão molar de H_2O/Na_2O menor foi a resistência à compressão média.

Palavras-chave: Geopolímero; Eflorescência; Metacaulim; Resistência à compressão.

ABSTRACT

Geopolymers are susceptible to efflorescence formation, which is a pathological manifestation that affects the mechanical properties and durability of geopolymers. The aim of work was to evaluate the influence of the water amount on compressive strength and efflorescence formation in the fresh state of a metakaolin-based geopolymer. Sodium hydroxide and sodium silicate were used as activators and a type of metakaolin was used as a precursor. Geopolymer materials were developed varying the total molar ratio of H_2O/Na_2O with values of 15.0, 15.5, 16.0, 16.5 and 17.0. The results showed that the water amount has a significant influence on the formation of efflorescence on the surface of geopolymers in the fresh state, i.e., the greater the molar ratio H_2O/Na_2O , the greater the area of efflorescence. Highest rate of efflorescence growth occurred approximately between 500 and 1000 minutes, after which time growth tended to stabilize. Compressive strength results showed that the water amount and the curing time significantly influenced, and the higher the molar ratio of H_2O/Na_2O , the lower the average compressive strength.

Keywords: Geopolymer; Efflorescence; Metakaolin; Compressive Strength.

1. INTRODUÇÃO

O geopolímero é um material que pode ser fabricado a partir de diversas matérias primas, podendo aproveitar e utilizar desde diferentes resíduos industriais ou subprodutos destes. Os materiais geopoliméricos são basicamente formados por um material que contém elevado teor de sílica e alumina (aluminossilicatos), chamado precursor, o qual pode ser facilmente dissolvido em uma solução de elevada alcalinidade, um ativador [1]. Os ativadores são essenciais para a formação e estabilização de uma nova estrutura, são fundamentais para dissolver certas

quantias de sílica e alumina (SiO_2 e Al_2O_3). Normalmente são utilizados dois tipos de ativadores alcalinos: soluções de hidróxido alcalino ou uma mistura de soluções de silicato alcalino e de hidróxido alcalino. Os ativadores mais utilizados são uma mistura de hidróxido de sódio ou hidróxido de potássio com silicatos de sódio [2, 3].

Quando comparados com os materiais desenvolvidos com cimento Portland, os geopolímeros se destacam por apresentarem vantagens à resistência ao calor, e baixa condutividade térmica [4] e na resistência à ataques químicos [5], na resistência ao ataque de ácidos, os materiais álcali ativados tiveram menor perda de massa quando comparadas ao Cimento Portland [6, 7]. Também, os geopolímeros podem diminuir as taxas de emissão de CO_2 , pois não utilizam do processo de clínquerização, reduzindo ainda o consumo de energia [4]. Segundo a pesquisa realizada por BORGES *et al.* [8], o emprego de concretos geopoliméricos ao invés do concreto de cimento Portland pode possibilitar a redução de cerca de 72,4% da emissão de CO_2 , além de diminuir a quantidade de energia necessária na fabricação do concreto em 45,8%.

Apesar destas características importantes, os geopolímeros possuem em sua composição final, um pouco de água, restante da solução que tende a evaporar gradualmente para o ambiente externo através de poros internos. Isso também ocorre com a grande quantidade de sais livres, ou seja, substâncias que não reagiram na sintetização geopolimérica. Os álcalis lixiviados reagem com o CO_2 presente no ar formando depósitos de sais na superfície do geopolímero, fenômeno este, conhecido como eflorescência [9, 10].

A formação de eflorescências depende dos teores de ativação, já que estes são os responsáveis pela estrutura porosa do geopolímero e a estabilidade de álcalis na estrutura. A formação de eflorescência pode ser considerada como uma manifestação patológica, gerando efeitos negativos na resistência e/ou na durabilidade do material. O fenômeno de eflorescência em geopolímeros é muito complexo e existem muitas lacunas ainda não foram preenchidas [11].

Diversos autores [12–17] avaliaram o efeito da água na síntese de geopolímeros. Um estudo analisou o efeito de um teor de água adicional à pasta geopolimérica a base de cinza volante, ativada com NaOH e Silicato de sódio, a água adicional aumenta a trabalhabilidade da pasta, porém, diminui a resistência a tração e a resistência a compressão do material resultante [15]. A resistência a compressão também pode estar associada a densidade do material, quanto mais denso o material for, maior será a resistência, isto está diretamente ligado a quantidade de água, já que quanto menor for o teor de água, mais compacta será a estrutura [18, 19].

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da quantidade de água utilizada na sintetização do geopolímero, sob a formação de eflorescência na superfície da pasta geopolimérica no estado fresco. Também, a influência da quantidade de água sobre a resistência à compressão foi avaliada para diferentes tempos de cura.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram desenvolvidos geopolímeros com diferentes quantidades de água para a sintetização. A execução do trabalho foi subdividida em uma etapa preliminar, que compreende a seleção, preparação e caracterização dos materiais utilizados, e posteriormente a etapa de sintetização dos corpos de prova. Para melhor compreensão das etapas desenvolvidas no trabalho, foi produzido o infográfico apresentado Figura 1.



Figura 1: Resumo gráfico – Metodologia.

2.2. Materiais

2.2.1. Precursor

Como precursor foi utilizado o metacaulim comercial HP Ultra – MB, o qual possui as propriedades químicas apresentadas na Tabela 1. O metacaulim é constituído principalmente de sílica (SiO₂) e de alumina (Al₂O₃), tendo respectivamente 54,6% e 34,84% de massa. Essa quantidade de sílica e de alumina estão de acordo com as quantidades necessárias para utilização em geopolímeros. Alterar a relação SiO₂/Al₂O₃ em geopolímeros permite assim a síntese de materiais com diferentes estruturas através de um mecanismo que envolve a dissolução, seguida de policondensação do gel [20]. No entanto, a maioria dos autores concorda que o mecanismo envolve a dissolução, seguida de policondensação de gel. A porcentagem de 0,15% de LOI corresponde a matéria que foi perdida com o fogo. A composição química foi determinada a partir do ensaio de fluorescência de raio X. A análise foi realizada pelo Laboratório de Caracterização Microestrutural- LACAMI de Criciúma/SC através do equipamento de modelo EDX 7000 da marca Shimadzu. Inicialmente foi realizado o teste de perda ao fogo a fim de eliminar os materiais orgânicos e água presentes no metacaulim e, sequencialmente foi determinada a composição química pelo método semiquantitativo óxido para amostras sólidas (metálicas, inorgânicas) ou em pó.

