

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS**

RAYSSA DO NASCIMENTO MACHADO

**DESENVOLVIMENTO DE CIMENTO GEOPOLIMÉRICO INCORPORADO DE
FIBRAS DE SISAL**

**RIO DE JANEIRO
2024**

RAYSSA DO NASCIMENTO MACHADO

**DESENVOLVIMENTO DE CIMENTO GEOPOLIMÉRICO
INCORPORADO DE FIBRAS DE SISAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais .

Orientador(es): Marcelo Henrique Prado da Silva,
D.Sc.
Flávio James Humberto Tommasini
Vieira Ramos, D.Sc.

Rio de Janeiro

2024

©2024

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
Praça General Tibúrcio, 80 - Praia Vermelha
Rio de Janeiro - RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmar ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Machado, Rayssa do Nascimento.

DESENVOLVIMENTO DE CIMENTO GEOPOLIMÉRICO INCORPORADO DE FIBRAS DE SISAL / Rayssa do Nascimento Machado. – Rio de Janeiro, 2024.

106 f.

Orientador(es): Marcelo Henrique Prado da Silva e Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência e Engenharia de Materiais , 2024.

1. Geopolímero; Cinzas volantes; Fibra natural. i. Prado da Silva, Marcelo Henrique (orient.) ii. Tommasini Vieira Ramos, Flávio James Humberto (orient.)
iii. Título

RAYSSA DO NASCIMENTO MACHADO

**DESENVOLVIMENTO DE CIMENTO
GEOPOLIMÉRICO INCORPORADO DE FIBRAS DE
SISAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência e Engenharia de Materiais .
Orientador(es): Marcelo Henrique Prado da Silva e Flávio James Humberto Tommasini Vieira Ramos.

Aprovada em 24 de Julho de 2024, pela seguinte banca examinadora:



Prof. **Marcelo Henrique Prado da Silva** - D.Sc. do IME - Presidente



Prof. **Flávio James Humberto Tommansini Vieira Ramos** - D.Sc.
do IMA



Prof. **Ana Paula dos Santos Pereira** - D.Sc. da Engenharia Universal



Prof. **Amal Elzubair Elton** - Ph.D. do IME



Prof. **Aaelson Vieira Gomes** - D.Sc. do IME

Rio de Janeiro

2024

*Dedico este trabalho a Deus;
Sem Ele eu não teria capacidade para desenvolvê-lo.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à minha família: à minha mãe Nilcely, ao meu irmão Luiz, e à memória de meu pai Romério. Vocês foram meu pilar nesta jornada, exemplificando amor, compreensão, paciência e carinho mesmo diante das dificuldades, superando obstáculos como uma família unida. Agradeço também ao meu querido marido Bruno por sua compreensão, apoio incondicional e paciência em todos os momentos. Suas presenças e valores são o alicerce do meu caminho. Aos meus amigos, alunos e colegas, por empenho e dedicação em conjunto as horas compartilhadas em prol dos estudos, se portando como uma equipe, agradeço - lhes por todos os momentos de auxílio e companheirismo. Aos professores Marcelo Prado, Flávio Ramos e Amal Elzubair , expresso minha imensa gratidão pelo acompanhamento, orientação e ao tempo desprendido em apoio ao discorrimento da pesquisa e incentivo empregados. Meus agradecimentos ao Exército Brasileiro, ao Instituto Militar de Engenharia, em especial a Seção de Ensino em Ciência e Engenharia do Materiais (SE-8), pelo apoio e oportunidade para desenvolvimento da pesquisa. Agradecimento a todos os funcionários e professores pelo apoio empregado e seus esforços para manterem com vigor a área, fomentando a pesquisa. Agradeço à CAPES e ao CNPq pelo apoio financeiro e incentivo à pesquisa, que foram fundamentais para a realização deste trabalho. Agradeço as empresas Embrapa e ENGIE por suas contribuições de insumo ao meu projeto. Em especial agradeço a Deus por nos abençoar e dar forças para seguir em frente em todas as circunstância.

*“Não vos amoldeis às estruturas deste mundo,
mas transformai-vos pela renovação da mente,
a fim de distinguir qual é a vontade de Deus:
o que é bom, o que Lhe é agradável, o que é perfeito.
(Bíblia Sagrada, Romanos 12, 2)*

RESUMO

As atividades da construção civil desempenham um papel crucial na economia, refletindo o progresso de uma região ou país. Contudo, esse setor também acarreta efeitos adversos ao meio ambiente e à sociedade, como a geração massiva de resíduos, contaminação de recursos naturais, e exaustão de matérias-primas. Diante desse cenário, a busca por tecnologias sustentáveis tornaram-se essenciais. Entre as inovações, destacam-se os geopolímeros, materiais cimentícios. Esta pesquisa investiga a produção e caracterização de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal. A análise de DRX revelou a presença de fases cristalinas como quartzo e mulita. A incorporação de fibras de sisal não alterou significativamente a composição cristalina da matriz, sugerindo que as fibras atuam como reforço físico. A análise de MEV identificou uma adesão reduzida entre as fibras e a matriz geopolimérica. A adição de fibras de sisal resultou em melhorias na resistência à compressão das pastas geopoliméricas, especialmente com a incorporação de 4% de fibras. Em virtude, os resultados são promissores para a aplicação de geopolímeros reforçados com fibras naturais na construção civil, onde a resistência mecânica e a durabilidade são essenciais.

Palavras-chave: Geopolímero; Cinzas volantes; Fibra natural.

ABSTRACT

The construction industry plays a crucial role in the economy, reflecting the progress of a region or country. However, this sector also has adverse effects on the environment and society, such as massive waste generation, contamination of natural resources, and depletion of raw materials. In light of this, the search for sustainable technologies has become imperative. Among these innovations are geopolymers, cementitious materials. This study investigates the production and characterization of geopolymeric composites reinforced with sisal fibers. X-ray Diffraction (XRD) analysis revealed the presence of crystalline phases like quartz and mullite. The incorporation of sisal fibers did not significantly alter the crystalline composition of the matrix, suggesting that the fibers act as physical reinforcement. Scanning Electron Microscopy (SEM) identified reduced adhesion between the fibers and the geopolymeric matrix. The addition of sisal fibers led to improvements in the compressive strength of the geopolymeric pastes, especially with the inclusion of 4% fibers. These results are promising for the application of geopolymers reinforced with natural fibers in the construction industry, where mechanical strength and durability are essential.

Keywords: Geopolymer; Fly ash; Natural fiber.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Formação dos polissialatos: a) PS; b) PSS e c) PSDS. Adaptado de (1).....	23
Figura 2 – Processo de Cinzas Volantes. Adaptado de (2).....	27
Figura 3 – Esqueleto geopolimérico. Adaptado de (3).	32
Figura 4 – Modelo conceitual de geopolimerização. Adaptado de (4).....	34
Figura 5 – Classificação das fibras.	38
Figura 6 – Arranjo microestrutural da FNL's (5).....	41
Figura 7 – Estrutura da cadeia de celulose. Adaptado de (5).....	41
Figura 8 – Estrutura da cadeia de lignina. Adaptado de (6).	42
Figura 9 – Planta de Sisal (7).....	44
Figura 10 – Planta de Sisal em processo de secagem (7).	45
Figura 11 – Representação esquemática das classificações geométricas (8).	46
Figura 12 – A primeira é whiskers Al_2O_3 , a segunda são fibras de sisal e por último arame (8).....	46
Figura 13 – Fibra de Sisal EMBRAPA.....	49
Figura 14 – Cinzas Volantes da usina da ENGIE em Pampa.	50
Figura 15 – Metassilicato de sódio.	51
Figura 16 – Corpos de prova 0% de fibra de sisal.	56
Figura 17 – Corpos de prova 2% de fibra de sisal.	56
Figura 18 – Corpos de prova 4% de fibra de sisal.	56
Figura 19 – Microscopia da fibra de sisal com diâmetro em 3 pontos.....	58
Figura 20 – Histograma da frequência por intervalo de diâmetro das fibra de sisal com diâmetro em 3 pontos.	59
Figura 21 – Gráfico de densidade.	61
Figura 22 – Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier da Fibra de Sisal.	62
Figura 23 – Pó da fibra de sisal.....	63
Figura 24 – Análise termogravimétrica Fibra de Sisal.	64

Figura 25 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 1000x.	65
Figura 26 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 2500x.	66
Figura 27 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 5000x.	67
Figura 28 – Microscopia Eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 10000x.	68
Figura 29 – Difratoograma da Fibra de Sisal.	71
Figura 30 – Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier da Cinza Volante.	72
Figura 31 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Cinzas Volantes. Aumento 4000x.	73
Figura 32 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Cinzas Volantes. Aumento 12000x.	74
Figura 33 – Difratoograma da Cinza Volante.	77
Figura 34 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho do Compósito 0% de Fibra de Sisal.	79
Figura 35 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho do Compósito 2% de Fibra de Sisal.	79
Figura 36 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho (FTIR) Compósito 4% de Fibra de Sisal.	80
Figura 37 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica sem a Fibra de Sisal. Aumento de 2000x.	81
Figura 38 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica sem Fibra de Sisal. Aumento de 4000x.	82
Figura 39 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 2% Fibra de Sisal. Aumento de 300x.	83
Figura 40 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 2% de Fibra de Sisal. Aumento de 1200x.	84
Figura 41 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 4% de Fibra de Sisal. Aumento de 500x.	85

Figura 42 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 4% de Fibra de Sisal. Aumento de 1000x.	86
Figura 43 – Difratoograma dos Compósitos Geopoliméricos com 0, 2 e 4% de Fibra de Sisal.	87
Figura 44 – Resistência à compressão após 7 dias de cura.	90
Figura 45 – Resistência à compressão após 14 dias de cura.	90
Figura 46 – Resistência à compressão após 21 dias de cura.	91
Figura 47 – Fratura da Pasta Geopolimérica após 7 dias de cura.	92
Figura 48 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 7 dias de cura.	92
Figura 49 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 7 dias de cura.	93
Figura 50 – Fratura da Pasta Geopolimérica após 14 dias de cura.	93
Figura 51 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 14 dias de cura.	94
Figura 52 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 14 dias de cura.	94
Figura 53 – Fratura da pasta geopolimérica após 21 dias de cura.	95
Figura 54 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 21 dias de cura.	95
Figura 55 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 21 dias de cura.	96

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais marcos da pesquisa e desenvolvimento do cimento álcali-ativado. Adaptado de (9).	24
Tabela 2 – Materiais precursores para cimentos geopoliméricos. Adaptado de (10).	27
Tabela 3 – Classificação e Propriedades das Cinzas Conforme ASTM C 618-19 (11).	30
Tabela 4 – Relações molares.	35
Tabela 5 – Intervalo percentual de aluminossilicatos que resultaram na maior resistência.	36
Tabela 6 – Produção mundial de fibras por espécie e países.	39
Tabela 7 – – Composição química de algumas fibras. Adaptado de (12).	40
Tabela 8 – Propriedades mecânicas de diferentes fibras. Adaptado (13) (14).	43
Tabela 9 – Propriedades desejáveis para um material matriz. Adaptado (15).	47
Tabela 10 – Composições de pastas geopoliméricas (15).	48
Tabela 11 – Tabela de Densidade por Intervalo.	60
Tabela 12 – Composição Elementar Obtida por EDS.	69
Tabela 13 – Porcentagem da composição dos compostos químicos que compõem a fibra de sisal.	69
Tabela 14 – Composição elementar das cinzas volantes obtida por EDS.	75
Tabela 15 – Porcentagem da composição dos elementos químicos que compõem as cinzas volantes.	76
Tabela 16 – Porcentagem da composição dos elementos químicos que compõem o metassilicato de sódio.	78
Tabela 17 – Resistência à compressão de pastas geopoliméricas de cinzas volantes com diferentes composições após 7 dias de cura.	88
Tabela 18 – Resistência à compressão das pastas geopoliméricas de cinzas volantes após 14 dias de cura.	89
Tabela 19 – TResistência à compressão das pastas geopoliméricas de cinzas volantes após 21 dias de cura.	89

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing of Materials
DRX	Difração de Raio X
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier
FNLs	Fibras Naturais Lignocelulósicas
CGEE	Centro de Estudos Estratégicos
CP	Corpo de Prova
IPqM	Instituto de Pesquisa da Marinha do Brasil
IMA	Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano Universidade Federal do Rio de Janeiro
IME	Instituto Militar de Engenharia
TGA	Termogravimetria
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	17
1.0.1	OBJETIVOS	19
1.0.2	OBJETIVO GERAL.....	19
1.0.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	20
2.1	GEOPOLÍMERO	20
2.1.1	CIMENTO GEOPOLÍMÉRICO.....	23
2.1.2	MATERIAIS PRECURSORES.....	26
2.1.3	ALUMINOSSILICATO	26
2.1.4	CINZAS VOLANTES.....	27
2.1.5	CLASSIFICAÇÃO DE CINZAS VOLANTES DE CARVÃO.....	29
2.1.6	SOLUÇÃO ALCALINA	30
2.1.7	PROCESSO DE FORMAÇÃO	31
2.1.8	PARÂMETROS DE SÍNTESE	32
2.1.9	DOSAGEM	35
2.1.10	CURA.....	36
2.1.11	INFLUÊNCIA DA ÁGUA.....	36
2.2	FIBRAS NATURAIS	37
2.2.1	FIBRAS NATURAIS LIGNOCELULÓSICAS (FNL'S).....	38
2.2.2	SISAL	44
2.3	MATERIAIS COMPÓSITOS	45
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	48
3.1	MATERIAIS	48
3.1.1	FIBRA DE SISAL.....	49
3.1.2	CINZAS VOLANTES.....	50
3.1.3	METASSILICATO DE SÓDIO.	50
3.2	MÉTODOS.....	51

3.2.1	CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE SISAL.....	51
3.2.2	HISTOGRAMA DE VARIAÇÃO DIAMETRAL	52
3.2.3	DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE POR ARQUIMEDES	53
3.2.4	MOAGEM	53
3.2.5	PENEIRAMENTO.....	53
3.2.6	DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....	53
3.2.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	54
3.2.8	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	54
3.2.9	ESPECTROMETRIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)	54
3.2.10	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TGA).....	54
3.2.11	CARACTERIZAÇÃO DAS CINZAS VOLANTES	55
3.2.12	CARACTERIZAÇÃO DO METASSÍLICATO DE SÓDIO	55
3.2.13	CARACTERIZAÇÃO DO GEOPOLÍMERO.....	55
3.2.14	CURA TÉRMICA	56
3.2.15	ENSAIO DE COMPRESSÃO	57
4	RESULTADOS	58
4.1	CARACTERIZAÇÃO DA FIBRA DE SISAL	58
4.1.1	HISTOGRAMA.....	58
4.1.2	ESTUDO DA DENSIDADE PELA VARIAÇÃO DO DIÂMETRO MÉDIO	60
4.1.3	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	61
4.1.4	MOAGEM	63
4.1.5	ANÁLISE TÉRMICAS.....	64
4.1.6	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	64
4.1.7	ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	68
4.1.8	ESPECTROMETRIA POR FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)	69
4.1.9	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	70
4.2	CINZAS VOLANTES.....	71
4.2.1	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER(FTIR)	71
4.2.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	72

4.2.3	ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	75
4.2.4	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX)	75
4.2.5	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	76
4.3	METASSILICATO DE SÓDIO	78
4.3.1	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX).....	78
4.4	COMPÓSITO	78
4.4.1	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIE(FTIR)	78
4.4.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	81
4.4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	87
4.4.4	ENSAIO DE COMPRESSÃO	88
4.5	CONCLUSÃO.....	96
	REFERÊNCIAS	98

1 INTRODUÇÃO

As atividades da construção civil desempenham um papel relevante na economia, sendo um sinalizador do progresso de uma região ou país. Esse setor desempenha um papel essencial diante do aumento da urbanização e crescimento demográfico, retratando o estilo de vida e padrões de consumo da sociedade moderna (16). Contudo, é importante destacar que esse progresso acarreta uma série de efeitos que afetam os fundamentos da sociedade e do meio ambiente, envolvendo os três pilares da sustentabilidade: desenvolvimento ambiental, social e econômico. Esses impactos, por conseguinte, influenciam a dinâmica natural do mundo. Entre as principais consequências das atividades da indústria da construção, destacam-se a produção volumosa de resíduos sólidos, a contaminação de fontes hídricas e do ar, a degradação de solos, a esgotamento acentuada de recursos naturais, entre outros (17).

Diante desse contexto, a busca por tecnologias sustentáveis tornou-se primordial tanto no planejamento quanto na implementação de novas construções, seja residencial, administrativa ou em projetos do setor público (18). Vale ressaltar que alguns países, como Alemanha e Coreia do Sul, têm estabelecido políticas públicas voltadas para mitigar os impactos negativos causados pela construção civil, contribuindo para a redução dos danos socioambientais e a exploração de novas abordagens financeiras. Dentre as tecnologias sustentáveis, destacam-se o uso de ecomateriais, a reciclagem de resíduos, desenvolvimento de softwares de modelagem e gestão de água e energia (BIM), bem como projetos de eficiência energética (19).

Recentemente, a indústria da construção civil tem explorado uma ampla gama de materiais ecológicos, os quais se apresentam como uma alternativa para estimular a economia verde e atender aos princípios da sustentabilidade. Um exemplo notável são os materiais cimentícios resultantes da ativação alcalina de caulins, que consistem em minérios compostos por silicatos hidratados de alumínio, como a caulinita e a haloisita, genericamente conhecidos como geopolímeros. Esses materiais exibem propriedades ligantes, e sua estrutura pode variar de amorfa a

semicristalina (20). É relevante destacar que a natureza química desses compostos guarda semelhanças com a dos antigos cimentos encontrados em construções romanas, os quais são baseados em aluminossilicatos e óxidos alcalino-terrosos. Isso contrasta com os cimentos Portland tradicionais, compostos principalmente por calcário e argila (21).

Os geopolímeros são classificados como ligantes inorgânicos e diferem dos polímeros convencionais, à medida que são formados por estruturas de sílica e alumina (22). Esses materiais possuem diversas aplicações e podem ser empregados em pastas, argamassas e concretos, substituindo o cimento Portland. Destaca-se que os compósitos geopoliméricos em geral, são materiais que contribuem para o aumento do desempenho da matriz frente a uma solicitação externa. As fibras naturais, assim como, as sintéticas, whiskers e nanopartículas, são utilizadas para atuar em reforço, exemplo disso, pode-se destacar o emprego de resíduos industriais, tecido de juta, celulose, silício, cinzas de casca de arroz, peróxido de hidrogênio entre outros (9). Sob novas descobertas no campo da ciência dos materiais, estudos vigentes têm-se inclinado cada vez mais na busca de fibras naturais como material de reforço, devido, às suas características como o aumento da resistência mecânica (23).

Os compósitos geopoliméricos de cinzas volantes reforçados com fibra de sisal surgem como uma alternativa aos materiais cimentícios convencionais, destacando-se por suas características relacionadas à durabilidade, economia e propriedades mecânicas. Além disso, o processo de produção desses compósitos é menos agressivo em comparação com a fabricação de cimentos tradicionais. Além disso, os geopolímeros podem ser obtidos por meio da reciclagem de resíduos sólidos que seriam descartados de maneira inadequada na natureza. Assim, esses materiais representam uma junção de desempenho estrutural e ainda contribuem para uma gestão eficiente de recursos naturais e insumos. Diante disso, este estudo se apresenta como uma contribuição relevante ao realizar a caracterização e análise de parâmetros físicos, químicos e propriedades gerais desses compósitos, fornecendo perspectiva futura de seu amplo uso em projetos de construção civil.

1.0.1 OBJETIVOS

1.0.2 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem por objetivo produzir e caracterizar compósitos geopoliméricos à base de cinzas volantes ativadas com solução de metassilicato de sódio, reforçados com fibras de sisal.