Os principais óxidos utilizados na formulação dos geopolímeros são SiO₂, Al₂O₃ e o Fe₂O₃, os quais fazem parte das equações para encontrar o módulo de sílica e o percentual de álcalis [21]. Já o TiO₂, em tamanho nanométrico, pode promover a formação do geopolímero [22] e o K₂O pode governar a resistência mecânica do geopolímero quando Na₂O for e inexistente ou muito pequena na mistura [23].

A distribuição de tamanhos das partículas do metacaulim foi obtida através do ensaio de granulometria por difração de laser. Para esse ensaio foi utilizado um equipamento Battersizer S2- WD (marca AcilWeber) e a metodologia utilizada foi via úmida, pelo método de Fraunhofer. Uma faixa de tamanho de 0,02 µm a 2000 µm de diâmetro. Os diâmetros das partículas do metacaulim foram definidos pelo tamanho das partículas retidas em 10% (D10), 50% (D50) e 90% (D90) de massa do material. O tamanho médio das partículas foi de 27,22 µm. Na Figura 2 pode ser observada a curva de distribuição do tamanho das partículas do metacaulim utilizado.

A existência de fases cristalinas foi determinada por difração de raios X (DRX) para o metacaulim HP Ultra. O ensaio de DRX foi realizado com um difratômetro (X'pert PRO Multifuncional, PanAlytical) usando radiação CuKα (λ = 1,5418 Å) a 40 kV e 30 mA e irradiações variando de 0 a 90° (2θ), com intervalo de 0,05° para cada 1 s. Na Figura 3 pode ser visualizado o difratograma de raios-X para o metacaulim HP Ultra.

Tabela 1: Teor de óxidos do metacaulim HP Ultra – MB, obtido pela análise de fluorescência de raio-X.

AMOSTRA	ELEMENTOS											
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	SO ₃	ZrO ₂	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI	Total
MB	54,60	34,84	1,98	4,45	0,05	0,48	0,12	0,12	3,18	0,03	0,15	100,0

LOI – perda ao fogo; MB - Metacaulim HP Ultra

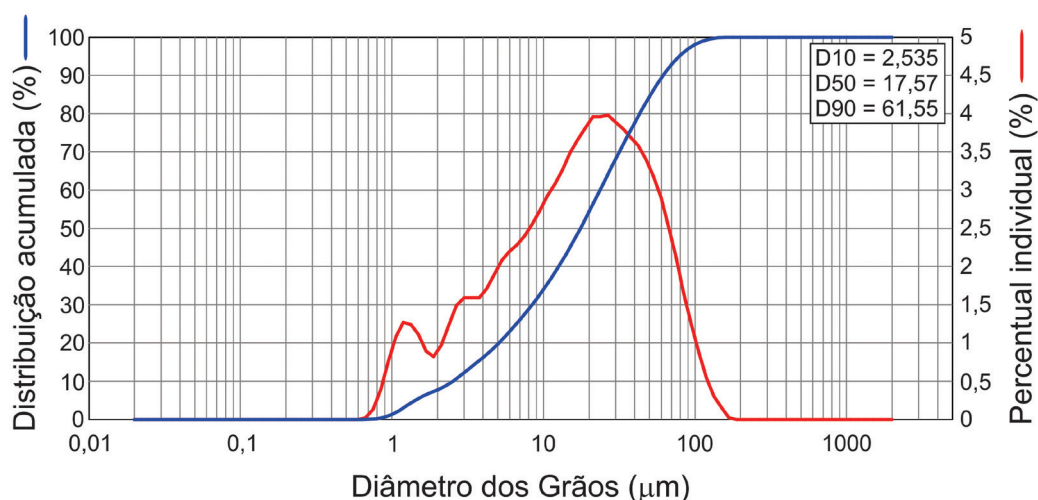


Figura 2: Distribuição do tamanho das partículas para o metacaulim HP Ultra.

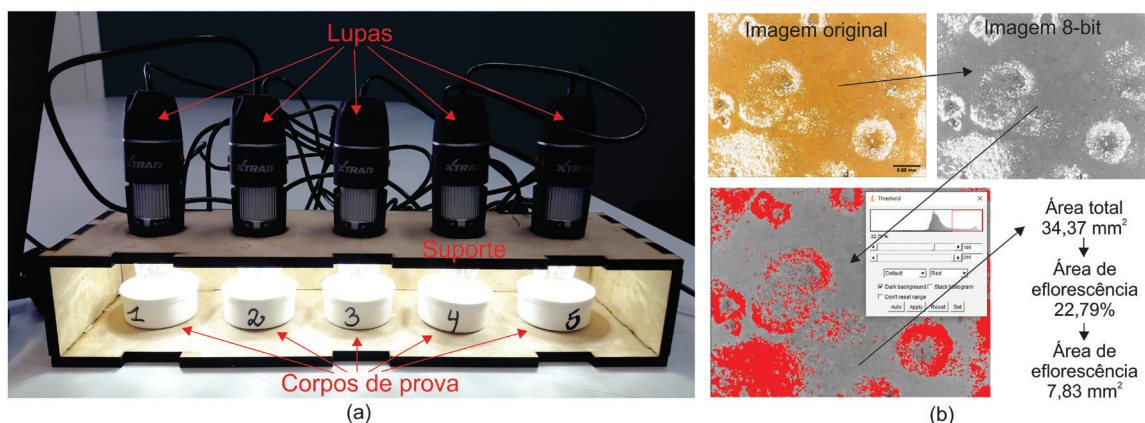


Figura 5: (a) Aparato para fixação dos microscópios e corpos de prova. (b) Sequência de tratamento das imagens geradas.

Tabela 2: Intervalo de razões molares propostas por DAVIDOVITS [21].

RAZÕES MOLARES	
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	3,5–4,5
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0,20–0,48
$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	0,80–1,6
$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$	10–25

2.4. Caracterização dos geopolímeros

2.4.1. FTIR

Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier foi utilizada para avaliar a possível interação química no processo de geopolimerização. Para esse ensaio foi utilizado um espectrômetro Perkin Elmer FTIR-ATR com modo de absorção de 4000 a 400 cm^{-1} .

2.4.2. Eflorescência

A nucleação e crescimento da eflorescência foi avaliada durante as primeiras 24 horas de cura. Lupas de aumento de modelo Digital Usb, câmera de 2Mp XTRAD foram fixadas em um aparato com aberturas para posicionamento das amostras, conforme pode ser visualizado na Figura 5a. As imagens e vídeo foram obtidos a partir do software OBS Studio, o qual registrou imagens com uma taxa de 0,03 frames/s. Para a determinação do crescimento da eflorescência foi utilizado o software ImageJ, isto é, foram medidas as áreas superficiais de eflorescência para imagem geradas a cada 30 min. Na Figura 5b pode ser observada a sequência de análise realizada no ImageJ, isto é, a imagem original é transformada em uma imagem de 8 bits e sequencialmente é feito um ajuste de limites (*adjustment threshold*) determinando o percentual de eflorescência (região branca) na superfície da amostra.

2.4.3. Resistência à compressão

O ensaio de resistência à compressão foi realizado para 3, 7, 14 e 28 dias de cura dos CPs. Para esse ensaio foi utilizada uma prensa EMIC, modelo PC 200C, com capacidade de 2000 kN. A velocidade de ruptura foi de 0,7 mm/min e precisão de aproximadamente 1% da carga aplicada.

2.5. Projeto experimental

Inicialmente foi definido o traço das pastas geopoliméricas de acordo com DAVIDOVITS [21], que propôs razões molares ideais considerando os intervalos de valores descritos na Tabela 2.

Os fatores mantidos constantes foram as razões molares de $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ e $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, com valores de 4,0, 0,96 e 0,24, respectivamente. Para o fator razão molar $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ foram escolhidos 5 níveis (15,0, 15,5, 16,0, 16,5 e 17,0), nos quais foi alterado apenas a quantidade de água de cada traço [33]. Esses valores foram escolhidos de acordo com os pontos centrais dos intervalos da Tabela 2. Na Tabela 3 podem ser observada a matriz experimental com as quantidades de materiais utilizadas nos experimentos.

Tabela 3: Matriz experimental.

ORDEM	MK	SS(g)	NaOH (g)	H ₂ O (g)	ATIVADOR		RAZÃO MOLAR TOTAL			
					MS	% álcali	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Na ₂ O/Al ₂ O ₃	H ₂ O/Na ₂ O	Na ₂ O/SiO ₂
CP1	200	205,60	16,44	77,18	1,43	43,58	4	0,96	15,0	0,24
CP2	200	205,60	16,44	83,51	1,43	43,58	4	0,96	15,5	0,24
CP3	200	205,60	16,44	89,84	1,43	43,58	4	0,96	16,0	0,24
CP4	200	205,60	16,44	96,17	1,43	43,58	4	0,96	16,5	0,24
CP5	200	205,60	16,44	102,50	1,43	43,58	4	0,96	17,0	0,24

MK – metacaulim HP Ultra; SS – Silicato de sódio; MS – módulo de sílica

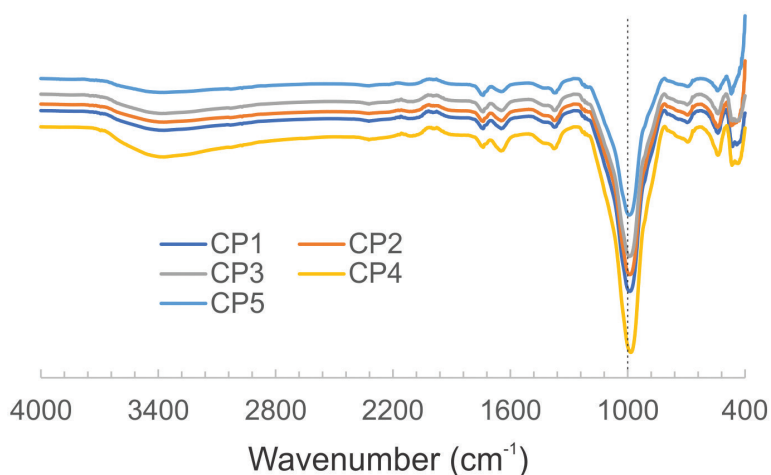


Figura 6: FTIR dos geopolímeros desenvolvidos com diferentes quantidades de água.

Para cada ordem da matriz experimental foram produzidos 32 CPs cúbicos com arestas de 20 mm e 5 corpos de prova cilíndricos de 40 mm de diâmetro e 10 mm de altura. Os CPs cúbicos foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão com idades de 3, 7, 14 e 28 dias (8 CPs para cada idade). Os CPs cilíndricos foram submetidos ao ensaio de eflorescência da pasta geopolimérica no estado fresco.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1. FTIR – Formação de geopolímero

A Figura 6 mostra os espectros de FTIR para geopolímeros preparados com diferentes razões H₂O/Na₂O. Pode ser identificado que o processo de geopolimerização ocorreu através da formação de um gel, confirmada pela banda entre 991 e 974 cm⁻¹ porque o grau de geopolimerização através desta banda característica é atribuído à assimetria do alongamento do Si-O-Si e Si-O-Al. A banda entre 3800 e 3450 cm⁻¹ foi devida às vibrações O-H e a banda entre 1650 e 1630 cm⁻¹ foi devida às vibrações H-O-H. Essas bandas indicam a presença de ligações fracas de moléculas de H₂O, que foram absorvidas nas superfícies ou presas nas cavidades da estrutura geopolimérica. O surgimento de picos entre 600 e 800 cm⁻¹ indica a dissolução de espécies para a formação dos laços próprios da estrutura do geopolímero. Os resultados obtidos estão de acordo com a literatura [27, 34, 35].