1.0.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinação de parâmetros para a produção do geopolímero: relação entre ativadores, relação água e aglomerante (a/agl), molaridades do metassilicato de sódio;
- Avaliação da microestrutura dos compósitos estudados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GEOPOLÍMERO

O geopolímero é uma classe de ligantes inorgânico caracterizado como um material sólido e durável decorrente da ativação alcalina de um precursor, comumente um pó rico em aluminossilicato, agrupado com um ativador (24). Vale ressaltar que esses materiais sólidos são adquiridos por meio de mistura e a reação química entre uma solução alcalina, tal como o hidróxido de sódio, e um composto base de aluminossilicato reativo, como as cinzas volantes. Esse processo de ativação desencadeia reações químicas específicas, conduzindo à formação de uma matriz tridimensional, atribuindo ao geopolímero propriedades únicas, como resistência mecânica, inércia química, estabilidade térmica e durabilidade. Possibilidade de serem produzidos a partir de uma abundância de subprodutos da indústria (25).

De acordo com Vassalo, obras arquitetônicas e de engenharia que influenciaram a linha temporal e os eventos históricos, fizeram a utilização desses materiais. Foram relevantes as pirâmides de Quéops, Quéfren, Teti e Sneferu no Egito, além de peças estruturais encontradas em Roma, Grécia e Chipre comprovam a longevidade e durabilidade dos materiais geopoliméricos durante 4500 anos (26).

No ano de 1908, o engenheiro alemão Kuhl registrou uma patente referente a um cimento inovador, resultado da reação entre uma fonte alcalina e um precursor composto de alumina e sílica. O material fabricado assemelha-se ao cimento Portland endurecido, a composição resultou na formação de um material solidificado (27). Posteriormente, em 1935, o químico inglês Arthur Oscar Purdon obteve a patente do primeiro cimento geopolimérico, composto por escória alcalinamente ativada. Em 1952, Purdon fundou 'Le Purdociment', que, embora tenha falido em 1966, comercializou aproximadamente 375 toneladas por mês desse material para a construção de edifícios residenciais, públicos e industriais. Algumas dessas construções ainda permanecem na Bélgica (28).

Durante o ano de 1939, Feret realizou diversas pesquisas sobre materiais

cimentícios ativados por álcalis. Durante a década de 1950, na antiga União Soviética, hoje conhecida como Rússia, uma categoria semelhante de materiais, denominada solo-cimento, foi desenvolvida por Victor Glukhovsky e um cientista ucraniano do Kice (Instituto de Engenharia Civil de Kiev). Diante do desenvolvimento do solo-cimento, foi perceptível o aumento em pesquisas, com a finalidade de analisar o desempenho do material em comparação com compósitos cimentícios modernos (29)(30).

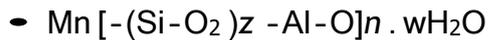
No século XX, o cientista e engenheiro francês Joseph Davidovits, ao observar uma série de incêndios catastróficos em construções na França, desencadeou pesquisas de cunho a mitigar os efeitos causado por incêndios, onde, explorou o desenvolvimento de matérias inorgânicos com o propósito de não inflamabilidade e resistência ao fogo (31). Em 1978, utilizando um precursor silício-aluminoso ativado alcalinamente, Davidovits conseguiu criar um material amorfo com uma estrutura tridimensional semicristalina, ao qual deu o nome de geopolímero. Ele foi o pioneiro ao adotar o termo geopolímero para descrever os processos inerentes à geossíntese empregados na produção de ligantes inorgânicos (25) (3). O termo "Geo" remete gênero consolidado, similar a uma rocha natural, enquanto o sufixo "polímero" descreve o processo de polimerização que ocorre durante a formação do material. Dessa maneira, o geopolímero foi determinado como uma classe de materiais de natureza mineral, com composição química semelhante à das zeólitas, mas com uma microestrutura variando de amorfa a semi-cristalina (29).

Uma das principais características dos geopolímeros como aglomerantes quando unidos ou substituídos por cimento Portland, assim, favorecendo o desenvolvimento de um cimento geopolimérico com elevada resistência inicial e processo de cura em temperatura ambiente, bem como, a aproximação da resistência mecânica em 48 MPa após os 28 dias de cura, coeficiente de absorção acústica de 0,7 à 1,0 em baixas frequências (40 - 150 Hz), densidades na faixa de 0,72 - 1,6 g/ml e baixa condutividade térmica (32) (33). Em suma, destacam-se as propriedades e características físico-químicas, tais como, boa trabalhabilidade e acabamento superficial, onde, observa-se o desenvolvimento das propriedades nas primeiras etapas.

De acordo com Azevedo, os geopolímeros apresentam-se como ligantes no desenvolvimento de pastas, argamassas e concretos. O avanço de materiais de alta

performance, durabilidade e na moderação de danos à natureza (34). Os insumos empregados para o desenvolvimento de geopolímeros derivam-se de compostos e subprodutos industriais como, por exemplo, cinzas volantes, escória de alto forno e também casca de arroz (35).

Os geoplomímeros de possialato são demonstrados por:



onde:

M - cátion (como potássio, sódio ou cálcio);

n - grau de policondensação;

w - o valor das moléculas de água, símbolo

(-) - é utilizado para mostrar uma ligação;

z - possui valores de 1, 2 ou 3, dependendo da razão entre os átomos de silício e alumínio, sendo nomeados conforme mostra a Figura 1 (35).

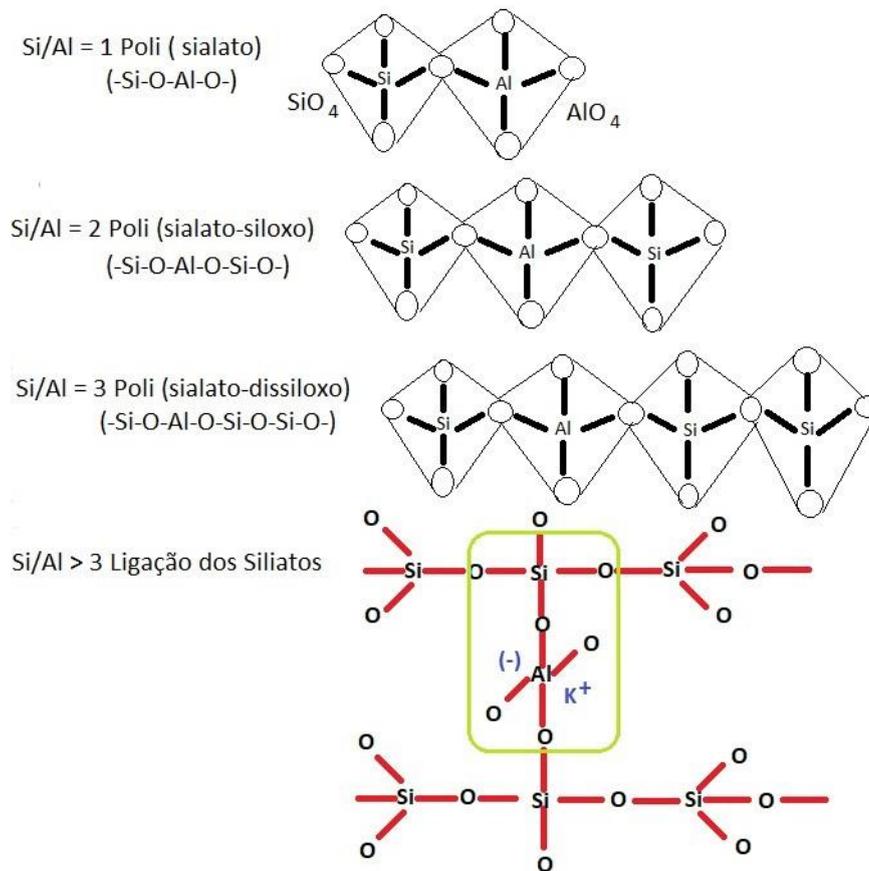


Figura 1 – Formação dos polissialatos: a) PS; b) PSS e c) PSDS. Adaptado de (1).

2.1.1 CIMENTO GEOPOLÍMÉRICO

Os ligantes formados por ativação alcalina, são caracterizados por, "cimento álcali-ativado" e portanto, possuem uma tipologia específica quando englobados ao grupo de cimentos e o geopolímeros são classificados em subgrupos (36).

Nos últimos anos diversos pesquisadores têm desempenhado um papel ímpar no avanço científico e tecnológico dos cimentos álcali-ativados, contribuindo para o entendimento e aprimoramento desse material. Atualmente, tal material tem sido amplamente referenciado em pesquisas no âmbito científico. Na Tabela 1, foram resumidos os principais marcos da pesquisa e desenvolvimento desse tipo de cimento. Além do mais, outra consideração importante das pesquisas de Davidovits

foram as vantagens do cimento geopolimérico incluindo a redução significativa das emissões de gás carbônico durante a produção. Ao utilizar a caulinita como precursor notou-se que a produção de uma tonelada de cimento geopolimérico resultou em apenas 0,18 toneladas de CO₂ emitidas. A produção de uma tonelada de cimento Portland, que gera cerca de 1 tonelada de CO₂, portanto, houve uma redução significativva de aproximadamente seis vezes nas emissões de gás carbônico durante a produção do cimento (37) (38).

Tabela 1 – Principais marcos da pesquisa e desenvolvimento do cimento álcali-ativado. Adaptado de (9).

Desenvolvimento do Cimento Álcali-Ativado		
Referência	Ano	Pesquisa/Atividade
Kühl	1908	Primeira patente de cimento álcali-ativado
Feret	1939	Uso de escória no cimento
Purdon	1940	Combinação de escória e soluções alcalinas
Glukhovsky	1959	Bases teóricas e desenvolvimento de soluções alcalinas no cimento
Glukhovsky	1965	Primeiro material denominado cimento alcalino
Davidovits	1979	Uso do termo geopolímero
Malinowski	1979	Caracterização de aquedutos romanos
Forss	1983	Cimento com escória alcalina e superplastificantes
Langton e Roy	1984	Caracterização de materiais de construção antigos
Davidovits e Sawyer	1985	Patente do cimento com composição similar ao material que acreditam ter sido utilizado nas pirâmides do Egito
Krivenko	1986	Definição de $M_2O-MO-SiO_2-H_2O$, onde M é o cátion alcalino
Malolepsy e Petri	1986	Ativação de escórias sintéticas

Desenvolvimento do Cimento Álcali-Ativado		
Referência	Ano	Pesquisa/Atividade
Malek et al.	1986	Aplicação de resíduo radioativo em cimento de escória ativada
Davidovits	1987	Comparação de cimentos antigos e modernos
Deja e Malo- lepsy	1989	Prova de resistência ao cloreto de materiais álcali-ativado
Kaushal et al.	1989	Incorporação de resíduo nuclear em material álcali-ativado
Roy e Lang- ton	1989	Produção de concreto semelhante aos antigos
Majundar et al.	1989	C12A7 – ativação de escória
Talling e Brandstetr	1989	Ativação de escória alcalina
Wu et al.	1990	Ativação alcalina de cimento à base de escória
Roy et al.	1991	Produção de cimentos alcalinos de pega rápida
Roy e Silsbee	1992	Publicação do artigo: “Cimentos álcali-ativado: uma visão geral”
Palomo e Glasser	1992	Ativação de metacaulim
Krivenko	1994	Propriedades de cimento alcalino
Davidovits	1994	Definição da estrutura dos geopolímeros através dos polissialatos
Wang e Scrive- ner	1995	Análise da microestrutura de materiais álcali-ativados
Palomo	1999	Publicação do artigo: “Ativação alcalina de cinza volante: o cimento do futuro”
Krivenko, Roy e Shi	2006	Publicação do primeiro livro de ativação alcalina
Provis e De- venter	2007	Definição do modelo cinético da reação de ativação alcalina

Desenvolvimento do Cimento Álcali-Ativado		
Referência	Ano	Pesquisa/Atividade
Habert et al.	2011	Avaliação ambiental da produção do concreto geopolimérico por ciclo de vida
Australia	2013	Construção da ponte em Victoria com o E-crete
Australia	2014	Expansão do aeroporto de Brisbane West Wellcamp com o E-crete
Davidovits	2016	Estudos de ruínas e monumentos realizados pelas civilizações pré-colombianas em Bolívia e Peru
Davidovits	2019	Caracterização de monumentos pré-colombianos em Pumapunku-Tiwanaku, Bolívia

Essa redução considerável das emissões de CO₂ associadas aos geopolímeros em comparação com o cimento Portland tem despertado um interesse crescente e uma maior valorização desses materiais na atualidade (18). No entanto, é fundamental analisar uma série de aspectos para uma avaliação completa da sustentabilidade, como as proporções da mistura, a origem e a concentração do ativador, as necessidades de transporte dos agregados e precursores, assim como o consumo energético envolvido na produção de todos os componentes.

2.1.2 MATERIAIS PRECURSORES

2.1.3 ALUMINOSSILICATO

Resíduos como o metacaulim, cinzas volantes e a escória de alto forno são materiais que possuem abundância em aluminossilicatos, contendo grandes quantidades de sílica (SiO₂) e alumina (Al₂O₃). Essas características tornam esses materiais ideais para a ativação alcalina, embora haja outros precursores possíveis, como destacado na Tabela 2. Além disso, resíduos ricos em sílica amorfa ou alumina, como o vidro, também podem ser utilizados, assim, contribuindo para a sustentabilidade do processo (10).

Tabela 2 – Materiais precursores para cimentos geopoliméricos. Adaptado de (10).

Classes	Exemplos
Subprodutos de outras indústrias	Resíduos de mineração, escórias com baixo teor de cálcio, sílica de fumo, resíduos da indústria extrativa, cinzas volantes e alguns resíduos agroindustriais como cinzas de casca de arroz e bagaço de cana.
Pós naturais de aluminossilicatos reativos	Solo diatomáceo sedimentar formado a partir de esqueleto de microrganismos, vidro e tufo vulcânicos, gel de sílica de fontes termais ou ambiente ácido e argilas não ativadas termicamente.
Aluminossilicatos ativados	Argilas calcinadas em especial o metacaulim

2.1.4 CINZAS VOLANTES

O carvão é o maior recurso de combustível e responde por aproximadamente 38% da produção global de energia, o que está relacionado à crescente demanda por consumo de energia (39). Na Figura 2, demonstra o processo de formação das cinzas volantes, são partículas de resíduos em pó que permanecem após o processo de queima de carvão, biomassa, resíduos sólidos urbanos ou uma combinação desses materiais em usinas elétricas e termelétricas (2).

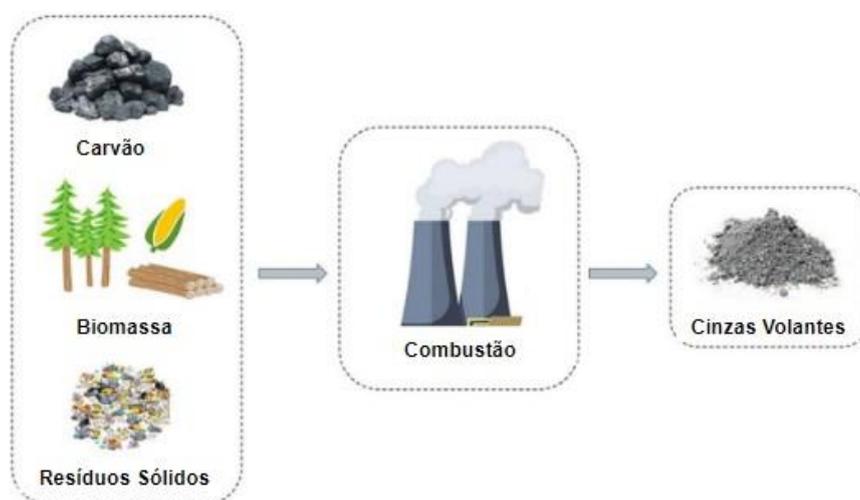


Figura 2 – Processo de Cinzas Volantes. Adaptado de (2).

Uma quantidade considerável de resíduos sólidos são geradas durante o processo de combustão do carvão. As cinzas volantes representam o principal componente desses resíduos que são produzidas em larga escala global devido ao aumento na produção de energia. Essas cinzas volantes são compostas por partículas finas e pulverizadas, normalmente em formato esférico, podendo ter uma estrutura oca ou sólida. As propriedades físicas, químicas e mineralógicas das cinzas leves de carvão consistem em diversos fatores, como, composição do carvão que originou os parâmetros de combustão, tipo e controle de emissões e os procedimentos de disposição utilizados (40). A presença de óxidos metálicos nas cinzas volantes está relacionada à origem do carvão. É fundamental destacar que as cinzas volantes são fontes de SiO_2 e Al_2O_3 , sendo importante o gerenciamento de resíduos de forma correta (41) (42).

O carvão representa o principal recurso energético utilizado globalmente, sendo responsável por aproximadamente 38% da produção mundial de eletricidade. O carvão é geralmente categorizado em quatro tipos principais: antracito, carvão betuminoso, carvão sub-betuminoso e linhito. A origem dos depósitos de carvão influenciam na sua utilização, teor de cinzas, poder calorífico e a composição dos produtos de combustão. As cinzas de carvão, são subprodutos da combustão do carvão, resíduos não combustíveis resultantes desse processo (42).

As cinzas incluem uma variedade de tipos, como escória de caldeira, cinza de fundo, e cinzas volantes, juntamente com os subprodutos resultantes da desulfurização dos gases de combustão. Entre esses, as cinzas volantes destacam-se como as partículas mais finas, coletadas durante a queima do carvão por meio de precipitadores eletrostáticos instalados nas chaminés de exaustão (43) (44).

As usinas termelétricas no Brasil são do tipo convencional, ou seja, utilizam carvão pulverizado, no qual sua combustão ocorre em elevadas temperaturas, acima de $1400\text{ }^\circ\text{C}$. As cinzas volantes evidenciam granulometria inferior à $100\text{ }\mu\text{m}$ e são emitidas juntamente com os gases do procedimento abatidos em sistemas de limpeza do tipo precipitadores eletrostáticos (45).

As cinzas volantes de carvão são uma mistura composta por diversos componentes apresentando uma composição mineral, fases variáveis e heterogênea.

Essas cinzas são compostas principalmente por material inorgânico e orgânico (46). O componente inorgânico é caracterizado pela presença de uma fase amorfa não cristalina que varia de 34 a 80%, e uma fase cristalina, composta por minerais como calcita, goethita, hematita, mulita e quartzo, em uma proporção que varia de 17 a 63%. O componente orgânico normalmente contém carbono não queimado (47) (46). Esses constituintes podem ter origem artificial ou natural e são classificados da seguinte maneira:

1. Materiais primários - minerais ou fases originais do carvão, como carbonatos, fosfatos, sulfatos, óxidos e silicatos;
2. Materiais terciários - resultantes do armazenamento e transporte das cinzas volantes, como dolomita, calcita, gesso, brucita, material amorfo e portlandita (48).

As cinzas volantes são formadas por uma fase vítrea, podendo ser de caráter silicosa ou sílico-aluminosa e por uma fração inerte, de natureza cristalina, caracterizada por cristais de mulita, quartzo, hematita, magnetita, ilita, entre outras fases (40). As cinzas podem ser classificadas por resíduos heterogêneos havendo como principais elementos o silício e o alumínio, baixos teores de ferro e menores quantidades de Mg, Ca, Ti, P, S, Na e K. O silício e o alumínio são provenientes de argilominerais, caulinita, montmorilonita, ilita, dos óxidos, quartzo, e dos silicatos, cloritas. Em contrapartida o ferro é derivado principalmente de sulfatos como a pirita e cálcio e o magnésio dos seus equivalentes carbonatos e sulfatos, entre outros (49).

2.1.5 Classificação de Cinzas Volantes de Carvão

As dimensões reduzidas, a composição variável e a diversidade nas propriedades e morfologia das cinzas volantes de carvão são responsáveis por desafios significativos relacionados à sua reciclagem, identificação e caracterização adequada. A classificação é determinada com base em sua composição e aplicabilidade, sendo a mais comum a classificação conforme a especificação ASTM C618-19 (11). Conforme a tabela 3, a American Society for Testing and Materials, é dividido em

classes F e C, principalmente devido às suas aplicações industriais distintas. A principal diferença entre essas classes consiste na quantidade de óxido de cálcio e nos teores totais de óxido de ferro, alumínio e silício. A classe F de cinzas volantes contém mais de 70% da soma total de $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$, com um teor de CaO inferior a 5%. Essas cinzas são principalmente derivadas da queima de carvões de alta qualidade e exibem alta reatividade química com materiais alcalinos, além de possuírem propriedades pozolânicas. Em contrapartida, as cinzas volantes da classe C têm uma porcentagem de $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$ entre 50 e 70% e um teor de CaO superior a 20%. Essas cinzas são frequentemente obtidas durante a queima de carvões de menor qualidade. Devido às suas notáveis diferenças físicas e químicas, as cinzas das classes F e C são utilizadas de forma distinta em diferentes aplicações (2).

Tabela 3 – Classificação e Propriedades das Cinzas Conforme ASTM C 618-19 (11).

Propriedades Químicas	Classe C	Classe F
Fe_2O_3 , Al_2O_3 , SiO_2 (%)	50-70	>70
SO_3 (Máximo)	5	5

2.1.6 Solução Alcalina

No âmbito dos cimentos álcali-ativados e geopoliméricos, a solução alcalina também é conhecida como ativador ou solução ativadora, uma vez que sua interação com o precursor mineral, fonte de aluminossilicato, desencadeia uma série de reações que conduzem ao gradativo endurecimento do material cimentício resultante (50).

As soluções alcalinas manipuladas na produção de cimentos geopoliméricos podem apresentar uma diversidade de composições químicas, contanto que incluam metais alcalinos e possuam um pH elevado. Conforme destacado por Pinto (51), essas soluções podem ser classificadas com base em sua estrutura química em:

- Silicatos: M_2O ;
- Álcalis cáusticos ou hidróxidos: MOH ;
- Aluminatos: M_2O ;

- Sais não silicatados levemente ácidos: M_2CO_3 , M_3PO_4 , M_2SO_3 e MF.
- Sais não silicatados fortemente ácidos: M_2SO_4 .

Onde, M é o cátion alcalino e n o número de mols.

A ativação comumente utilizada envolve a combinação de hidróxido (MOH) e silicato (M_2O), favorecendo as propriedades do material formado. Essa preferência é atribuída com estudos de aumento da velocidade da reação proporcionado pelos ativadores compostos nos quais íons metálicos atuam como catalisadores. Os cátions mais frequentemente empregados são Na^+ e K^+ , sendo comum o uso do mesmo cátion para o silicato e o hidróxido. Observa-se uma preferência pelo sódio em relação ao potássio (52).

Em relação à quantidade de ativador utilizado, é importante garantir que exista uma quantidade suficiente para quebrar as ligações originais dos materiais de partida. Uma grande quantidade de ativador pode resultar na formação de carbonatos do cátion. Portanto, a concentração ideal necessita equilibrar as cargas dos íons de silício (Si_4^+) e alumínio (Al_3^+) nos tetraedros da estrutura, levando em consideração que a carga negativa do grupo $AlO - 4$ é responsável por neutralizar os cátions alcalinos provenientes do ativador, otimizando as propriedades do material geopolimérico formado, assim, promovendo uma reação eficaz sem desperdício de reagentes (53) (54).

2.1.7 Processo de Formação

A fonte mineral influencia diretamente a solução alcalina, onde, ocasiona uma sequência de fenômenos que findam o desenvolvimento dos cimentos álcali-ativados, nos quais os geopolímeros são integrados. Durante a década de 1950, o pesquisador Glukhovsky desenvolveu uma teoria relativa a ativação alcalina de aluminossilicatos amorfos (4). O modelo proposto por Glukhovsky estrutura o processo de formação em três etapas distintas:

- 1º Etapa: Destruição → Coagulação;
- 2º Etapa: Coagulação → Condensação;

- 3º Etapa: Condensação → Cristalização.

As etapas apersentadas por Glukhovsky detalham uma sequência de ocorrências no aluminossilicato que demonstram, destruições e transformações de condensação. Tal modelo, evidência o desenvolvimento de unidades com estrutura instável para uma sequência de coagulações de estruturas tixotrópicas resultando na condensação que proporciona produtos hidratados (4).

A seguir verifica-se uma sequência de reações que explicam como ocorre a composição geopolimérica, conforme Figura 3:

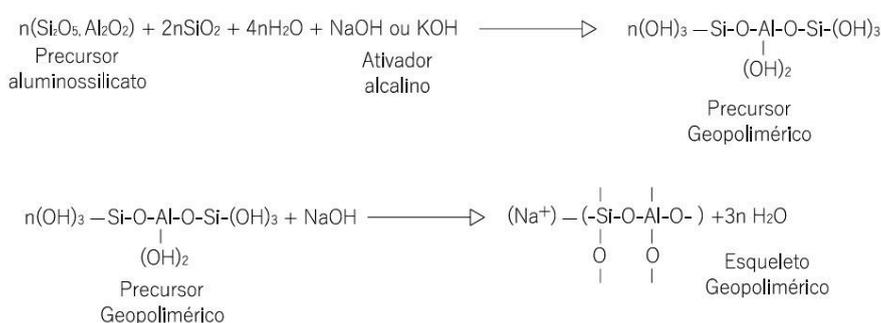


Figura 3 – Esqueleto geopolimérico. Adaptado de (3).

As reações evidenciam que o reagente aluminossilicato, a solução alcalina composta pelo ativador e a água integarem na formação de um precursor conhecido como "esqueleto geopolimérico"(3).

Tocante as reações nota-se que a água não faz parte da composição final dos geopolímeros, sendo assim, expurgada durante a produção. Essa condição presume que a função da água corresponde na dissolução e movimentação das espécies iônicas, impactando diretamente na trabalhabilidade da pasta (55).

2.1.8 Parâmetros de Síntese

A síntese de geopolímeros é um processo complexo influenciado por diversos fatores como, a quantidade de materiais, o processo de cura e a presença de água representam-se como elementos-chave. A quantidade precisa de parâmetros de síntese como, fontes de aluminossilicato e ativadores alcalinos, desempenham um

papel fundamental na formação do gel e na determinação das propriedades finais. Além disso, o processo de cura que envolve condições controladas de temperatura e umidade é essencial para promover a reação química entre os precursores e garantir a resistência e durabilidade adequadas do geopolímero. A presença de água é outro fator essencial efetivando como um agente de dissolução que permite a hidratação e reação dos componentes para a formação da estrutura geopolimérica. No entanto, é fundamental controlar cuidadosamente a quantidade de água para evitar problemas como, porosidade excessiva ou segregação dos materiais. Em suma, o ajuste preciso desses fatores durante o processo de síntese é essencial para garantir a obtenção de geopolímeros com propriedades aprimoradas para uma ampla gama de aplicações (56) (57).

O estudo de Duxson demonstrou os principais métodos de formação dos aluminossilicatos (4). Na Figura 4, verifica-se os referidos métodos:

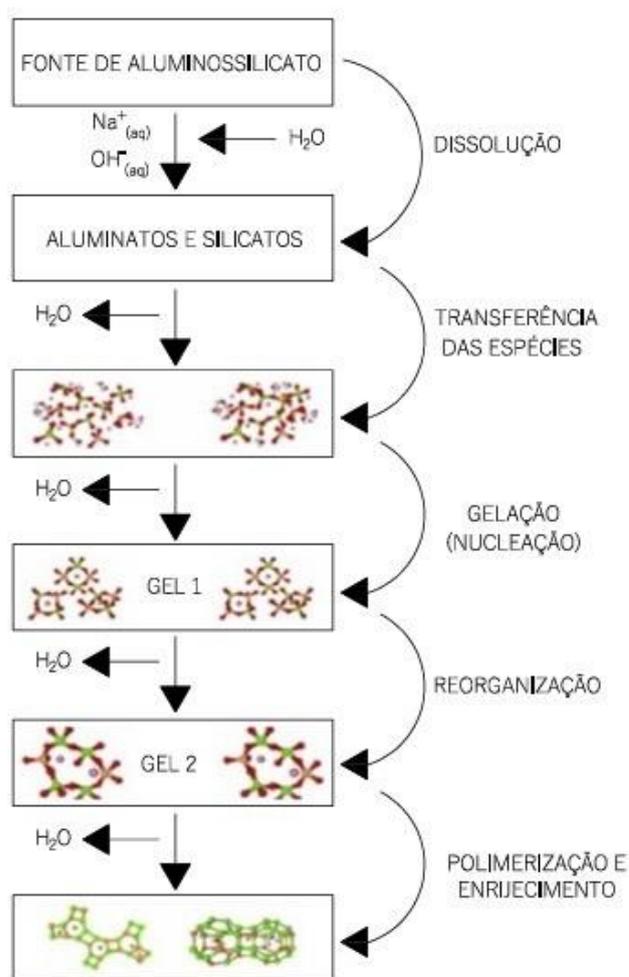


Figura 4 – Modelo conceitual de geopolimerização. Adaptado de (4).

No início do processo, verificamos a ocorrência da dissolução do aluminossilicato em aluminatos e silicatos sob a influência da solução alcalina ativadora. Provocando a transferência das espécies iônicas Si_4^+ e Al_3^+ , juntamente com o cátion alcalino proveniente da solução ativadora. Posteriormente ocorre a nucleação resultando na formação dos silicatos que finaliza etapa de geopolimerização e endurecimento (4).

2.1.9 Dosagem

O tempo de formação da fase gel no cimento geopolimérico é influenciado por diversos fatores, abrangendo a composição da matéria-prima, o tipo de ativador, as condições de processamento e síntese. Diante das variações nas composições, estruturas moleculares e microestruturas dos materiais produzidos a partir de diversas fontes, torna-se essencial adaptar as proporções molares conforme o modelo conceitual de geopolimerização. Em sua patente de 1982 sobre geopolímeros, o pesquisador J. Davidovits já fornecia uma gama de proporções molares para produzir um geopolímero ativado com cátions de sódio (58). Os valores mencionados foram demonstrados de forma sucinta na Tabela 4.

Tabela 4 – Relações molares.

Elementos	Teor
Relação	Faixa ideal
(Na ₂ O, K ₂ O)/SiO ₂	0,2 a 0,28
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	3,5 a 4,5
H ₂ O/(Na ₂ O, K ₂ O)	15 a 17,5
(Na ₂ O, K ₂ O)/ Al ₂ O ₃	0,8 a 1,2

Fonte: Adaptado de Davidovits (58).

A pesquisa realizada por Reddy et al. destaca a influência da composição química da fonte de aluminossilicato na resistência à compressão de concretos geopoliméricos. Com análise em várias pesquisas, os autores concluíram que as maiores resistências compressivas foram alcançadas quando os aluminossilicatos apresentavam composições químicas dentro das faixas percentuais indicadas na Tabela 5 (59).

Dessa forma, os teores de óxidos presentes na fonte mineral de aluminossilicatos têm um impacto substancial nas propriedades do cimento geopolimérico. Nesse sentido, é relevante ressaltar a observação de Davidovits de que a presença de alumina (Al₂O₃) tem um efeito direto na velocidade de formação do cimento, além de reduzir consideravelmente a resistência à compressão quando em excesso (58).

Tabela 5 – Intervalo percentual de aluminossilicatos que resultaram na maior resistência.

Elementos	Teor
Óxidos	Faixa percentual
SiO ₂	45-55%
Al ₂ O ₃	22-28%
CaO + Fe ₂ O ₃	< 15-20%

Fonte: Adaptado de Reddy et al. (59).

2.1.10 Cura

A temperatura é uma medida do grau de agitação das moléculas, onde, a utilização da cura térmica tem o potencial de exercer uma influência significativa no processo de geopolimerização. Este fenômeno é perceptível tanto na velocidade da reação quanto nas características microestruturais dos geopolímeros (15). Os materiais geopoliméricos são produzidos em uma faixa de temperatura entre 25 a 120°C. A escolha da temperatura durante a síntese é essencial, pois determinará tanto a resistência quanto a integridade estrutural do material. Cerca de 70% da resistência do material é estabelecida nas primeiras quatro horas (60). De acordo com o estudo em geopolímeros curados à temperatura ambiente de Lancellotti et al., notou-se discrepâncias na taxa de evaporação que podem interromper os processos de dissolução e condensação. Eles propuseram que intervalos de temperatura entre 30 e 120°C, com duração de cura de 2 a 5 horas, sejam considerados eficazes (61).

2.1.11 Influência da Água

A quantidade de água desempenha um papel primordial ao dissolver as partículas sólidas. A água é responsável por distribuir de forma uniforme a solução ativadora até as moléculas sólidas. No entanto, um excesso de água durante o processo de geopolimerização pode prejudicar a formação, pois os inorgânicos podem ficar retidos nas extremidades e promover a formação de poros. Quando há um alto teor de água, há uma tendência para a formação de cristais maiores, resultando em uma redução da área de superfície específica consequentemente uma

diminuição na resistência mecânica do material (51). A resistência à compressão é influenciada pelas variações na quantidade de água.

Em quantidades reduzidas a presença de água intensifica o processo de ativação promovendo uma dissolução mais rápida do Si e do Al na reação. Isso resulta em uma aceleração geral do sistema facilitando a formação de oligômeros. O uso moderado de água pode favorecer os estágios de policondensação e endurecimento (62).

Contudo, se a quantidade de água for limitada pode ter efeitos adversos, uma vez que a água age como um veículo para distribuir os reagentes por todas as áreas do sólido. Se houver escassez de água algumas partes do sistema podem não receber o ativador, resultando na fragilização do material (63). Além disso, uma redução excessiva na quantidade de água pode prejudicar a maleabilidade, aumentar a viscosidade. Assim, a quantidade de água pode impactar tanto positivamente quanto negativamente o desempenho dos materiais geopoliméricos, independentemente da etapa de processamento (51). A proporção ideal entre sólidos e líquidos é de 2,05 g/ml, quando os materiais originais são cinzas ou escórias (64).

2.2 Fibras Naturais

As fibras naturais representam uma fonte renovável amplamente empregada há séculos na confecção de diversos materiais como, cordas, cestos e tapetes. Originam-se de diferentes fontes incluindo elementos animais, minerais e sobretudo, vegetais como as fibras lignocelulósicas (65).

As fibras são geralmente divididas em duas principais categorias, fibras naturais e fibras sintéticas. As fibras naturais podem ser subdivididas em diferentes grupos como, vegetais, animais ou minerais. As fibras naturais especialmente as lignocelulósicas são obtidas de fontes vegetais, exemplos marcantes de materiais ecologicamente corretos (15). A Figura 5, apresenta as classificação das fibras.

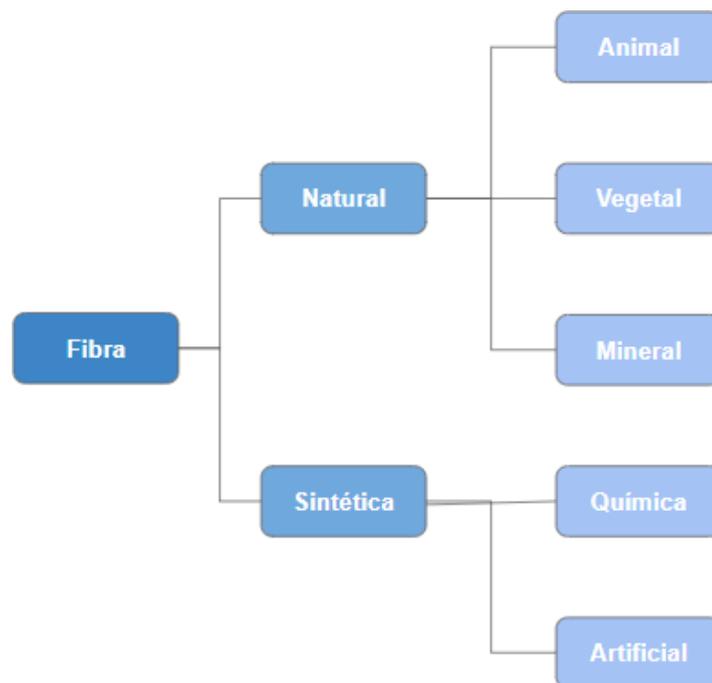


Figura 5 – Classificação das fibras.

2.2.1 Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNL's)

O Brasil é abundante em flora possuindo uma ampla extensão territorial e rico em biodiversidade e as condições climáticas favoráveis que proporcionam uma ampla variedade de fibras naturais. Segundo o Centro de Estudos Estratégicos (CGEE) o comércio dessas fibras tem ganhado destaque e espaço, crescendo a uma taxa de aproximadamente 5,5% ao ano. O país se destaca como o terceiro maior produtor de algodão e o quarto maior produtor de coco do mundo. A Bahia, em particular é responsável por mais de 95% da produção de fibras no país, totalizando cerca de 245 mil toneladas anuais. Com sua vasta biodiversidade e expertise agrícola o Brasil se posiciona de forma privilegiada no mercado global de fibras naturais (66).

A utilização de FNL's teve um aumento significativo em diversos setores tecnológicos conforme destacado por John e Thomas (5). Um exemplo notável é o emprego de fibras de bananas pela Mercedes Benz no modelo Classe A. No contexto brasileiro, observam-se várias aplicações de FNL's na indústria automotiva.

Fibras como algodão, juta, rami e coco são empregadas em diferentes componentes, incluindo revestimentos internos, painéis e plásticos (67).

O crescimento na utilização de fibras naturais em setores industriais está diretamente associado ao aumento na produção. Os números referentes à produção anual de algumas fibras naturais em diversos países são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Produção mundial de fibras por espécie e países.

Fibras	Espécie	Países de Produção	Produção Mundial (103 tons)
Coco	Cocos nucifera	Índia, Vietnam, Sri Lanka	100
Kenaf	Hibiscus cannabinus	Índia, Bangladesh, Estados Unidos	970
Linhaça	Linum usitatissimum	Canadá, França, Bélgica	830
Bambu	> 1250 espécies	China, Índia, Indonésia	30000
Abacá	Musa textilis	Filipinas, Equador, Costa Rica	70
Juta	Corchorus capsularis	Índia, Bangladesh	2500
Sisal	Agave sisalana	Tanzânia, Brasil, Quênia	378
Rami	Boehmeria nivea	China, Brasil, Filipinas	100
Algodão	Gossypium sp.	China, Índia, Estados Unidos	25000
Banana	Musa indica	Brasil, Índia	200
Seda	Bicho-da-seda	China, Índia, Europa	202
Lã	Ovelha, alpaca ou camelo	Austrália, Nova Zelândia, China	2000
Cânhamo	Cannabis sativa	China, França, Filipinas	215
Abacaxi	Ananas comosus	Filipinas, Tailândia, Indonésia	74
Agave	Agave fourcroydes	Colômbia, Cuba, México	56
Sumaúma	Ceiba pentandra	China, Índia	316
Bagaço	-	Brasil, Índia, China	7500

Diversos fatores influenciam as propriedades e a composição química das fibras vegetais incluindo condições climáticas, idade da planta, tipo de solo em que a fibra se desenvolve e processos de nutrição digestiva. Esses elementos não apenas afetam a estrutura da fibra vegetal, mas também sua composição química. Além disso, as propriedades de uma única fibra dependem do seu formato, tamanho, grau de cristalinidade, orientação e espessura da parede celular. No caso das fibras sintéticas, como a fibra de aramida, de vidro ou de carbono, essas propriedades são formuladas com características pré-definidas. Por outro lado as propriedades das fibras naturais variam significativamente (68).

A constituição química das fibras vegetais após a remoção da umidade é essencialmente composta por celulose, hemicelulose e lignina. Essas fibras são classificadas como compósitos naturais devido ao seu arranjo, no qual as microfibrilas de celulose funcionam como reforço em uma matriz composta por hemicelulose e lignina (12) (69). A composição química varia conforme a espécie vegetal, como ilustrado na Tabela 7, que lista os principais constituintes químicos de diversas fibras vegetais.