3.2. Eflorescência

Nas Figuras 7, 8, 9, 10 e 11 podem ser observadas as macrografias em diferentes instantes para os CPs 1, 2, 3, 4 e 5, respectivamente. As misturas de geopolímeros com maiores razões molares de H₂O/Na₂O apresentam maior formação de eflorescência durante as 24 horas iniciais de cura. Esse fenômeno pode ser explicado devido a maior quantidade de água liberada durante a reação química de formação dos geopolímeros, isto é, a água presente nos poros é expelida da matriz geopolimérica conduzindo uma quantidade de óxido de sódio, que, em contato com o CO₂ presente no ar, reagem e formam um depósito de eflorescência [15] Um vídeo mostrando o crescimento de eflorescência para as diferentes quantidades de água pode ser visto pelo seguinte link: <https://youtu.be/UTb4k3fvc6A>.

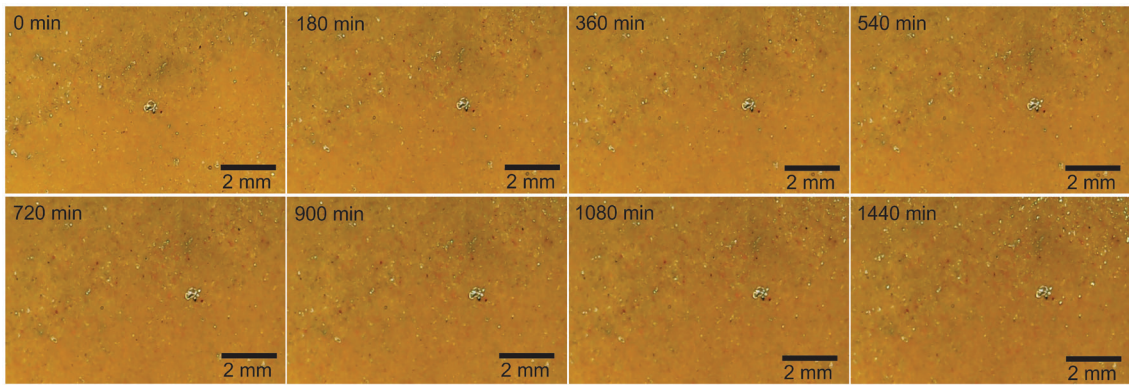


Figura 7: Macrografia da superfície dos corpos de prova CP 1 em diferentes instantes.

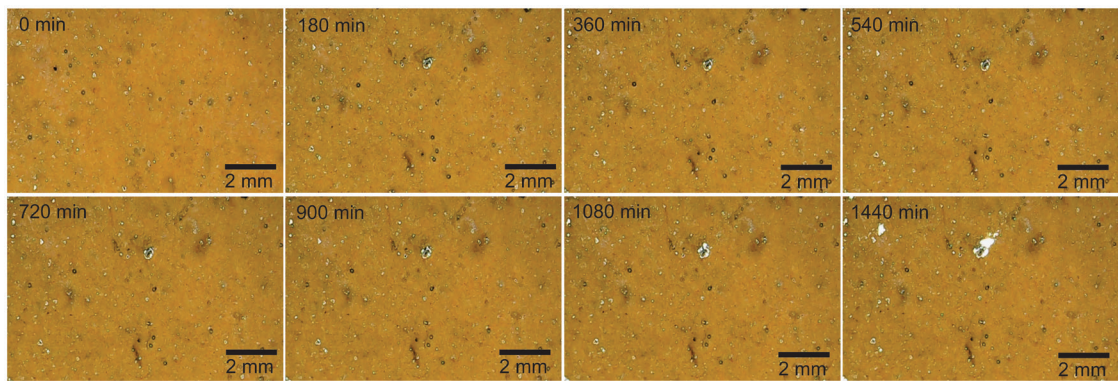


Figura 8: Macrografia da superfície dos corpos de prova CP 2 em diferentes instantes.

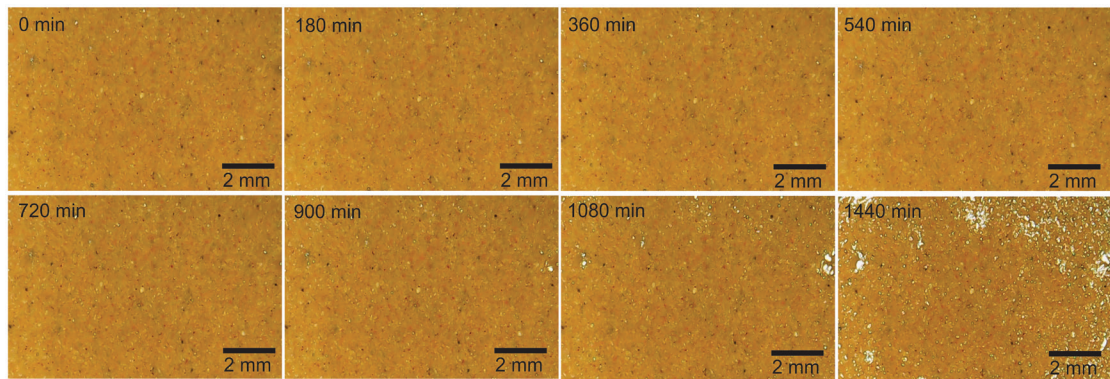


Figura 9: Macrografia da superfície dos corpos de prova CP 3 em diferentes instantes.

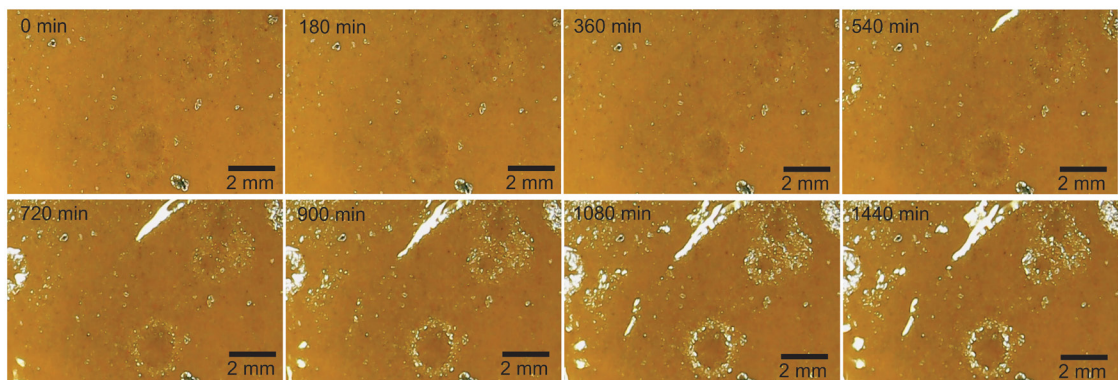


Figura 10: Macrografia da superfície dos corpos de prova CP 4 em diferentes instantes.

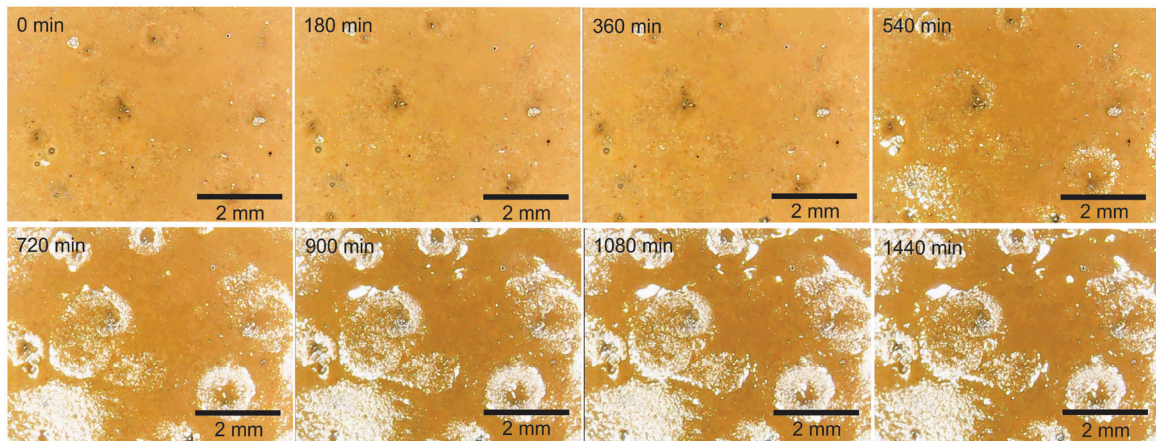


Figura 11: Macrografia da superfície dos corpos de prova CP 5 em diferentes instantes.

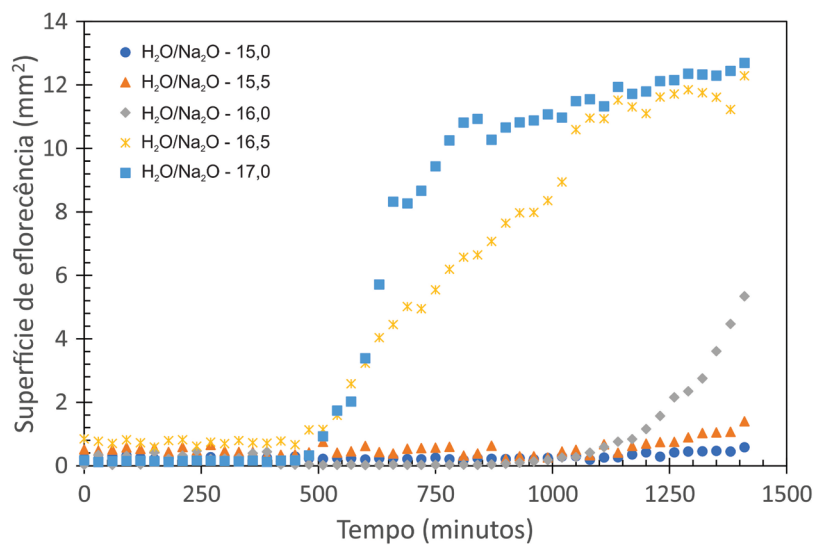


Figura 12: Gráfico da área de eflorescência em função do tempo.

LONGHI [11] já destacou em seus estudos que os principais fatores que controlam a taxa de eflorescência e no comportamento mecânico, é a presença de silicatos solúveis e teor de água utilizada no ativador [18, 19]. Na Figura 12 pode ser observado um gráfico das áreas superficiais de formação de eflorescência em função do tempo para diferentes quantidades de água. Observa-se que as amostras com maior quantidade de água no ativador tiveram maior área de superfície preenchidas por eflorescências. As amostras com razões molares H₂O/Na₂O de 16,5 e 17,0 (maior quantidade de água no ativador) apresentaram o início da formação de eflorescência no instante em torno de 500 min, já as demais amostras deram início a formação de eflorescência no instante de aproximadamente 1100 min. Observa-se também um crescimento não linear de eflorescência após sua nucleação e sequencialmente, após aproximadamente 500 min, o crescimento tende à estabilização.

Os comportamentos observados são devido à presença de diferentes quantidades de água, a qual enfraquece a ligação de sódio nos polímeros aluminossilicatos, pois a ligação entre íons de sódio (Na⁺) e a estrutura de alumínio é fraca e isso explica o comportamento de lixiviação [36]. Também, a eflorescências de sódio são mais elevadas em ligantes álcali-ativados com base em matérias-primas à base de aluminossilicatos calcinados a temperaturas abaixo da temperatura de desidroxilação com a adição de carbonato de sódio como uma fonte de cátions de sódio [37].