Tabela 7 – Composição química de algumas fibras. Adaptado de (12).

Constituinte	Algodão	Juta	Linho	Rami	Sisal
Celulose	82,7	64,4	64,1	68,6	65,8
Hemicelulose	5,7	12,0	16,7	13,1	12,0
Lignina	-	11,8	2,0	0,6	9,9
Pectina	5,7	0,2	1,8	1,9	0,8
Solúvel a água	1,0	1,1	3,9	5,5	1,2
Cera	0,6	0,5	1,5	0,3	0,3
Água	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0

A estrutura da parede celular em uma fibra não é uniforme. Cada fibrila possui uma estrutura complexa em camadas que incluem uma camada primária, uma camada secundária e um espaço vazio central conhecido como lúmen. Enquanto a camada primária é depositada durante o crescimento celular e é muito fina, a camada secundária a envolve. A camada secundária, por sua vez, é composta por três camadas, e as propriedades mecânicas das fibras são influenciadas pela espessura da camada média. Esta camada intermediária consiste em uma série

de microfibrilas celulares enroladas de forma helicoidal formadas ao longo de uma cadeia de moléculas de celulose. O ângulo entre o eixo das fibrilas e das microfibrilas é chamado de ângulo microfibrilar (AMF), cujo valor característico varia de uma fibra para outra (5). A representação esquemática dessa estrutura pode ser observada na Figura 6.



Figura 6 – Arranjo microestrutural da FNL's (5).

A celulose é um polímero natural produzido na natureza e um carboidrato presente em praticamente todas as plantas. Sua estrutura química é composta por unidades de glicose unidas por átomos de oxigênio formando longas cadeias poliméricas (70). A unidade básica da celulose é a celobiose ilustrada na Figura 7, composta por moléculas de glicose conectadas por ligações β -1,4-glicosídicas, como mencionado por Bledzki e Gassan e Mohanty, Misra e Hinrichsen (65) (71).

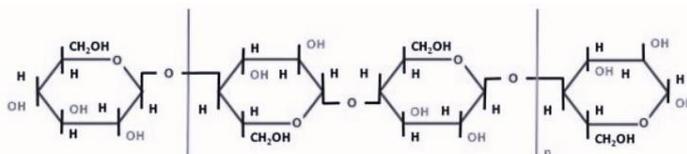


Figura 7 – Estrutura da cadeia de celulose. Adaptado de (5).

A lignina, o segundo polímero mais presente nas células vegetais se distingue por ser um composto amorfo, resistente à água, fortemente polimerizado e com

estrutura aromática (65). Sua principal função é proporcionar estrutura e firmeza às plantas facilitando a distribuição de tensões mecânicas ao longo das fibras, sendo frequentemente encontrada em tecidos especializados na condução de fluidos (72). A estrutura química da lignina pode ser observada na Figura 8.

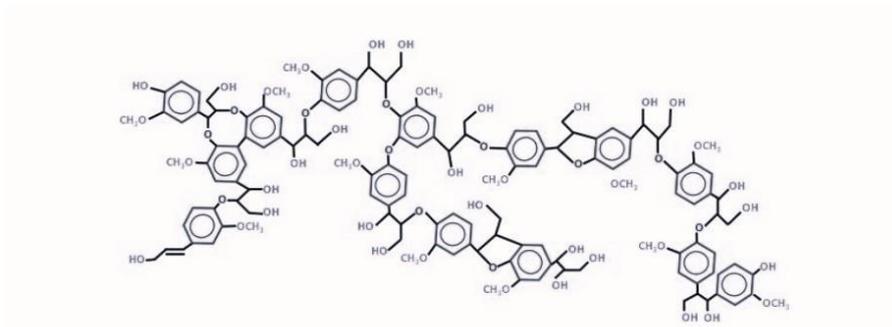


Figura 8 – Estrutura da cadeia de lignina. Adaptado de (6).

Um componente vital presente nas Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNLs) é a hemicelulose que se identifica como um polissacarídeo com cadeias ramificadas. Devido à sua menor massa molecular a hemicelulose é essencial para proporcionar flexibilidade às plantas e funciona como um mediador de adesão entre a celulose e a lignina (73) (72).

As características de cada fibra natural apresentam variações que podem ser atribuídas a diversos fatores, como a proporção dos seus componentes (celulose, hemicelulose e lignina), o ângulo microfibrilar, o ambiente de cultivo, a idade da planta, entre outros elementos. Essa variedade de influências foi destacada por Mohanty, Misra e Hinrichsen e Kalia, Kaith e Kaur (6) (74).

A utilização das Fibras Naturais Lignocelulósicas (FNLs) em diversos setores industriais está sujeita a uma série de considerações devido às suas várias desvantagens. Entre essas desvantagens, destacam-se a não uniformidade, limitações dimensionais, sensibilidade a altas temperaturas e heterogeneidade na microestrutura. Ao compararmos as fibras naturais com as fibras sintéticas, fica evidente o caráter hidrofílico das FNLs, ou seja, elas tendem a absorver uma quantidade significativa de umidade o que dificulta sua aplicação em matrizes poliméricas, as quais geralmente são hidrofóbicas (75).

A presença de água nas fibras naturais pode dificultar a interação eficiente entre a fibra e a matriz polimérica dos compósitos, podendo também causar vazios na estrutura da matriz devido à evaporação da água. Isso cria pontos de concentração de tensão, resultando na redução da resistência dos compósitos (13). A Tabela apresenta uma comparação entre algumas propriedades mecânicas das FNLs e das fibras sintéticas.

Tabela 8 – Propriedades mecânicas de diferentes fibras.
Adaptado (13) (14).

Fibra	ρ (Kg/m ³)	σ (MPa)	E (GPa)	Diâmetro (μ m)
Carbono	1780 - 1810	2500 - 6350	230 - 400	-
Vidro E	2500 - 2580	2000 - 3450	70 - 73	-
Aramida	1440	3000 - 4100	63 - 131	-
Algodão	1550	300 - 700	6 - 10	11,5 - 17
Bambu	1500	575	27 - 10	40
Linho	1400 - 1500	500-900	50-70	17,8 - 21,6
Cânhamo	1400 - 1500	310-750	30-60	17-23
Juta	1200 - 1500	200-450	20-55	15,9-20,7
Rami	1550	915	23 -	28,1-35
Abacá	1500	12	41 -	17-21,4
Banana	1300 - 1350	529-914	27-32	-
Abacaxi	1440 - 1560	413-1627	60-82	20-80
Sisal	1300 - 1500	80-840	9-22	18,3-23,7
Coco	1150 - 1250	106-175	6	16,2-19,5

As pesquisas indicam que vários fatores podem afetar a resistência mecânica das fibras naturais, como a diminuição da cristalinidade com o avanço da idade da planta, o ângulo microfibrilar, as variações no diâmetro e comprimento, além da redução de defeitos em relação ao diâmetro inverso. Apesar das desvantagens mencionadas das fibras naturais como destacado elas apresentam várias vantagens como, custo acessível, maior flexibilidade, baixa densidade, não abrasividade e potencial

para impulsionar o desenvolvimento social e econômico. Por serem biodegradáveis e originárias de fontes renováveis essas fibras podem ser fontes promissoras de renda, especialmente em áreas em desenvolvimento incluindo regiões mais carentes do Brasil (13).

2.2.2 SISAL

A agave sisalana nome científico da planta de sisal é originária do México e foi trazida para o Brasil no início do século XX, adaptou-se em regiões de clima seco como, nos estados da Bahia, Paraíba e Rio Grande do Norte. Como ilustrado na Figura 9, as características desta planta são suas folhas longas, estreitas e de cor verde com fibras altamente resistentes. As principais utilizações são na produção de cordas, vassouras, bolsas, chapéus, biomantas e outras (7).



Figura 9 – Planta de Sisal (7).

O processo inicial para a produção das fibras de sisal necessita-se da retirada da polpa ou mucilagem que envolve a fibra da folha por meio de raspagem mecânica, para sequentemente realizar a fase de desfibramento de 2 a 4% do total se transforma em fibra. Por conseguinte as fibras são secas em fios de arames conforme Figura 10 e por fim passam pelo processo do batimento caracterizado pela retirada do pó que cerca o material final (7).



Figura 10 – Planta de Sisal em processo de secagem (7).

2.3 MATERIAIS COMPÓSITOS

O compósito é um material avançado e multifásico criado artificialmente que consiste em misturas não solúveis de dois ou mais componentes com composições, propriedades e estruturas distintas. Seu principal objetivo é aprimorar as propriedades mecânicas, variando conforme a aplicação específica do material. A Figura 11, apresenta o sistema de classificação geométrica dos materiais compósitos (8).

Os materiais compósitos geralmente são compostos por uma fase matriz e uma fase dispersa. A fase matriz pode ser constituída por polímeros, metais ou cerâmicas, sendo que as matrizes mais comuns são as poliméricas e metálicas. Por outro lado, a fase dispersa pode ser composta por polímeros, cerâmicas, metais, minerais ou materiais orgânicos naturais. A Figura 12 ilustra a classificação dos compósitos.

Os compósitos reforçados com fibras podem ser orientados de três maneiras distintas. Primeiramente temos as fibras contínuas e alinhadas que exibem características mecânicas anisotrópicas proporcionando um reforço e rigidez significativos na direção do alinhamento. Em seguida, as fibras descontínuas e alinhadas oferecem resistência e rigidez na direção longitudinal. Por fim, as fibras descontínuas com orientação aleatória apresentam menor capacidade de reforço e são isotrópicas.

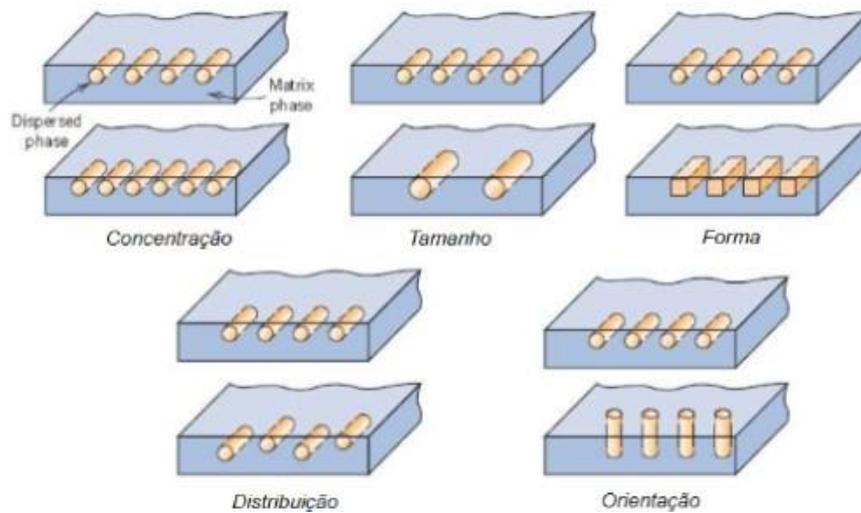


Figura 11 – Representação esquemática das classificações geométricas (8).

As fibras utilizadas nos compósitos também podem ser classificadas em whiskers, fibras e arames. Os whiskers são monocristais finos com alta relação entre comprimento e diâmetro, possuindo elevada resistência, mas também são de alto custo. As fibras são policristalinas ou amorfas caracterizadas por terem pequeno diâmetro. Já o arame possui um diâmetro parcialmente maior. A Figura 12, exemplifica essas categorias (8).



Figura 12 – A primeira é whiskers Al_2O_3 , a segunda são fibras de sisal e por último arame (8)

A fase matriz desempenha três funções cruciais: a união e transmissão de cargas aplicadas fora da fibra, a proteção contra danos superficiais e a prevenção da propagação de trincas. É fundamental que as forças de ligação entre as fibras e a matriz sejam significativas para minimizar arrancamentos de fibras. A Tabela 9

apresenta algumas das principais propriedades desejáveis para um material matriz (15).

Tabela 9 – Propriedades desejáveis para um material matriz. Adaptado (15).

Propriedades	Descrição
Mecânica	Resistência à tração e ao impacto Ductilidade Resistência ao corte Tenacidade
Térmicas	Resistência a temperaturas Coeficiente de dilatação térmica Baixa condutividade térmica
Químicas	Boa adesão às fibras Resistência à degradação Baixa absorção de umidade
Outras	Baixo custo Solidificação ou cura rápidas

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O objetivo principal deste estudo foi realizar a caracterização de uma nova fibra com potencial de aplicação em compósitos cimentício geoplomérico com matriz de cinzas volantes. Para isso, foram realizadas várias etapas de caracterização da fibra de sisal. A primeira etapa envolveu a preparação das fibras, seguida pela determinação do diâmetro característico e pela geração do histograma da distribuição desses diâmetros.

Além disso, na segunda fase do trabalho, buscou-se caracterizar a estrutura, composição química e propriedades térmicas da fibra e das cinzas volantes. Essa abordagem visa compreender como essas características intrínsecas da fibra influenciam suas propriedades físicas e mecânicas. Assim, a terceira etapa compreendeu a fabricação do cimento geopolimérico com uma relação molar sílica/alumina de 2,5. As formulações utilizadas estão detalhadas na Tabela 10, onde as siglas CP2 e CP4 referem-se aos compósitos com adição de 2 e 4% de fibras, respectivamente.

Tabela 10 – Composições de pastas geopoliméricas (15).

Referência	Cinzas Volantes (g)	Na₂SiO₃ (g)	Água (g)	Fibra de Sisal (g)
CP	245	105	170	0
CP2	245	105	170	7
CP4	245	105	170	14

3.1 Materiais

Para execução da pesquisa foram utilizados os seguintes materiais:

- Fibra de Sisal;
- Cinzas Volantes;

- Metassilicato de Sódio.

3.1.1 Fibra de Sisal

As fibras foram obtidas da planta *Agave Sisalana* Pierre, enviadas pela empresa EMBAPA, localizada na cidade de Seropédica, estado do Rio de Janeiro. Elas foram utilizadas em sua forma natural, ou seja, "in natura". A Figura 13 da fibra de sisal.



Figura 13 – Fibra de Sisal EMBRAPA .

3.1.2 Cinzas Volantes

As cinzas volantes leves foram fornecidas pela UTE-Termelétrica da ENGIE da usina de Pampa. Retirada na data do dia 23 de agosto do ano de 2022, no horário das 6 horas da manhã. A Figura14 abaixo das cinzas doadas pela empresa.



Figura 14 – Cinzas Volantes da usina da ENGIE em Pampa.

3.1.3 Metassilicato de sódio.

Ativador de metassilicato de sódio adquiridos da empresa, Casa da Química. A Figura 15 do metassilicato de sódio recebido.



Figura 15 – Metassilicato de sódio.

3.2 Métodos

A seguir, foram descritos os métodos utilizados para caracterização das matérias primas e amostras geopoliméricas.

3.2.1 Caracterização da fibra de sisal

A caracterização das amostras das fibras de sisal foi realizada através da microscopia eletrônica de varredura FIG, difração de raios X, microscopia óptica, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), densidade

por arquimedes, termogravimetria (TGA) e granulometria.

3.2.2 Histograma de variação diametral

Durante o desenvolvimento da pesquisa foi identificada uma significativa variação de diâmetro nas fibras de sisal. Diante desse cenário optou-se utilizar o método de determinação do diâmetro médio. A primeira fase da caracterização das fibras de sisal consistiu na análise da variação do diâmetro, para a qual foram selecionadas inicialmente cem fibras.

O microscópio óptico usado foi o modelo BX53M da marca OLYMPUS, configurado com ampliação de 5x no modo de campo escuro, para a medição do diâmetro das fibras. Foram selecionadas aleatoriamente 100 amostras, no laboratório de metalografia do Instituto Militar de Engenharia (IME). Cada amostra foi medida em 3 pontos específicos ao longo do comprimento, tanto a 0° quanto a 90°. Em cada ponto, efetuou-se a obtenção de seis medições, sendo três delas a 0° e as outras três a 90°, resultando em um total de 18 locais de coleta de dados, 600 imagens, ao longo da extensão da fibra. Em seguida, foi calculado uma média dos valores obtidos em micrômetros ao longo de cada fibra, permitindo obter a média do diâmetro característico de cada fibra.

A utilização da microscopia óptica desempenhou um papel essencial na determinação da geometria da seção transversal das fibras de sisal. Para cada fibra calculou-se a média das observações a 0° e 90°, considerando-as como os diâmetros maior e menor da elipse. A média diametral resultante foi então dividida em seis intervalos para a construção do histograma da variação diametral. Referenciado na média diametral obtida, os valores foram categorizados em seis intervalos permitindo a construção do histograma que ilustra a variação diametral. As análises aplicadas às fibras utilizaram os valores médios obtidos e as propriedades foram correlacionadas com os respectivos diâmetros. A mensuração do comprimento de cada uma das cem fibras foi realizada com o auxílio de uma régua. Após a obtenção dos comprimentos individuais, calculou-se a média para o comprimento observado, contribuindo para a determinação do histograma.

3.2.3 Determinação de densidade por Arquimedes

Com intuito de avaliar a densidade das fibras, foi adotado o princípio de Arquimedes (76). No método de avaliação seguindo o princípio utilizou-se cem fibras com aproximadamente 50 mm de comprimento, uma balança hidrostática Gehaka BK300, um béquer de 250 ml e 200 ml de gasolina. As fibras foram colocadas em estufa por 24 h a 80°C para a realização do ensaio. Conforme especificado na norma (77) o ensaio foi conduzido em meio aquoso em gasolina. O método de Arquimedes é fundamentado na equação a seguir 3.1 :

$$\rho_F = \left(\frac{P_{AR}}{P_{AR} - P_{SUB}} \right) \cdot \rho_{liq} \quad (3.1)$$

Onde:

- P_F - Densidade da amostra;
- P_{AR} - Peso da amostra seca;
- P_{SUB} - Peso da amostra imersa;
- P_{liq} - Densidade do líquido utilizado.

3.2.4 Moagem

As fibras de sisal foram submetidas a um processo de moagem em moinho 7 facas no Laboratório J 107 no Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA), na Universidade Federal do Rio de Janeiro.

3.2.5 Peneiramento

Após o processo de moagem as fibras de sisal passaram pela peneira, no Laboratório de Materiais Cerâmicos, no Instituto Militar de Engenharia (IME) .

3.2.6 Difração de raios X

A difração de raios X foi utilizada para obter o perfil de difração da fibra de sisal. A análise foi realizada no Laboratório de Cristalografia do IME, utilizando

o equipamento Xpert Pro MRD System da PANalytics, que emprega radiação Cobalto K com comprimento de onda de 1,789 Å. O procedimento envolveu uma velocidade de varredura de 4° por minuto, com potência de 40 mA x 40 kV e uma faixa de varredura de 5° a 90°.

3.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

A caracterização morfológica e topográficas foram realizada por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da FEI, modelo Quanta FEG 250, nas instalações do laboratório do Instituto Militar de Engenharia (IME). O objetivo foi de investigar detalhes como a seção transversal, a superfície, as microfibrilas e qualquer modificação morfológica resultante de ensaios específicos ou análises realizadas.

3.2.8 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A estrutura química foi obtida por meio do Espectrômetro de Absorção na região do Infravermelho (FTIR) - Perkin Elmer FT-IR Spectrometer, modelo 1720 X, no laboratório do Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano (IMA). Os espectros foram adquiridos na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} utilizando o modo ATR, com um número de varredura de 40 e resolução de 4 para todos os espectros.

3.2.9 Espectrometria por Fluorescência de Raios X (FRX)

As amostras analisadas foram feitas sob a forma de pó, isentas de água, efetuada sob vácuo, por 320 segundos. O aparelho utilizado foi o EDX-720 (Shimadzu) que permite realizar análises quantitativas e qualitativas desde o elemento sódio até o urânio.

3.2.10 Análise termogravimétrica (TGA)

A realização da análise termogravimétrica das fibras de sisal, na amostra de pó em uma atmosfera de nitrogênio. O procedimento envolveu um aumento gradual

da temperatura até 600°C com uma taxa de aquecimento de 10°C/min. O ensaio foi conduzida nas instalações do Instituto de Pesquisas da Marinha (IPQM), utilizando o equipamento Shimadzu modelo DTG-60H. A análise termogravimétrica permite determinar as temperaturas em que ocorre a degradação das diferentes fases dos componentes estruturais da fibra e também identifica as variações de umidade ao longo do processo.

3.2.11 Caracterização das cinzas volantes

Com intuito de tratar as cinzas volantes, foram utilizados os métodos para análise de redução do tamanho das partículas, espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier, difração de raio x, espectrometria por fluorescência de raios x e microscopia eletrônica de varredura, onde foram parametrizados conforme os ensaios demonstrados nas sessões, 3.2.5, 3.2.9, 3.2.6, 3.2.7 e 3.2.8.

3.2.12 Caracterização do Metassilicato de Sódio

As análises de difração de raio x e espectrometria por fluorescência de raios do metassilicato de sódio foram parametrizados conforme os ensaios demonstrados nas sessões 3.2.6 e 3.2.9 .

3.2.13 Caracterização do Geopolímero

Com intuito de caracterizar o geopolímero, foram utilizados os métodos para análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de fourier, difração de raio x, espectrometria por fluorescência de raios x e microscopia eletrônica de varredura determinados conforme os parâmetros das sessões 3.2.9, 3.2.6, 3.2.7 e 3.2.8.

A cinza volante foi integrada à solução ativadora e agitada por um intervalo de 10 minutos. Em seguida, as fibras foram introduzidas e homogeneizadas por mais 3 minutos. Resultando corpos de prova conforme demonstrado nas Figuras 16, 17 e 18.



Figura 16 – Corpos de prova 0% de fibra de sisal.



Figura 17 – Corpos de prova 2% de fibra de sisal.



Figura 18 – Corpos de prova 4% de fibra de sisal.

3.2.14 Cura Térmica

Com intuito de promover a cura térmica, os corpos de prova foram submetidos em uma estufa com temperatura elevada de 100°C por um período reduzido

de 4 horas no Laboratório de Cerâmica, no Instituto Militar de Engenharia (IME). Posteriormente, os corpos de prova foram desmoldados e passaram por um processo de cura ao ar em temperatura ambiente.

3.2.15 Ensaio de Compressão

Os corpos de prova cilíndricos foram moldados para realização do ensaio de compressão axial na máquina Emic Universal no Instituto Militar de Engenharia, laboratório de Ensaios dos Materiais, nas dimensões de 2,54cm x 5,08cm.

4 RESULTADOS

4.1 Caracterização da fibra de sisal

4.1.1 Histograma

A análise por microscopia óptica foi essencial para a determinação da geometria da seção transversal das fibras. Na Figura 19, observa-se predominantemente uma geometria elipsoidal na seção transversal das fibras, indicando uma forma alongada. A média das observações feitas nos ângulos de 0° e 90° foi considerada como o diâmetro maior e menor da elipse, respectivamente.

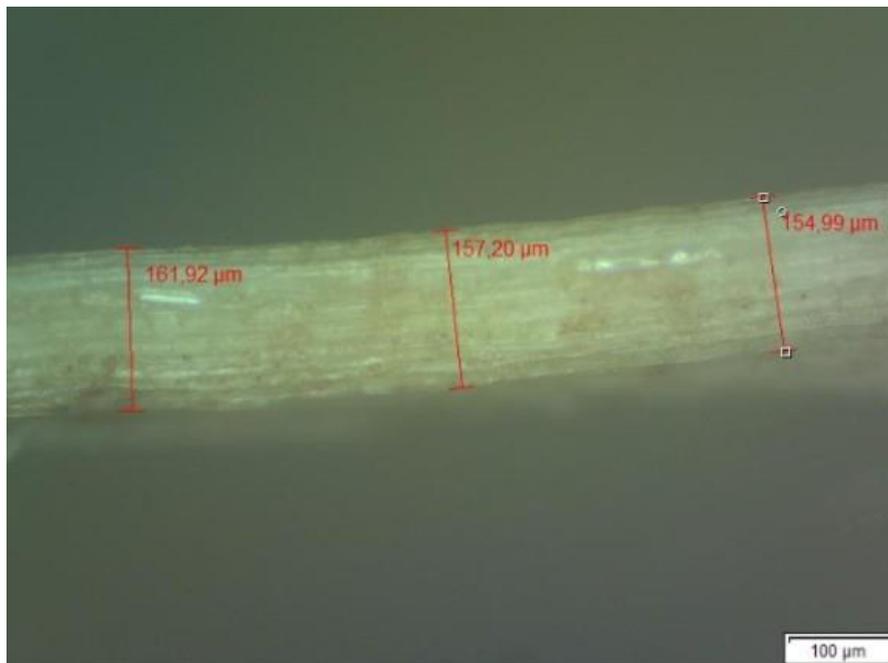


Figura 19 – Microscopia da fibra de sisal com diâmetro em 3 pontos.

De acordo com a Figura 20, as fibras foram categorizadas em seis faixas de diâmetro médio, revelando uma curva que exibe um comportamento semelhante ao de uma distribuição normal. Os dez intervalos de variação abrangidos pelas

100 fibras estão compreendidos entre o valor mínimo de diâmetro (0,06 mm) e o máximo (0,35 mm). Nota-se que o segundo intervalo registrou o maior número de fibras, situadas entre 0,09 mm e 0,12 mm, com uma frequência de 30 fibras. Em contrapartida, os intervalos oito (0,26 a 0,29 mm) e nove (0,29 a 0,32 mm) exibiram as menores frequências na distribuição, possivelmente devido à dificuldade em extrair fibras mais finas. Isso evidencia que quanto menor o diâmetro da fibra, maior é a dificuldade encontrada no desafio manual, sem ocorrência de rompimento. Por outro lado, as fibras mais espessas, situadas no intervalo dez (0,32 a 0,35 mm), apresentaram a segunda menor frequência.

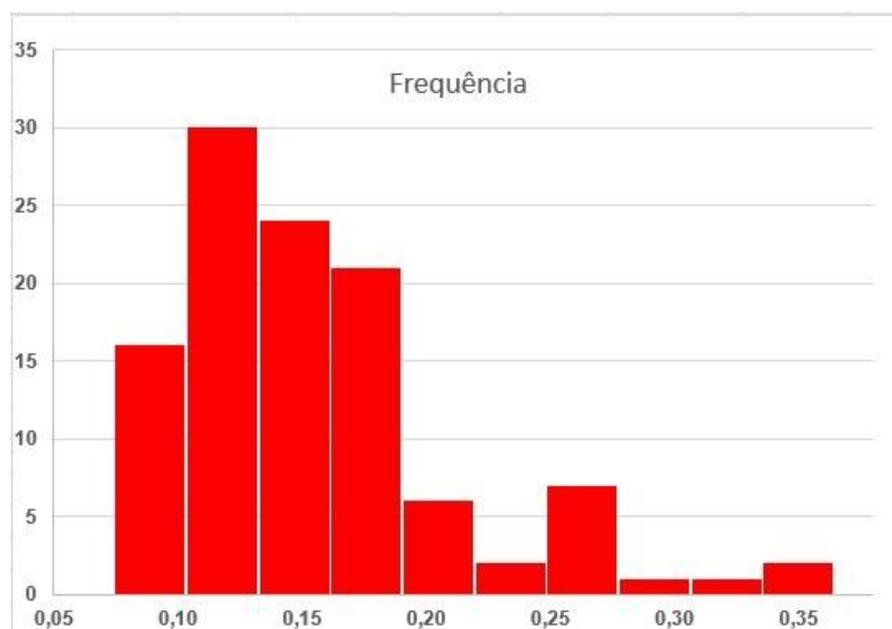


Figura 20 – Histograma da frequência por intervalo de diâmetro das fibra de sisal com diâmetro em 3 pontos.

Esse cenário pode estar relacionado à complexidade em desfiar fibras espessas as quais tendem a possuir maior quantidade de defeitos internos, rompendo-se com maior facilidade durante o processo. As fibras analisadas na distribuição de frequência exibiram um diâmetro médio de aproximadamente $\pm 0,14$ mm.

4.1.2 Estudo da densidade pela variação do diâmetro médio

Os valores de densidade obtidos por meio do princípio de Arquimedes em relação à faixa de diâmetro médio das fibras são apresentados na Tabela 11. É possível notar uma diminuição da densidade à medida que o diâmetro das fibras aumenta. Essa variação pode ser explicada pela redução dos defeitos internos nas fibras mais finas, o que contribui para uma maior compactação e conseqüentemente o aumento da densidade. A densidade média variou entre 01,08 a 1,48 g/cm³ ao longo das diferentes faixas de diâmetro analisadas.

Tabela 11 – Tabela de Densidade por Intervalo.

Intervalo (mm)	Densidade	Desvio Padrão (g/cm ³)
0,09 - 0,11	1,48	0,012964
0,11 - 0,16	1,39	0,032998
0,16 - 0,21	1,32	0,031820
0,21 - 0,25	1,27	0,030641
0,25 - 0,30	1,15	0,036534
0,30 - 0,35	1,08	0,035355

Com base nos dados representados na Tabela 11, procedeu-se à plotagem da curva de densidade para cada intervalo de diâmetro investigado, conforme mostrado na Figura 21. Em suma, foi evidente a redução da densidade à medida que o diâmetro médio das fibras aumenta.

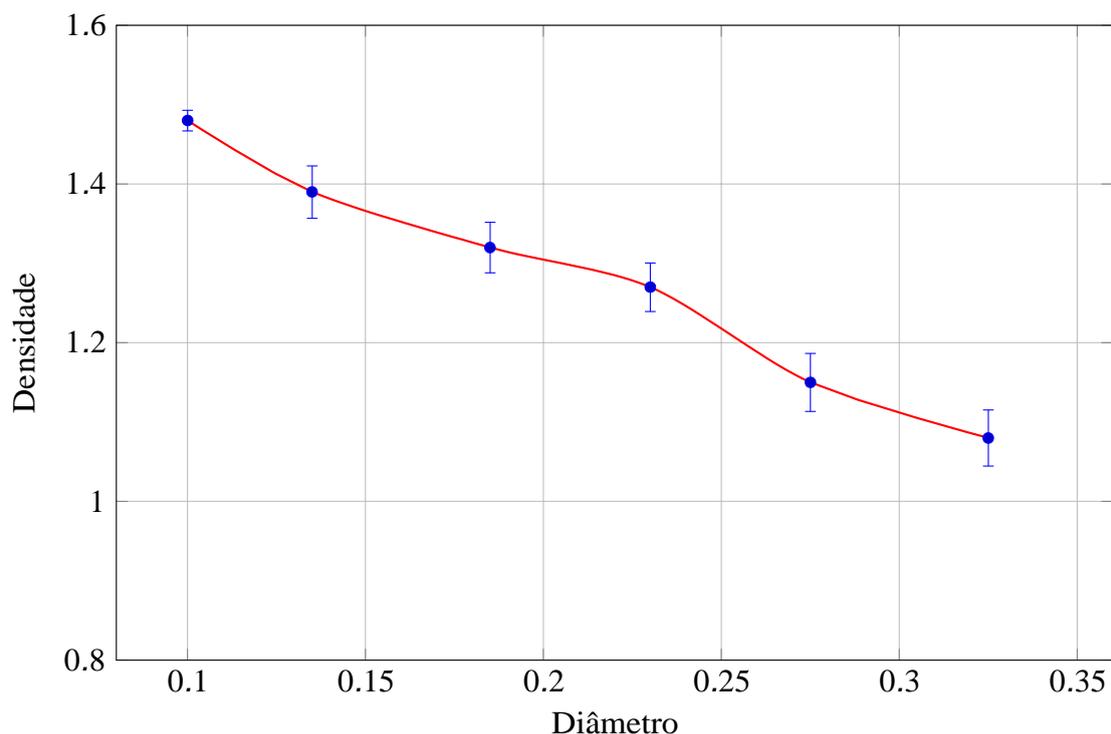


Figura 21 – Gráfico de densidade.

4.1.3 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de infravermelho exibem bandas de absorção singulares associadas a estiramentos ou deformações de grupos funcionais. As principais características da fibra de sisal evidenciadas pelo FTIR são os grupos químicos dos componentes pertinentes, como lignina, hemicelulose e celulose. A estrutura da lignina é caracterizada por grupos éter e acetato o que a define como um composto polifenólico. A Figura 22 ilustra o espectro da fibra de sisal.

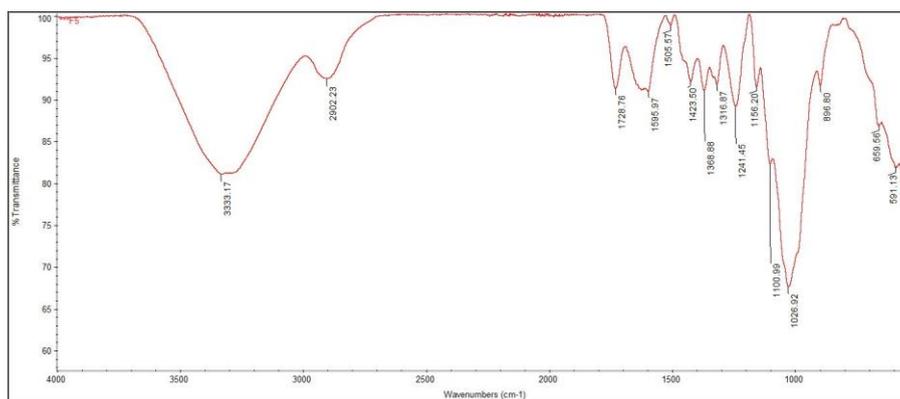


Figura 22 – Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier da Fibra de Sisal.

A banda de absorção entre 3300-3500 cm^{-1} é a maior encontrada, corresponde ao estiramento de OH (hidroxilas). A banda na faixa entre 2900-3000 cm^{-1} está relacionada com CH (carbono-hidrogênio), característica comum as macromoléculas encontradas nos componentes de celulose e hemicelulose presentes na fibra natural (78). A banda cerca de 1636-1750 cm^{-1} propriedades dos grupos funcionais, ácidos carboxílico, alifático e cetônico, regular na lignina e hemicelulose (79). A banda de 1241.45 cm^{-1} representa a deformação angular de CH(carbono-hidrogênio) (80). A banda de 1026.92 cm^{-1} representativo aos grupos dentro da celulose e alguns carboidratos (81). Por fim, a faixa de 896.80 cm^{-1} está relacionada as vibrações de ésteres e anéis aromáticos monossustituídos, atribuíveis à fração de lignina presente na fibra (82).

4.1.4 Moagem

A Figura 23 das fibras de sisal após o processo de moagem para redução de tamanho, sendo posteriormente peneiradas para garantir uma granulometria uniforme. A granulometria final das fibras de 180 micrômetros. Esse processo de moagem e peneiramento desempenha um papel importante na preparação das fibras para incorporação em matrizes, garantindo característica homogênea em todo o compósito.



Figura 23 – Pó da fibra de sisal.

4.1.5 Análise Térmicas

A Figura 24 a seguir apresenta os resultados dos ensaios termogravimétricos (TGA) e a sua derivada (DTG) realizados para as fibras de sisal. Na curva de TGA, consta três processos distintos de perda de massa. O primeiro processo, resultando em uma pequena variação de cerca de 4%, ocorre entre 50°C e 100°C devido à remoção da umidade. O segundo processo mostra uma variação acentuada após atingir 250°C devido à decomposição da lignina, hemicelulose e ligações celulósicas. Por fim, a terceira variação de massa ocorre por volta de 350°C, marcando a decomposição final dos resíduos e da celulose (83) (84).

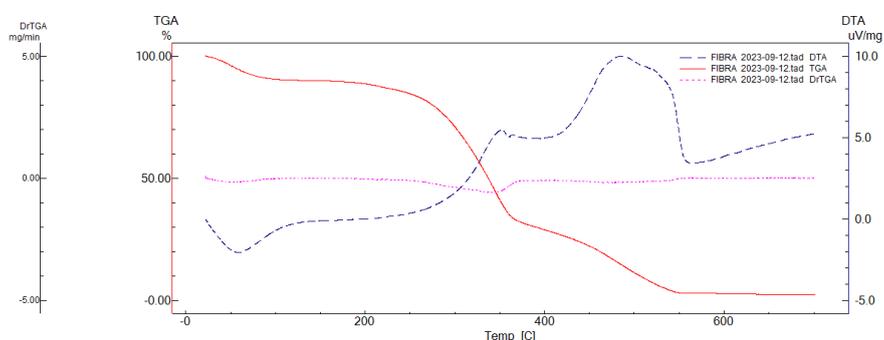


Figura 24 – Análise termogravimétrica Fibra de Sisal.

4.1.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As Figuras das micrografias 25, 26, 27 e 28 analisadas mostram que as fibras de sisal são compostas por filamentos longos com microfibrilas orientadas longitudinalmente que se entrelaçam formando uma estrutura complexa. Isso cria espaços intersticiais que contribuem para o volume do material. A parede celular apresenta uma textura irregular e áspera sendo composta principalmente por celulose, hemicelulose e lignina. Esses componentes desempenham um papel essencial na conferência de impermeabilidade e rigidez às fibras. Além disso, os filamentos exibem áreas de ruptura ao longo de sua extensão, resultantes do processo mecânico de desfibramento das folhas da planta *Agave Sisalana*, utilizado para a separação das fibras (85).

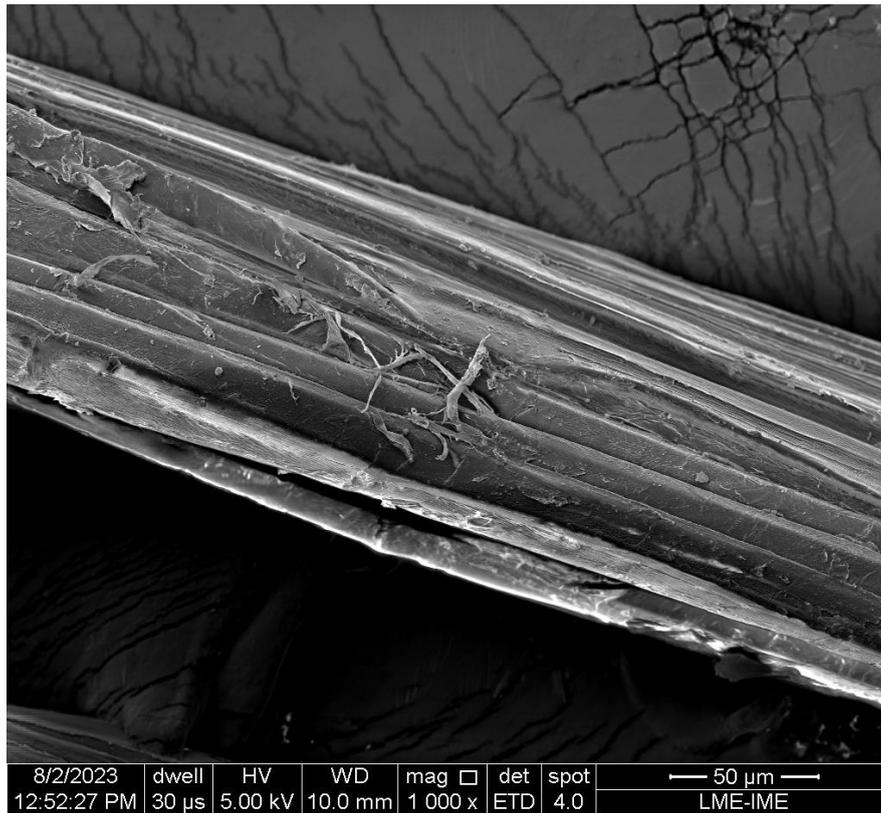


Figura 25 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 1000x.