3.3. Resistência à compressão

Na Figura 13 podem ser observados os resultados de resistência à compressão para os corpos de prova em função da razão molar H₂O/Na₂O e diferentes idades de cura (3, 7, 14 e 28 dias). Não foi possível a obtenção de resultados no primeiro dia (1 dia), pois as amostras não estavam no estado endurecido. Este fato pode estar

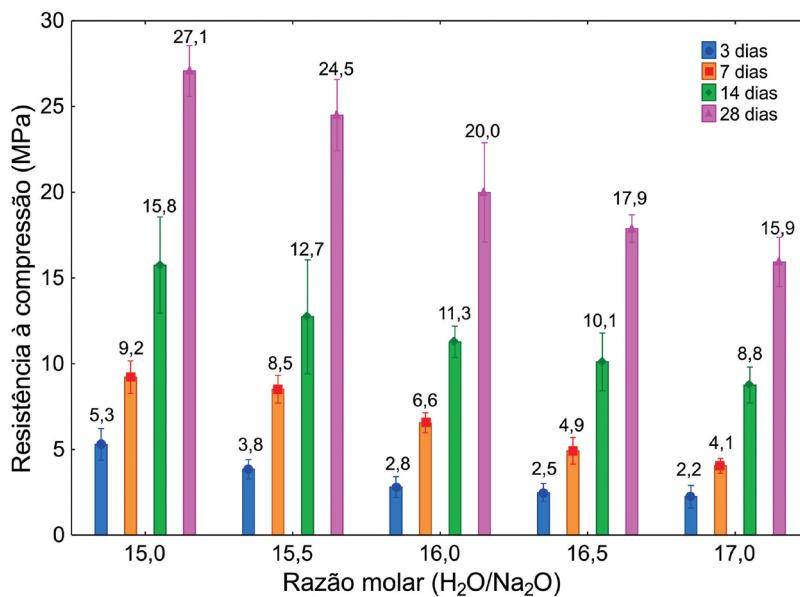


Figura 13: Gráfico da resistência à compressão em função da razão molar total de H₂O/Na₂O para diferentes tempos de cura.

Tabela 4: ANOVA para resistência à compressão.

FATOR	SOMA DOS QUADRADOS	GRAU DE LIBERDADE	MÉDIA DOS QUADRADOS	VALOR DE F	VALOR DE P	SIGNIFICANTE
Razão H ₂ O/Na ₂ O (RM)	342,39	4	85,598	36,964	0,0000	Sim
Tempo de cura (TC)	2689,79	3	896,595	387,182	0,0000	Sim
RM*TC	78,93	12	6,578	2,840	0,0065	Sim
Erro	92,63	140	2,316			

*Interação entre fatores

atribuído a elevada concentração de OH⁻, ou seja, alta alcalinidade. As concentrações de OH⁻, são as que satisfazem as necessidades mínimas para que ocorra a geopolimerização. O excesso dessas concentrações pode acarretar a precoce precipitação do gel aluminossilicato, o que pode evitar a reação entre o precursor e a solução ativadora alcalina, afetando no processo de geopolimerização. Portanto, maiores quantidades de solução de silicato de sódio, podem inibir o processo de geopolimerização, reduzindo as propriedades mecânicas [38]. Quando a quantidade de solução de silicato aumenta, aumentando a razão SiO₂/Al₂O₃, a desidratação da água desacelera e a reação de geopolimerização também, consequentemente o tempo de configuração aumenta [39].

Na Tabela 4 é possível observar a análise de variância para a resistência à compressão. Observa-se que os dois fatores (razão molar total de H₂O/Na₂O e tempo de cura) tiveram influência significativa com 95% ou mais de confiabilidade, pois o valor de P é menor que 0,05. Também, pode-se afirmar que o tempo de cura é o fator que mais influenciou na resistência à compressão, pois possui maior valor de F.

Como esperado e de acordo com teste estatístico de Tukey (Tabela 5), pode-se afirmar que existe diferença significativa entre as médias de resistência à compressão em relação aos tempos de cura. O valor médio máximo de resistência à compressão obtido foi de 27,1 MPa, um valor de resistência baixo em relação ao esperado para esse tipo de material, que geralmente apresentam valores de resistência à compressão acima 40 MPa. Os baixos valores de resistência à compressão encontrados podem ser explicados pela reatividade do precursor, isto é, o metacaulim utilizado apresenta baixo amorfismo (73,18%) que implica em menor partículas amorfas utilizadas na geopolimerização. A elevada cristalinidade do metacaulim deve-se possivelmente pela falta de temperatura e/ou tempo de sinterização do caulim [27, 40].

Para as razões molares H₂O/Na₂O de 15,0 - 15,5 não houve diferença entre as médias de resistência à compressão, assim como para razões molares de 16,0 - 16,5 e 16,5 - 17,0. Porém observa-se diferença entre as médias de resistência à compressão com o aumento das razões molares de 15,0 a 17,0, podendo afirmar que aumentando a quantidade água na pasta geopolimérica a resistência à compressão diminui, ou seja, a resistência

Tabela 5: Teste estatístico de Tukey para a resistência à compressão.

RAZÃO MOLAR (H ₂ O/ Na ₂ O)	NÚMERO DE AMOSTRAS	MÉDIA	AGRUPAMENTO			
15,0	32	14,3342	A			
15,5	32	12,3967	A			
16,0	32	10,1558		B		
16,5	32	8,8483		B	C	
17,0	32	7,7467				C
TEMPO DE CURA (DIAS)	NÚMERO DE AMOSTRAS	MÉDIA	AGRUPAMENTO			
28	40	21,0747	A			
14	40	11,7247		B		
7	40	6,6507			C	
3	40	3,3353				D

à compressão apresenta comportamento inversamente proporcional à quantidade de água adicionada, semelhante ao comportamento água/cimento em concretos. Embora a quantidade de água não participe da reação na sintetização dos geopolímeros, ela desempenha papel vital apenas na melhoria da trabalhabilidade reduzindo a natureza viscosa da mistura, mas mostra efeito na resistência. Outro aspecto é que a água sai durante o processo de polimerização podendo formar poros e conseqüentemente diminuir a resistência à compressão. Portanto, a quantidade de água deve ser mantida o mais baixo possível [33–35].