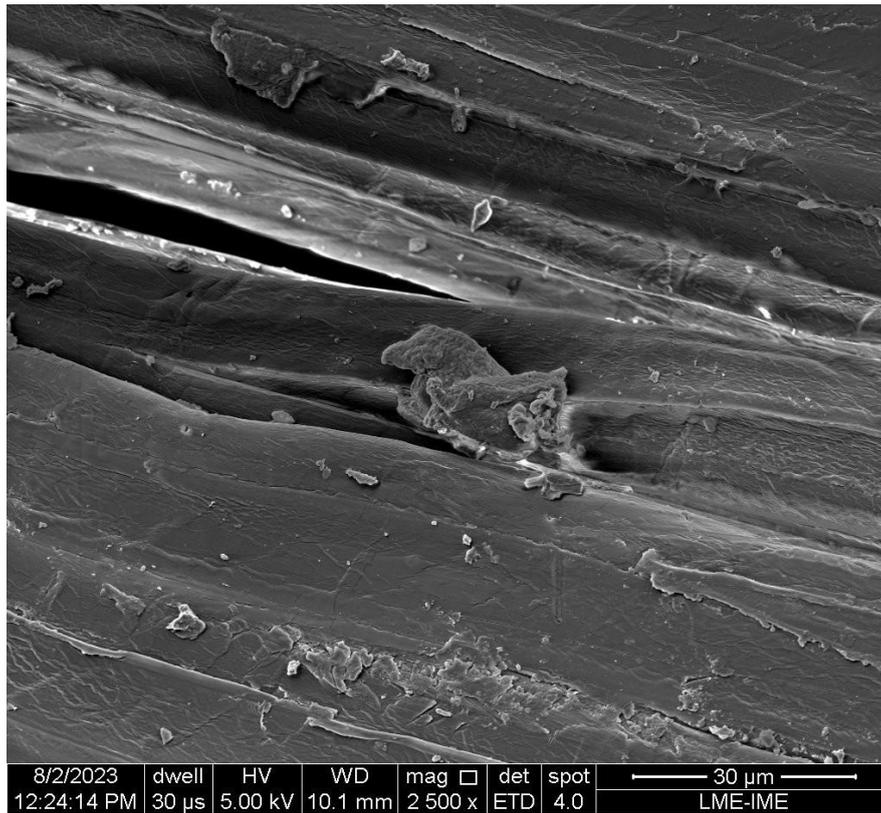


Figura 26 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 2500x.

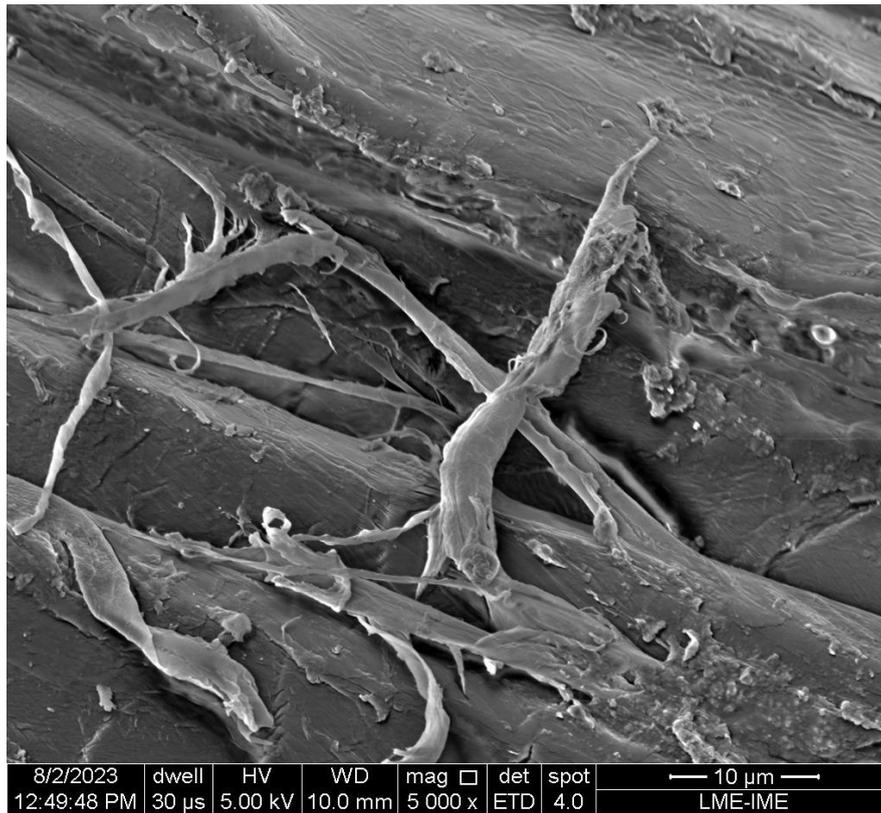


Figura 27 – Microscopia eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 5000x.

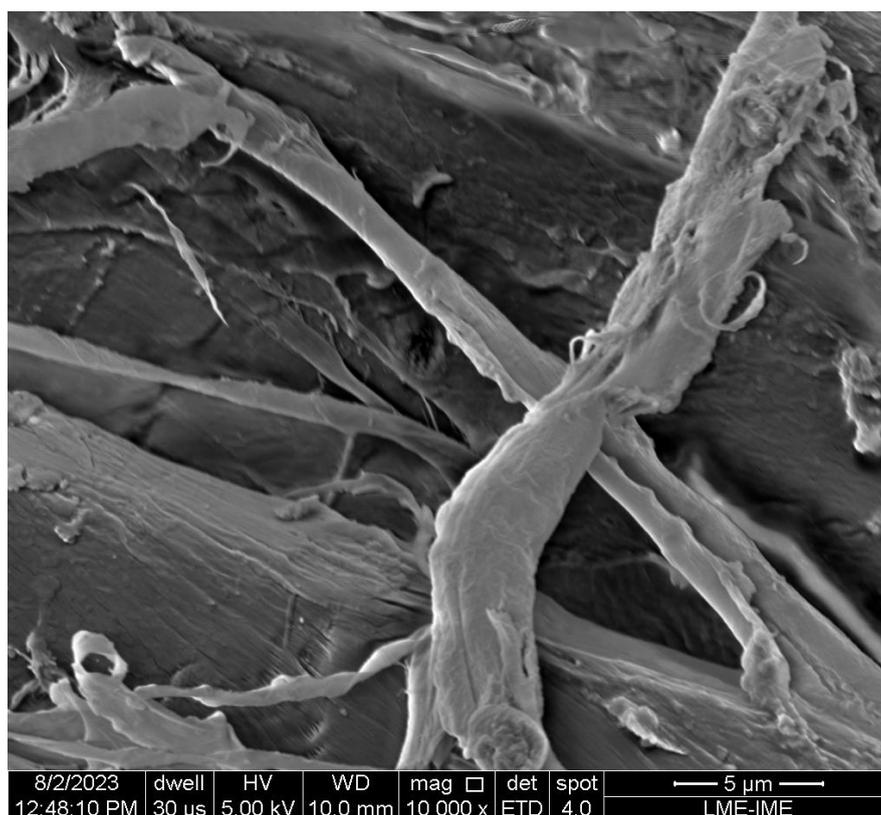


Figura 28 – Microscopia Eletrônica de Varredura da fibra de sisal aumento 10000x.

A análise das micrografias indicam que a fibra de sisal em seu estado natural apresenta células parenquimatosas. Em certas áreas da superfície é possível notar uma textura irregular e a presença de impurezas incrustadas. Esses aspectos são atribuídos à existência de resíduos, como óleos e ceras (86).

4.1.7 Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A Tabela 12, demonstra a composição química utilizando a técnica de energia dispersiva (EDS) durante a microscopia eletrônica de varredura. Constatou-se a presença dos elementos Carbono (C) e Oxigênio (O) na estrutura da parede celular das fibras de sisal.

Tabela 12 – Composição Elementar Obtida por EDS.

Elemento	em massa%	atômica%
C	7.87	41.48
O	5.93	23.49
Fe	2.30	2.61
N	0.99	4.47
Na	0.45	1.24
Si	0.10	0.23

Fonte: Autor.

4.1.8 Espectrometria por Fluorescência de Raios X (FRX)

Os resultados dessa análise na Tabela 13, apresentam a distribuição percentual dos compostos encontrados.

Tabela 13 – Porcentagem da composição dos compostos químicos que compõem a fibra de sisal.

Compostos	Teor
CaO	46,22%
K ₂ O	34,68%
Al ₂ O ₃	5,93%
SiO ₂	4,48%
P ₂ O ₅	1,92%
SO ₃	1,79%
WO ₃	1,70%
Ta ₂ O ₅	1,50%
Tb ₄ O ₇	0,51%
Fe ₂ O ₃	0,47%
Cr ₂ O ₃	0,44%
MnO	0,37%
Total	100,00%

Fonte: Autor.

A análise realizada por FRX demonstrou que o composto de Óxido de Cálcio (CaO) predomina na composição das fibras de sisal. Isso pode ser explicado

pelo fato de que o Óxido de Cálcio é derivado do Carbonato de Cálcio (CaCO_3), um composto inorgânico que se encontra na parede celular das fibras de sisal (87).

O potássio (K_2O) está associado às substâncias inorgânicas que não fazem parte da estrutura da parede celular. A parede celular é principalmente composta por celulose, hemicelulose e lignina. A quantidade e a proporção desses componentes variam de acordo com a espécie do material lignocelulósico, as condições climáticas e a qualidade do solo, representando geralmente entre 5,0 e 20,0% da biomassa (88).

Os elementos mais pesados, como, Alumínio (Al), Enxofre (SO_3), Ferro (Fe_2O_3) e Cromo (Cr_2O_3), cujas concentrações estão detalhadas na Tabela 13 são encontrados em quantidades reduzidas. Essas concentrações estão dentro dos limites estabelecidos pela NBR 10004, que define a toxicidade de resíduos perigosos. Desse modo a fibra de sisal analisada pode ser categorizada como um Resíduo Não Perigoso, Classe II B, considerado inativo (89).

4.1.9 Difração de Raio X (DRX)

A Figura 29 apresenta o difratograma da fibra de sisal evidenciando similaridade com o padrão de difração de outras fibras devido à sua composição. A análise das propriedades foram realizada com o auxílio do software Origin Pro que processou os dados do perfil de difração da fibra e ficha cristalográfica correspondente ao difratograma analisado foi determinada usando o software High Score Plus em conjunto com a ficha cristalográfica 00-056-1718 (Celulose beta) (90).

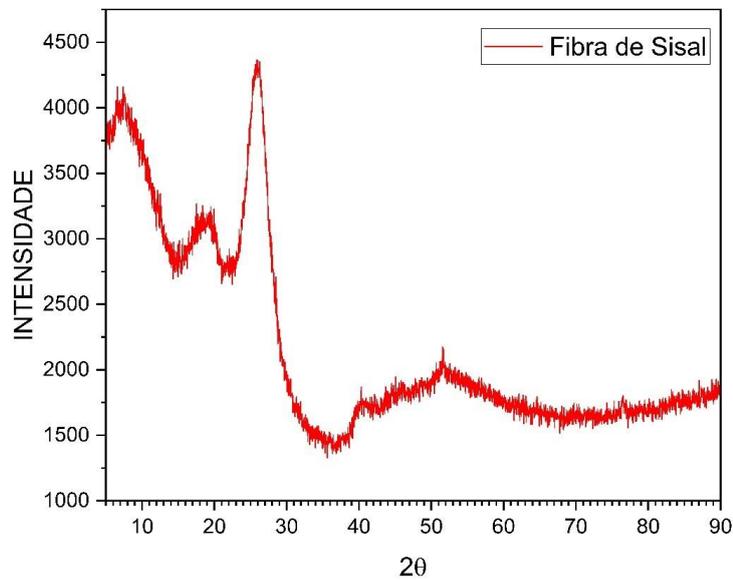


Figura 29 – Difratograma da Fibra de Sisal.

4.2 Cinzas Volantes

4.2.1 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 30 apresenta os espectros de absorção no infravermelho das cinzas volantes. A banda observada próximas de 1090 e 500 cm^{-1} foram associadas ao estiramento e às vibrações de flexão do grupo T-O (T-Si e Al) em 1061 cm^{-1} . Ademais, foi possível identificar as bandas correspondentes ao SiO_2 e Al_2O_3 em comprimentos de onda de 769 cm^{-1} e 693 cm^{-1} , respectivamente (91).

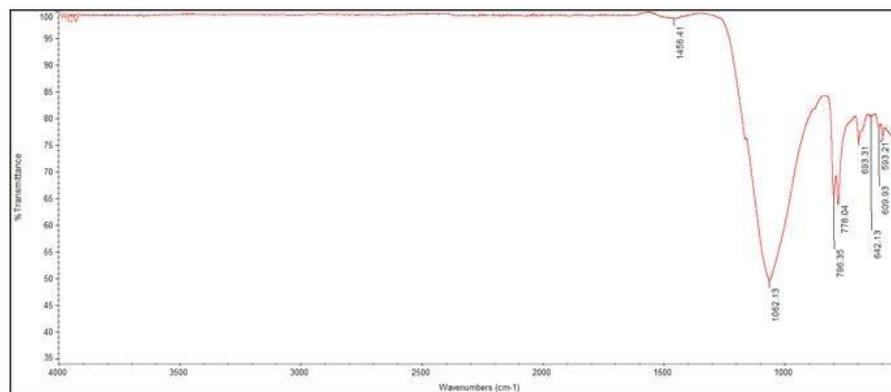


Figura 30 – Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier da Cinza Volante.

4.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises realizadas nas micrografias demonstradas nas Figuras 31 e 32 mostram as cinzas volantes. Observa-se que o material foi composto por partículas de tamanho variado. As partículas angulares, podem proporcionar maior resistência mecânica a certos tipos de concreto em comparação com agregados arredondados. Observa-se que as partículas estão passando pelo processo de gelificação para formar o geopolímero (92) (93).

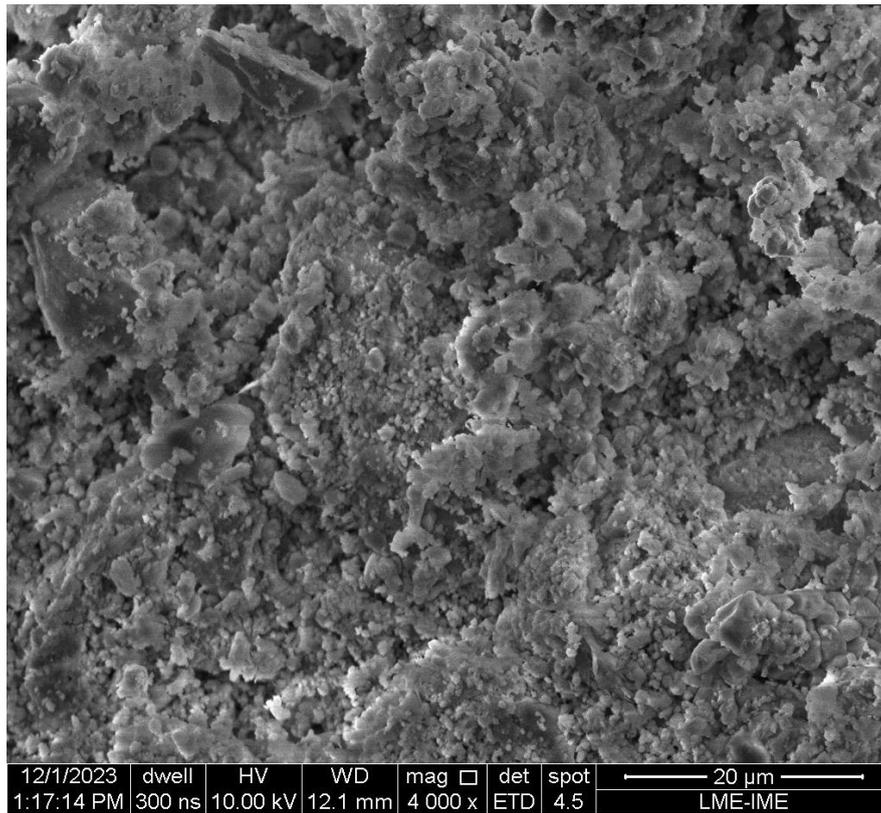


Figura 31 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Cinzas Volantes. Aumento 4000x.

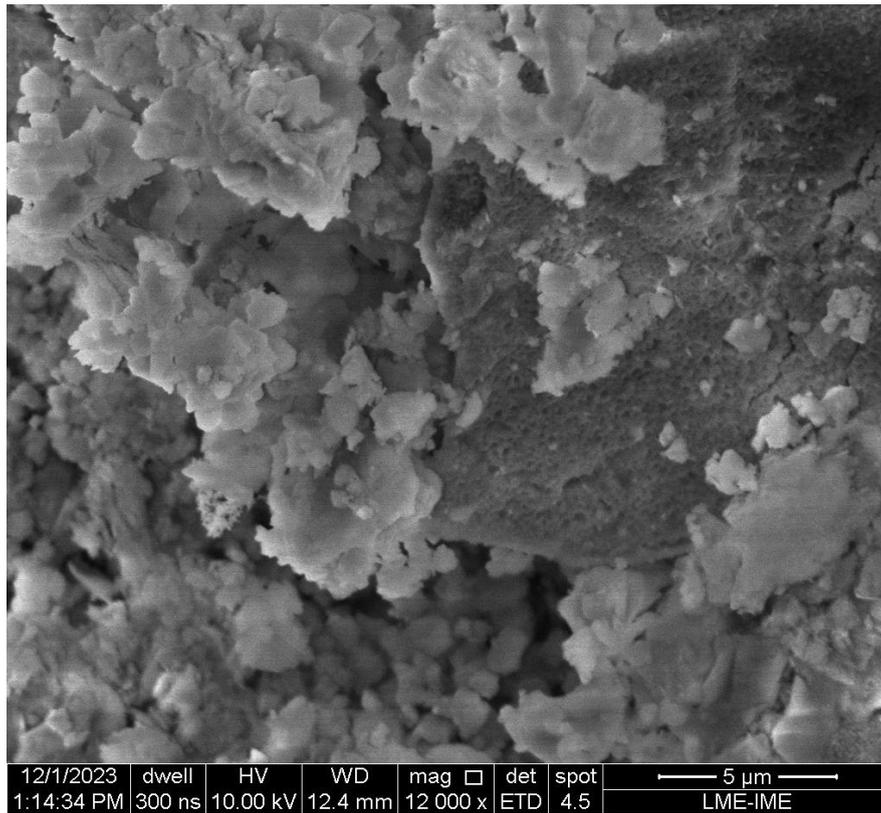


Figura 32 – Microscopia Eletrônica de Varredura das Cinzas Volantes. Aumento 12000x.

4.2.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

A caracterização química realizada por meio da técnica EDS apresentou uma composição química similar a análise por FRX, conforme a Tabela 14

Tabela 14 – Composição elementar das cinzas volantes obtida por EDS.

Elemento	em massa%	atômica%
Si	44.75	42.37
O	29.03	48.25
Al	3.85	3.80
C	1.24	2.74

Fonte: Autor.

Observa-se a variação dessa composição em virtude das partículas individuais originárias de diferentes processos de queima do carvão mineral nas termelétricas. Essa variação demonstra a relevância da composição dos materiais iniciais para uma melhor e mais precisa compreensão dos mecanismos envolvidos na geopolimerização (94).

4.2.4 Fluorescência de Raio X (FXR)

A Tabela 15, apresenta a composição química da cinza volante, em porcentagem mássica dos respectivos óxidos.

Tabela 15 – Porcentagem da composição dos elementos químicos que compõem as cinzas volantes.

Compostos	Teor
SiO ₂	55,90%
Al ₂ O ₃	21,13%
SO ₃	5,87%
Fe ₂ O ₃	5,69%
CaO	5,06%
MgO	2,50%
K ₂ O	2,30%
TiO ₂	1,55%
Total	100,00%

Fonte: Autor.

Os resultados obtidos na análise revelam valores significativos para o teor de silício e alumínio, atingindo 55,90 e 21,13%, respectivamente. Além disso, a amostra apresenta um teor considerável de óxidos de ferro, correspondendo a 5,69%.

Para a classificação da cinza volante, quantificar os teores de sílica, alumina e hematita são cruciais. Quando esses valores ultrapassam 70%, a cinza volante é classificada como classe F, caso contrário, é classificada como classe C (95) (96). Por esse motivo a natureza da cinza volante utilizada foi confirmada como classe F, uma vez que a soma dos teores de sílica, alumina e hematita atingiram 82,72%.

4.2.5 Difração de Raio X (DRX)

No difratograma apresentado na Figura 33 da cinza volante observa-se uma série de picos de difração ligados às fases cristalinas que têm origem no carvão ou que se formam durante a queima desse material nas usinas termelétricas (91).

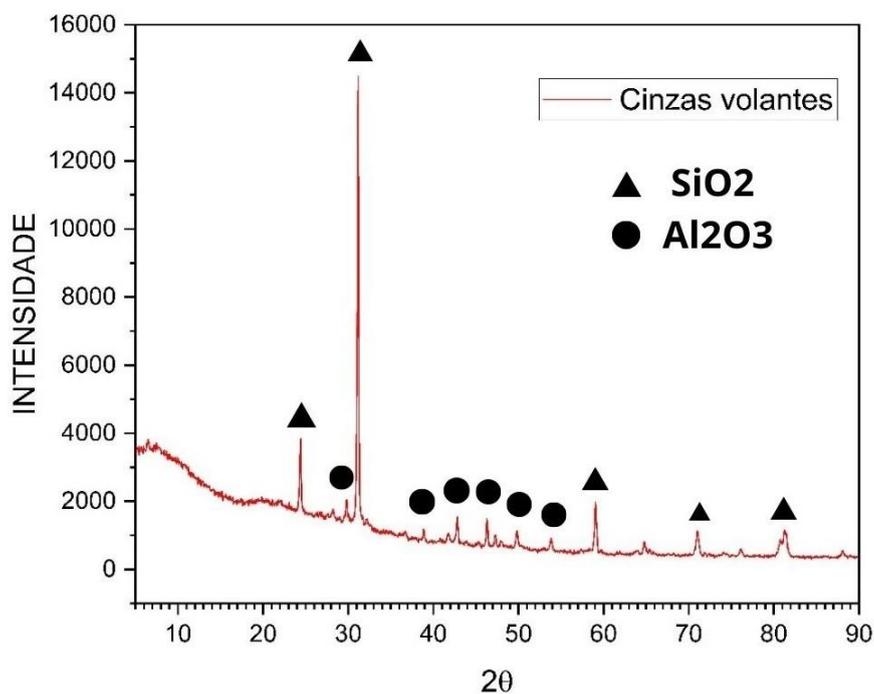


Figura 33 – Difratograma da Cinza Volante.

Os dados do perfil de difração da cinza volante foram processados pelo software Origin Pro para a análise das propriedades. As fichas cristalográficas correspondentes ao difratograma foi originado pelo software High Score Plus. Os picos associados a diferentes fases cristalinas são, quartzo e mulita, conforme as fichas cristalográficas 01-085-07995 (SiO₂) e 01-077-2135 (Al₂O₃), respectivamente. Os picos de quartzo são os mais intensos, seguidos pela presença secundária de mulita. Essa constatação foi combinada com os resultados do FRX revelando valores significativos de SiO₂ e Al₂O₃. Contudo a presença de outros compostos como hematita, calcita, entre outros, não podem ser descartadas devido à intensidade dos picos de quartzo que podem mascarar outros picos.

4.3 Metassilicato de Sódio

4.3.1 Fluorescência de Raios X (FRX)

Os resultados da análise por fluorescência de raios X do metassilicato de sódio são apresentados na Tabela 16 .

Tabela 16 – Porcentagem da composição dos elementos químicos que compõem o metassilicato de sódio.

Compostos	Teor
Na ₂ O	49,13%
SiO ₂	45,51%
Cl	2,19%
K ₂ O	1,52%
Al ₂ O ₃	1,24%
IMPUREZA	0,42%
Total	100,00%

Fonte: Autor.

A técnica de FRX revelou a presença de diferentes elementos na amostra com destaque para o silício (Si), sódio (Na) e oxigênio (O), conforme observado nos picos característicos. Ademais foram identificados traços de elementos como alumínio (Al), potássio (K) e ferro (Fe) indicando possíveis impurezas.

4.4 Compósito

4.4.1 Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier(FTIR)

Os compósitos gerados por meio da geopolimerização desempenham um papel essencial na consolidação das propriedades similares às do cimento no material exercendo um impacto direto nas características macroestruturais. A análise dos espectros de absorção de radiação infravermelha é fundamental para identificar a formação do gel de aluminossilicato, que é o principal produto da reação. Conforme as Figuras 34, 35 e 36 as análises foram conduzidas nas pastas para investigar esses aspectos.

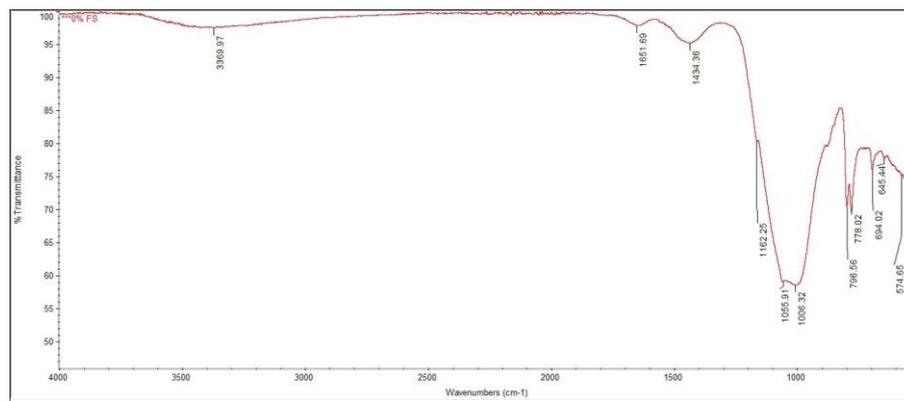


Figura 34 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho do Compósito 0% de Fibra de Sisal.

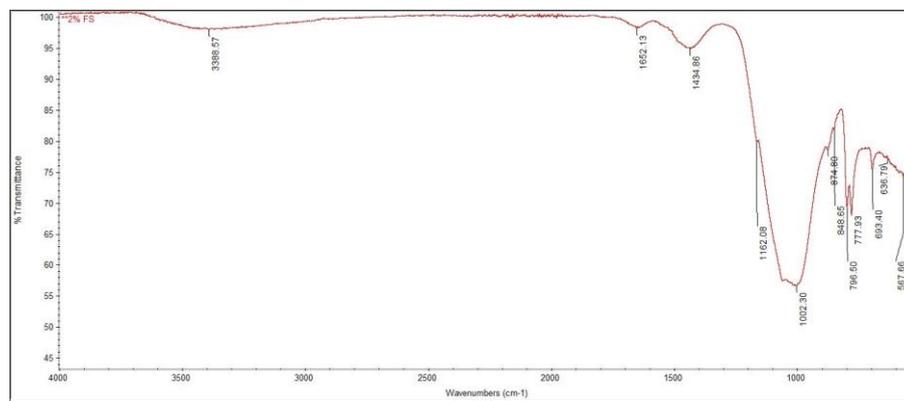


Figura 35 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho do Compósito 2% de Fibra de Sisal.

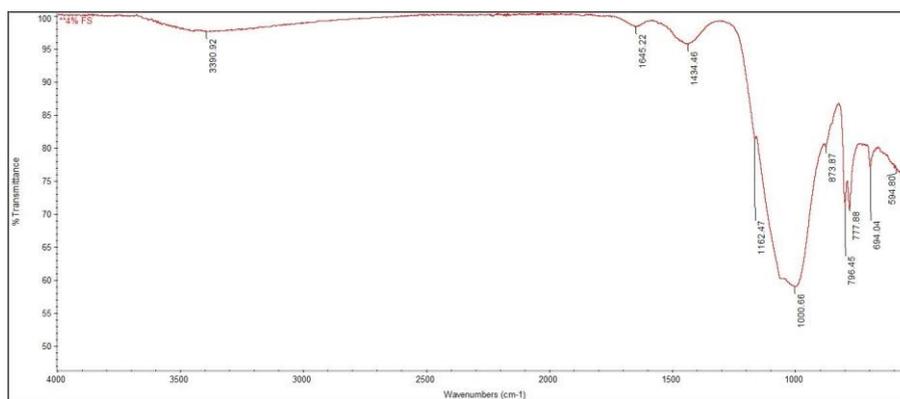


Figura 36 – Espectros de Absorção de Radiação Infravermelho (FTIR) Compósito 4% de Fibra de Sisal.

Em destaque aos espectros das pastas com adição de 0, 2 e 4% de fibra de sisal, nota-se a aparição a banda principal desses espectros, a qual varia entre 1.000 cm^{-1} e 1.022 cm^{-1} e está relacionada às ligações Si - O - T (T - Si ou Al) presentes no gel N - A - S - H (aluminossilicato de sódio hidratado). O deslocamento do número de onda do Si - O - Si para a direita (indicando um número de onda menor) sugere a quebra das ligações Si - O e a formação de novas ligações Si durante o processo de geopolimerização e formação dos compósitos (97). Essa comparação pode ser feita ao observar os números de onda da banda principal da matéria-prima, conforme mostrados no item 4.2.1. Assim, as pastas de cinzas volantes apresentam números de onda mais baixos que indicam uma maior formação de gel de aluminossilicato.

Os picos identificados entre 770 cm^{-1} e 797 cm^{-1} estão associados à ligação Si - O - Si da sílica (98). A presença de carbonatação nas amostras é evidenciada pela banda em torno de 1.434 cm^{-1} , que corresponde à vibração da ligação C - O dos carbonatos (99). Frequentemente nota-se a formação de sais alcalinos, especialmente carbonatos de sódio nesses materiais sobretudo na camada superficial em contato com o ácido carbônico presente na atmosfera (100).

As bandas identificadas entre 3.369 cm^{-1} e 3.388 cm^{-1} , assim como entre 1.651 cm^{-1} e 1.646 cm^{-1} , estão ligadas às vibrações do grupo O - H da água molecular e estrutural presente nas amostras (99).

4.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises das microscopias apresentadas nas Figuras 37, 38, 39, 40, 41 e 42 do compósito geopolimérico com 0, 2 e 4%, respectivamente mostrou uma boa adesão entre as fibras de sisal e a matriz geopolimérica, evidenciada pela ausência de espaços vazios e lacunas entre as fibras e a matriz. Uma melhora na adesão efetiva pode ser atribuída a distribuição uniforme das fibras na matriz e tratamentos de superfície.

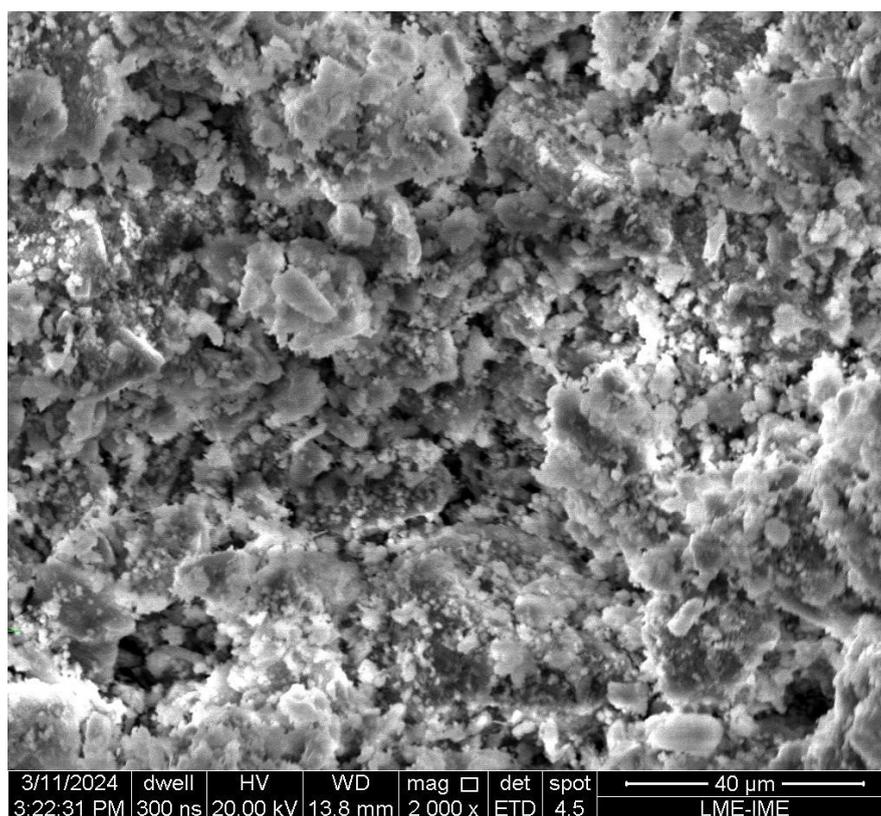


Figura 37 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica sem a Fibra de Sisal. Aumento de 2000x.

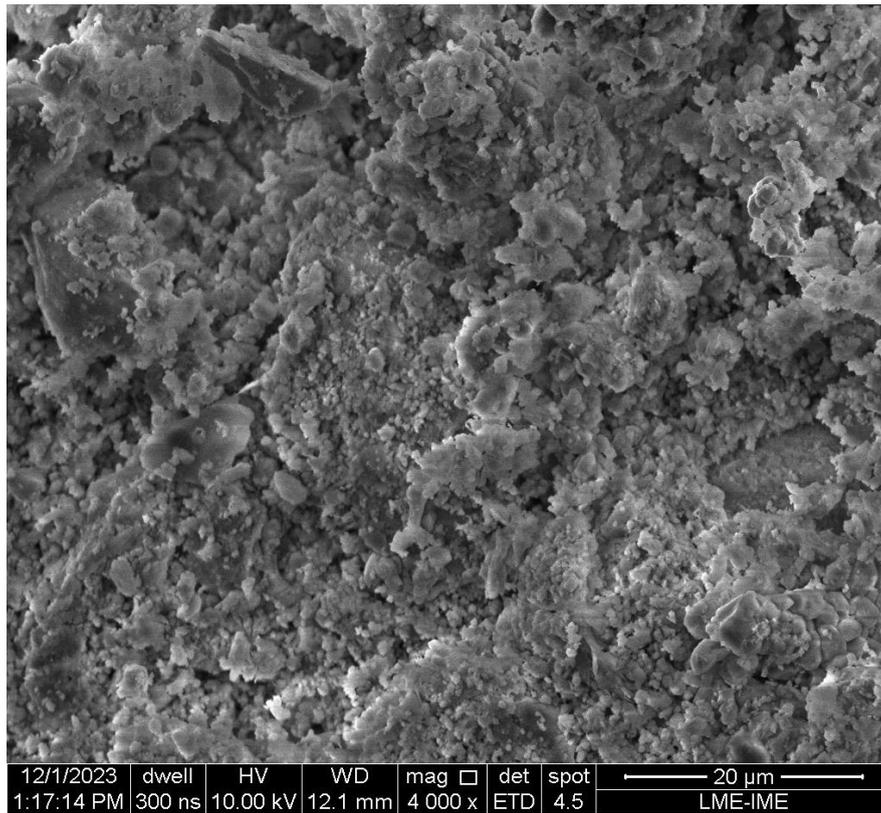


Figura 38 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica sem Fibra de Sisal. Aumento de 4000x.



Figura 39 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 2% Fibra de Sisal. Aumento de 300x.

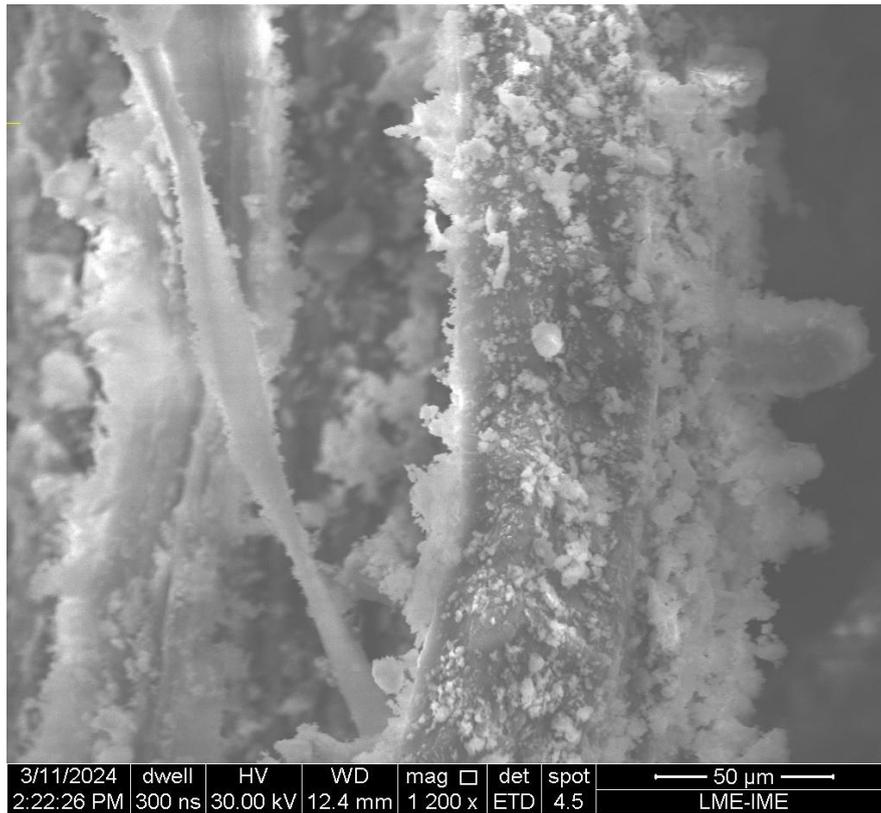


Figura 40 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 2% de Fibra de Sisal. Aumento de 1200x.



Figura 41 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 4% de Fibra de Sisal. Aumento de 500x.

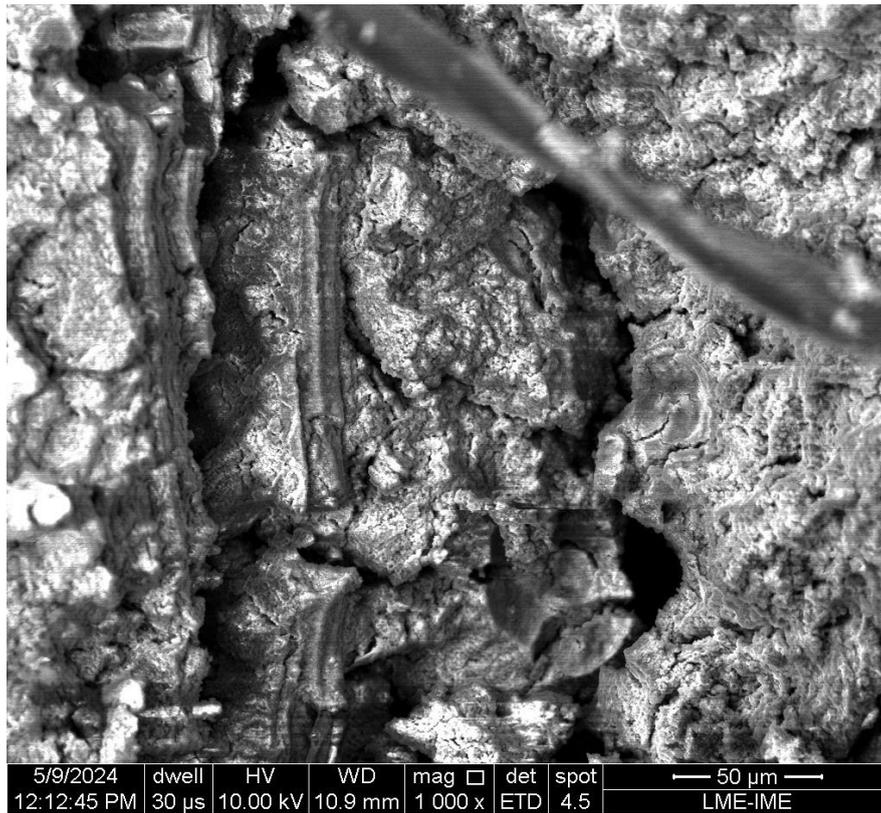


Figura 42 – Microscopia Eletrônica de Varredura Pasta Geopolimérica com 4% de Fibra de Sisal. Aumento de 1000x.