4. CONCLUSÕES

O presente trabalho teve como principal objetivo avaliar a influência da quantidade de água na formação de eflorescência durante sintetização geopolimérica. Ao analisar os resultados, as seguintes conclusões podem ser obtidas:

- A formação de eflorescência está relacionada com a quantidade de água utilizada na diluição do ativador, isto é, quando maior for a razão molar H₂O/Na₂O, maior será a área superficial de eflorescência no material;
- A formação de eflorescência na superfície dos geopolímeros não apresentou um comportamento linear, isto é, um comportamento exponencial foi observado entre 500 e 1000 min para os CPs 4 e 5.
- A quantidade de água também teve influência significativa sobre a resistência à compressão, porém o tempo de cura foi mais influente (ANOVA - menor valor de P);

5. AGRADECIMENTOS

Os autores deste artigo agradecem o apoio da ATITUS Educação e Fundação Meridional, pela disponibilização dos laboratórios usados para realização dos ensaios.

6. BIBLIOGRAFIA

- [1] KHALE, D., CHAUDHARY, R., “Mechanism of geopolymerization and factors influencing its development: a review”, *Journal of Materials Science*, v. 42, n. 3, pp. 729–746, 2007. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s10853-006-0401-4>.
- [2] SEVERO, C.G.S., COSTA, D.L., BEZERRA, I.M.T., *et al.*, “Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente”, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 8, n. 2, pp. 55–67, 2013.
- [3] KRIVENKO, P., “Why alkaline activation: 60 years of the theory and practice of alkali-activated materials”, *Journal of Ceramic Science and Technology*, v. 8, n. 3, pp. 323–333, 2017.
- [4] DUXSON, P., PROVIS, J.L., “Designing precursors for geopolymer cements”, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 91, n. 12, pp. 3864–3869, 2008. doi: <http://dx.doi.org/10.1111/j.1551-2916.2008.02787.x>.
- [5] JIN, M., ZHENG, Z., SUN, Y., *et al.*, “Resistance of metakaolin-MSWI fly ash based geopolymer to acid and alkaline environments”, *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 450, pp. 116–122, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2016.07.036>.

- [6] PALOMO, A., GRUTZECK, M.W., BLANCO, M.T., “Alkali-activated fly ashes: a cement for the future”, *Cement and Concrete Research*, v. 29, n. 8, pp. 1323–1329, 1999. doi: [http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846\(98\)00243-9](http://dx.doi.org/10.1016/S0008-8846(98)00243-9).
- [7] PINTO, A.T., “Sistemas ligantes obtidos por ativação alcalina do metacaolino”, Tese de D.Sc., Universidade do Minho, Braga, 2004.
- [8] BORGES, P.H.R., LOURENÇO, T.M.F., FOUREAUX, A.F.S., *et al.*, “Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento Portland composto (CP II)”, *Ambiente Construído*, v. 14, n. 2, pp. 153–168, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/S1678-86212014000200011>.
- [9] WANG, Y., LIU, X., ZHANG, W., *et al.*, “Effects of Si/Al ratio on the efflorescence and properties of fly ash based geopolymer”, *Journal of Cleaner Production*, v. 244, pp. 118852, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.118852>.
- [10] ARBI, K., NEDELJKOVIC, M., ZUO, Y., *et al.*, “A review on the durability of alkali-activated fly ash/slag systems: advances, issues, and perspectives”, *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 55, n. 19, pp. 5439–5453, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1021/acs.iecr.6b00559>.
- [11] LONGHI, M.A., “Eflorescência em geopolímeros à base de metacaolim: formação, efeitos e mitigação”, Tese de D.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.
- [12] PATANKAR, S.V., JAMKAR, S.S., GHUGAL, Y.M., “Effect of water-to-geopolymer binder ratio on the production of fly ash based geopolymer concrete”, *International Journal of Advanced Technology in Civil Engineering*, v. 2, n. 1, pp. 79–83, 2013.
- [13] THOKCHOM, S., GHOSH, P., GHOSH, S., “Effect of water absorption, porosity and sorptivity on durability of geopolymer mortars”, *Journal of Engineering and Applied Sciences*, v. 4, n. 7, pp. 28–32, 2009.
- [14] ALOMAYRI, T., ASSAEDI, H., SHAIKH, F.U.A., *et al.*, “Effect of water absorption on the mechanical properties of cotton fabric-reinforced geopolymer composites”, *Journal of Asian Ceramic Societies*, v. 2, n. 3, pp. 223–230, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jascer.2014.05.005>.
- [15] ALIABDO, A.A., ABD ELMOATY, M., SALEM, H.A., “Effect of water addition, plasticizer and alkaline solution constitution on fly ash based geopolymer concrete performance”, *Construction & Building Materials*, v. 121, pp. 694–703, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.06.062>.
- [16] WANG, H., WU, H., XING, Z., *et al.*, “The effect of various Si/Al, Na/Al molar ratios and free water on micromorphology and macro-strength of metakaolin-based geopolymer”, *Materials*, v. 14, n. 14, pp. 3845, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/ma14143845>. PMID:34300766.
- [17] DE GASPERI, J., DÖRR, G., MELCHORS, E.F., *et al.*, “Effect of Activator type and concentration, water-to-solid ratio, and time on the flowability of metakaolin-based geopolymer pastes”, *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 34, n. 9, pp. 04022205, 2022. doi: [http://dx.doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0004357](http://dx.doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0004357).
- [18] CHERKI EL IDRISSE, A., ROZIERE, E., LOUKILI, A., *et al.*, “Design of geopolymer grouts: the effects of water content and mineral precursor”, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, v. 22, n. 5, pp. 628–649, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1080/19648189.2016.1214183>.
- [19] XIE, J., KAYALI, O., “Effect of initial water content and curing moisture conditions on the development of fly ash-based geopolymers in heat and ambient temperature”, *Construction & Building Materials*, v. 67, pp. 20–28, 2014. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.10.047>.
- [20] BRITO, W.S.L.A., RACANELLI, L.A., SOUZA, J.A.S., “Geopolimerização de lama vermelha: influência da concentração de naoh na síntese à temperatura ambiente”, *Matéria*, v. 25, n. 1, e-12597, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200001.0923>.
- [21] DAVIDOVITS, J., “Geopolymers and geopolymeric materials”, *Journal of Thermal Analysis*, v. 35, n. 2, pp. 429–441, 1989. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/BF01904446>.
- [22] DUAN, P., YAN, C., LUO, W., *et al.*, “Effects of adding nano-TiO₂ on compressive strength, drying shrinkage, carbonation and microstructure of fluidized bed fly ash based geopolymer paste”, *Construction & Building Materials*, v. 106, pp. 115–125, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.095>.
- [23] LEONG, H.Y., ONG, D.E.L., SANJAYAN, J.G., *et al.*, “The effect of different Na₂O and K₂O ratios of alkali activator on compressive strength of fly ash based-geopolymer”, *Construction & Building Materials*, v. 106, pp. 500–511, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.12.141>.

- [24] PIRES, J.P.S.G., SANTOS, T.A., CILLA, M.S., *et al.*, “Application of Rietveld refining method for the production of geopolymeric binders”, *Construction & Building Materials*, v. 311, pp. 125297, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.125297>.
- [25] CHRISTIDIS, G., PAIPOUTLIDI, K., MARANTOS, I., *et al.*, “Determination of amorphous matter in industrial minerals with X-ray diffraction using Rietveld refinement.”, *Deltio tis Ellinikis Geologikis Etaireias*, v. 56, n. 1, pp. 1–16, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.12681/bgsg.20940>.
- [26] DINESH, H.T., SHIVAKUMAR, M., DHARMAPRAKASH, M.S., *et al.*, “Influence of reactive SiO₂ and Al₂O₃ on mechanical and durability properties of geopolymers”, *Asian Journal of Civil Engineering*, v. 20, n. 8, pp. 1203–1215, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s42107-019-00167-5>.
- [27] LERMEN, R.T., KORF, E.M., OLIVEIRA, L.N., *et al.*, “Evaluation of the properties of a foamed geopolymer developed with different types of metakaolin”, *Cerâmica*, v. 67, n. 382, pp. 164–178, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132021673823004>.
- [28] LONGHI, M.A., “*Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo*”, Tese de M.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.
- [29] LONGHI, M.A., RODRÍGUEZ, E.D., BERNAL, S.A., *et al.*, “Binary alkali-activated systems obtained by the valorisation of calcined kaolin sludge and bottom ash”, *Advances in Cement Research*, v. 34, n. 2, pp. 67–79, 2022. doi: <http://dx.doi.org/10.1680/jadcr.20.00098>.
- [30] YENER, E., KARAASLAN, C., “Curing time and temperature effect on the resistance to wet-dry cycles of fly ash added pumice based geopolymer”, *Cement Based Composites*, v. 1, n. 2, pp. 19–25, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.36937/cebacom.2020.002.004>.
- [31] KARAASLAN, C., YENER, E., “The effect of alkaline activator components on the properties of fly ash added pumice based geopolymer”, *Journal of the Institute of Science and Technology*, v. 11, n. 2, pp. 1255–1269, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.21597/jist.840872>.
- [32] OLIVEIRA, L.N., OLIVEIRA, R.N., SANTOS NETO, D.D., *et al.*, “Recuperação de coagulante de lodo industrial por via ácida alternativa e destinação para material não solubilizado”, *Revista de Engenharia e Tecnologia*, v. 1, n. 1, pp. 14–27, 2019.
- [33] LONGHI, M.A., ZHANG, Z., RODRÍGUEZ, E.D., *et al.*, “Efflorescence of alkali-activated cements (geopolymers) and the impacts on material structures: a critical analysis”, *Frontiers in Materials*, v. 6, pp. 89, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.3389/fmats.2019.00089>.
- [34] CHEN, L., WANG, Z., WANG, Y., *et al.*, “Preparation and properties of alkali activated metakaolin-based geopolymer”, *Materials*, v. 9, n. 9, pp. 767, 2016. doi: <http://dx.doi.org/10.3390/ma9090767>. PMID:28773888.
- [35] PEREIRA, A.P.S., RAMOS, F.J.H.T.V., SILVA, M.H.P., “Caracterização estrutural de geopolímeros sustentáveis de escória de aciaria LD e escória de aciaria LF com KOH”, *Matéria*, v. 25, n. 3, e-12827, 2020. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620200003.1127>.
- [36] ŠKVÁRA, F., KOPECKÝ, L., ŠMILAUER, V., *et al.*, “Material and structural characterization of alkali activated low-calcium brown coal fly ash”, *Journal of Hazardous Materials*, v. 168, n. 2-3, pp. 711–720, 2009. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.02.089>. PubMed PMID: 19303704.
- [37] PACHECO-TORGAL, F., ABDOLLAHNEJAD, Z., CAMÕES, A.F., *et al.*, “Durability of alkali-activated binders: a clear advantage over Portland cement or an unproven issue?”, *Construction & Building Materials*, v. 30, pp. 400–405, 2012. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.12.017>.
- [38] ROCHA, T.S., “*Argamassas geopoliméricas com diferentes ativadores alcalinos e seus comportamentos frente à elevação de temperatura*”, Tese de M.Sc., Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes (RJ), 2017.
- [39] YASERI, S., HAJIAGHAEI, G., MOHAMMADI, F., *et al.*, “The role of synthesis parameters on the workability, setting and strength properties of binary binder based geopolymer paste”, *Construction & Building Materials*, v. 157, pp. 534–545, 2017. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.09.102>.
- [40] COSTA, L.M., ALMEIDA, N.G.S., HOUMARD, M., *et al.*, “Influence of the addition of amorphous and crystalline silica on the structural properties of metakaolin-based geopolymers”, *Applied Clay Science*, v. 215, pp. 106312, 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2021.106312>.