4.4.3 Difração de Raio X (DRX)

O difratograma demonstrado na Figura 43 evidencia os padrões de difração dos compósitos geopolimérico reforçados com 0, 2 e 4% de fibra de sisal. A análise dos padrões de DRX apresentam a distribuição e a quantidade de fases cristalinas presentes, (SiO_2) e (Al_2O_3).

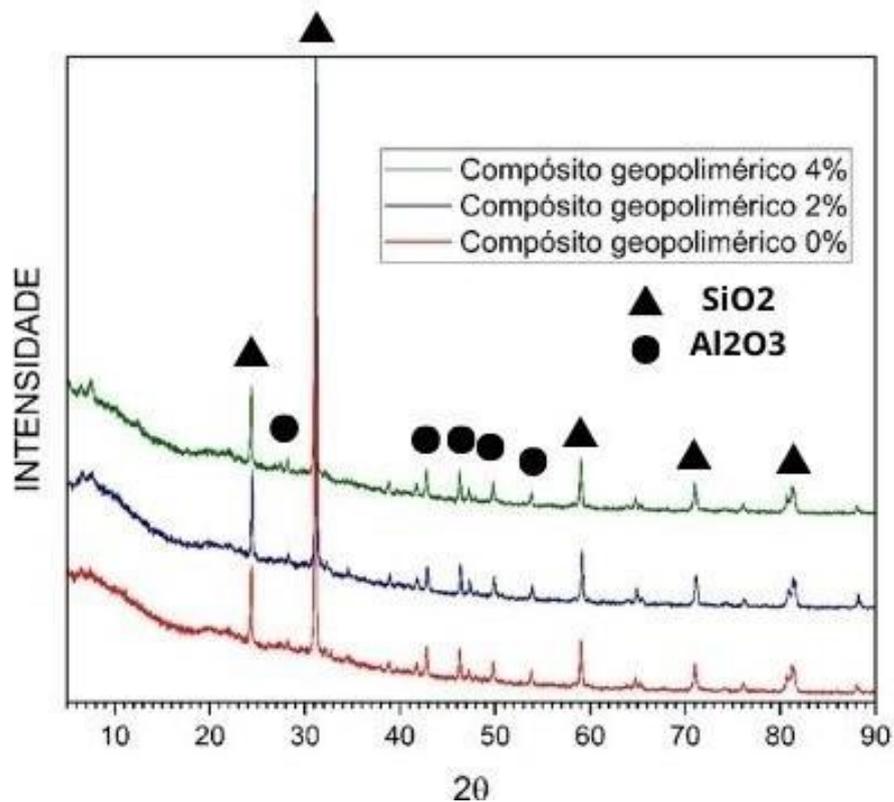


Figura 43 – Difratograma dos Compósitos Geopoliméricos com 0, 2 e 4% de Fibra de Sisal.

4.4.4 Ensaio de Compressão

Os resultados encontrados mostram a progressão da resistência à compressão de pastas geopoliméricas em diferentes porcentagens de fibras de sisal 0, 2 e 4% ao longo de 7, 14 e 21 dias de cura. A análise apresenta como as fibras de sisal influenciam a resistência mecânica do material geopolimérico (101) (102).

A Tabela 17, evidencia que na adição de 2% de fibras é notório a melhora da resistência à compressão e aumento da resistência em aproximadamente 65% em comparação a amostra sem fibras. Ademais, quando adicionado 4% de fibras, nota-se um aumento cerca de 140%, em relação à amostra sem fibras .

Tabela 17 – Resistência à compressão de pastas geopoliméricas de cinzas volantes com diferentes composições após 7 dias de cura.

Corpo de Prova	Tempo de Cura	Resistência à compressão (MPa)
CP0%	7 Dias	3,80
CP0%	7 Dias	7,90
CP0%	7 Dias	8,30
CP2%	7 Dias	11,50
CP2%	7 Dias	10,40
CP2%	7 Dias	11,20
CP4%	7 Dias	14,00
CP4%	7 Dias	16,00
CP4%	7 Dias	18,00

Após 14 dias todos os CP demonstraram um aumento na resistência à compressão conforme apresentados na Tabela 18. O CP com 2% de fibras de sisal apresenta uma resistência 90% maior do que a amostra sem fibras. Os CP com 4% de fibras permanece com a maior resistência, com um aumento próximo de 136% em relação aos corpos de prova sem fibras.

A Tabela 19 com 21 dias, permanece com o aumento da resistência. Os CP com 2 e 4% de fibras de sisal apresentaram resistências significativamente superiores aos sem fibras.

Tabela 18 – Resistência à compressão das pastas geopoliméricas de cinzas volantes após 14 dias de cura.

Corpo de Prova	Tempo de Cura	Resistência à compressão (MPa)
CP0%	14 Dias	6,40
CP0%	14 Dias	9,30
CP0%	14 Dias	6,30
CP2%	14 Dias	9,70
CP2%	14 Dias	15,50
CP2%	14 Dias	16,60
CP4%	14 Dias	18,00
CP4%	14 Dias	16,40
CP4%	14 Dias	17,50

Tabela 19 – Resistência à compressão das pastas geopoliméricas de cinzas volantes após 21 dias de cura.

Corpo de Prova	Tempo de Cura	Resistência à compressão (MPa)
CP0%	21 Dias	7,30
CP0%	21 Dias	7,80
CP0%	21 Dias	9,40
CP2%	21 Dias	14,70
CP2%	21 Dias	14,20
CP2%	21 Dias	16,00
CP4%	21 Dias	19,40
CP4%	21 Dias	18,60
CP4%	21 Dias	18,90

As Figuras 44, 45, 46 apresentam os gráficos de desvio padrão referente a resistência à compressão. Observa-se nos menores desvios padrão a consistência dos resultados evidenciando nas amostras com 4% de fibras sugerindo uma distribuição mais uniforme das fibras na matriz geopolimérica.

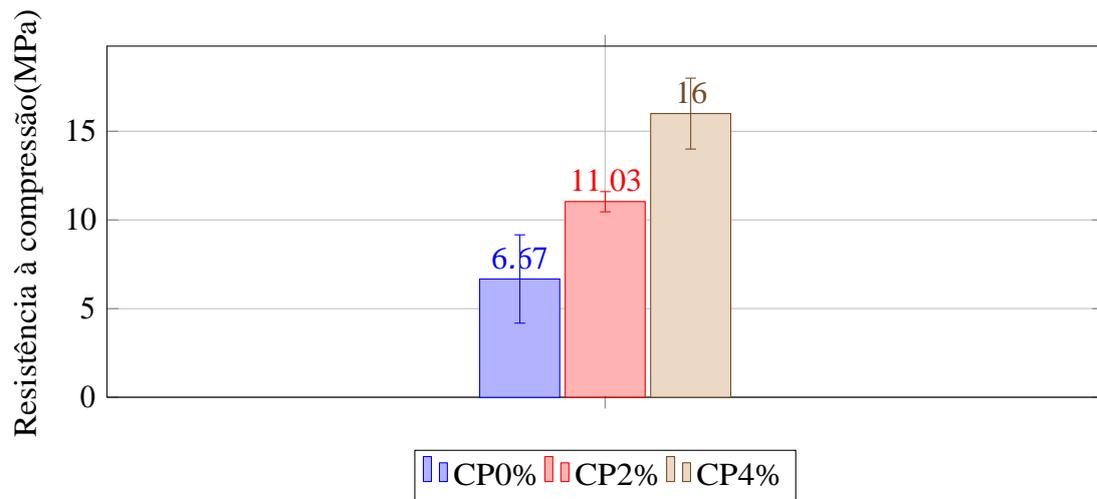


Figura 44 – Resistência à compressão após 7 dias de cura.

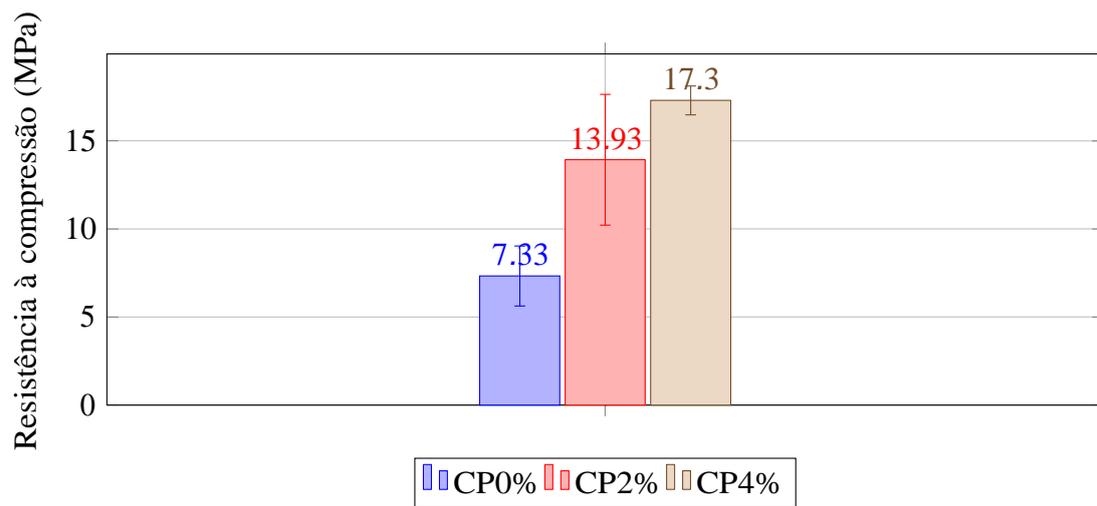


Figura 45 – Resistência à compressão após 14 dias de cura.

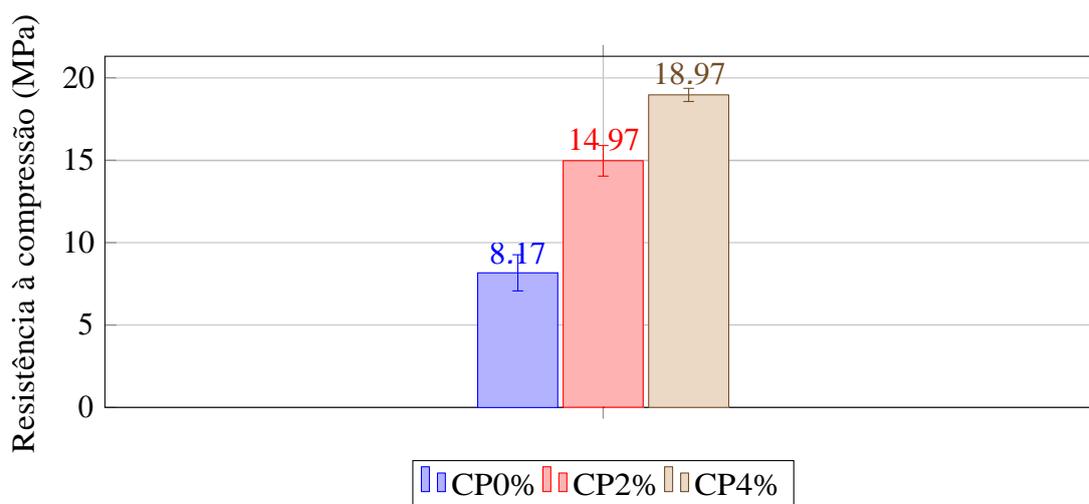


Figura 46 – Resistência à compressão após 21 dias de cura.

Os CP's com 0 e 2% de fibras de sisal apresentam desvios padrão mais elevado em períodos de cura mais curtos o que pode indicar maior variabilidade e menor consistência nos resultados. Entre tanto, os corpos de prova com 4% de fibra apresentaram desvios padrão menores, principalmente após os 14 e os 21 dias destacando a importância de uma quantidade significativa de fibras para alcançar uma distribuição mais homogênea e uma matriz geopolimérica mais coesa. Essas observações ressaltam a eficiência das fibras de sisal em aprimorar a resistência mecânica e também a uniformidade estrutural das pastas geopoliméricas.

Após os ensaios de compressão foram observadas nas figuras 47, 48,49,50, 51, 52, 53, 54 e 55 fissuras nas pastas geopoliméricas com tempos de cura de 7, 14 e 21 dias. Nas pastas geopoliméricas sem fibras, as fissuras apresentaram-se mais numerosas e distribuídas de forma irregular indicando fragilidade na matriz. Nas pastas com 2% de fibra de sisal as fissuras foram menos pronunciadas sugerindo uma melhora na coesão da matriz devido à presença das fibras. Por fim, nas pastas com 4% de fibra de sisal as fissuras foram mais controlada, indicando a eficácia das fibras na melhoria da resistência e na distribuição das tensões internas.

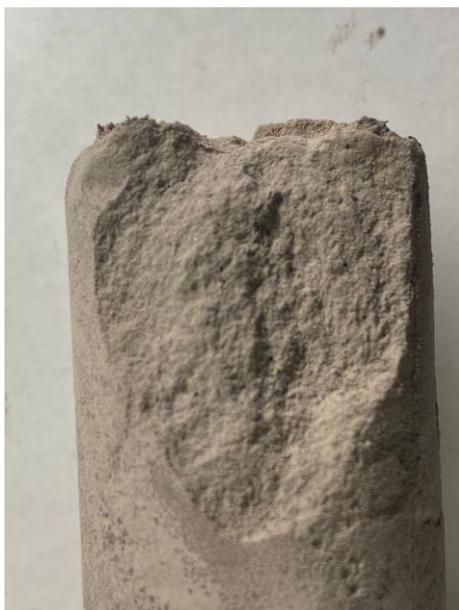


Figura 47 – Fratura da Pasta Geopolimérica após 7 dias de cura.



Figura 48 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 7 dias de cura.



Figura 49 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 7 dias de cura.



Figura 50 – Fratura da Pasta Geopolimérica após 14 dias de cura.



Figura 51 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 14 dias de cura.



Figura 52 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 14 dias de cura.



Figura 53 – Fratura da pasta geopolimérica após 21 dias de cura.



Figura 54 – Fratura da pasta geopolimérica com 2% de fibra de sisal após 21 dias de cura.



Figura 55 – Fratura da pasta geopolimérica com 4% de fibra de sisal após 21 dias de cura.

4.5 Conclusão

A pesquisa permitiu a elaboração de geopolímeros à base de cinzas volantes oriundo de resíduo industrial proveniente da queima de carvão mineral ativados com metassilicato de sódio. A síntese dos geopolímeros em faixas de razão de 2,6 sucedeu em materiais com boa resistência mecânica à compressão. O desempenho da pasta com reforço com 4% de fibra de sisal foi significativamente superior em todos os tempos de cura analisados. A resistência à compressão do CP4% foi, em média, mais de 130% maior em relação à pasta sem o reforço, e 25% a 45% superior ao geopolímero reforçado com 2% de fibra. Esses resultados demonstram que a adição de 4% melhora a resistência ao longo do tempo, mas também proporciona um ganho substancial em comparação com concentrações menores de fibra.

Estes resultados evidenciados na pesquisa foram promissores para a aplicação de geopolímeros reforçados com fibras naturais em compósitos empregados nos setores da construção civil. Tal compósito logrou com êxito quando submetido a cargas compressivas, demonstrando que a pasta possui uma resistência mecânica

e durabilidade acentuada, tal como, quesitos essenciais para o manutenção das construções civis.

Em virtude a pesquisa recomenda-se a realização de estudos adicionais para explorar a influência de outros tipos de fibras naturais em diferentes proporções, bem como a avaliação de outras propriedades mecânicas e de durabilidade dos materiais geopoliméricos com vistas ao manutenção ou acréscimo das propriedades mecânicas.

REFERÊNCIAS

- 1 DAVIDOVITS, J. Properties of geopolymer cements. In: KIEV STATE TECHNICAL UNIVERSITY KIEV, UKRAINE. *First international conference on alkaline cements and concretes*. [S.l.], 1994. v. 1, p. 131–149.
- 2 GRABIAS-BLICHARZ, E.; FRANUS, W. A critical review on mechanochemical processing of fly ash and fly ash-derived materials. *Tribology International*, v. 142, p. 106239, 2020.
- 3 DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic polymeric new materials. *Journal, Thermal Analysis*, 1991.
- 4 DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J.; LUKEY, G.; PALOMO, A.; DEVENTER, J. V. Geopolymer technology: The current state of the art. *Journal of Materials Science*, v. 42, p. 2917–2933, 2007.
- 5 JOHN, M. J.; THOMAS, S. Biofibers and biocomposites. *Carbohydrate Polymers*, v. 71, p. 343–364, 2008.
- 6 MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G. Biofibres, biodegradable polymers and bio-composites: An overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, v. 276/277, p. 1–24, 2000.
- 7 ALVES, L. C. d. S. et al. Geopolímero à base de metacaulim com adição de fibras de sisal. Universidade Federal de Uberlândia, 2018.
- 8 SOUZA, L. O. S. d. Análise do reforço à flexão com fibras de carbono em vigas de concreto armado: abordagem numérica. *Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia Civil*, 2020.
- 9 BARROS, C. G.; SOUZA, H. K 2007: surfando na onda verde.
- 10 GONÇALVES, D. *Síntese e Caracterização de Cimentos Geopoliméricos Comerciais*. Dissertação (Dissertação de Mestrado), Belo Horizonte, 2016.
- 11 ASTM International. *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete*. West Conshohocken, PA, 2019.
- 12 FARUK, O.; BLEDZKI, A. K.; FINK, H.-P.; SAIN, M. Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000–2010. *Progress in Polymer Science*, Elsevier, v. 37, n. 11, p. 1552–1596, 2012.

- 13 MONTEIRO, S. N.; LOPES, F. P. D.; BARBOSA, A. P.; BEVITORI, A. B.; SILVA, I. L. A. D.; COSTA, L. L. D. Natural lignocellulosic fibers as engineering materials-an overview. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 42, n. 10, p. 2963–2974, 2011.
- 14 REIS, R. H. M.; NUNES, L. F.; OLIVEIRA, M. S.; JUNIOR, V. F. d. V.; FILHO, F. D. C. G.; PINHEIRO, M. A.; CANDIDO, V. S.; MONTEIRO, S. N. Guaruman fiber: another possible reinforcement in composites. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 9, n. 1, p. 622–628, 2020.
- 15 CALLISTER, W. D. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 10th. ed. [S.l.]: Wiley, 2018. ISBN 978-1119405498.
- 16 FREITAS, C. M. d.; BARCELLOS, C.; ASMUS, C. I. R. F.; SILVA, M. A. d.; XAVIER, D. R. Da samarco em mariana à vale em brumadinho: desastres em barragens de mineração e saúde coletiva. *Cadernos de Saúde Pública*, SciELO Brasil, v. 35, 2019.
- 17 SILVA, N. da; JUNQUEIRA, V. C. A.; SILVEIRA, N. F. de A.; TANIWAKI, M. H.; GOMES, R. A. R.; OKAZAKI, M. M. *Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos e água*. [S.l.]: Editora Blucher, 2017.
- 18 PROVIS, J. L.; BERNAL, S. A. Geopolymers and related alkali-activated materials. *Annual Review of Materials Research*, Annual Reviews, v. 44, p. 299–327, 2014.
- 19 GARCIA, M. da S.; SOUZA, R. V. G. de. Reflexões preliminares sobre a utilização do bim junto à simulação computacional para eficiência energética de edificações; preliminary reflections about the use of bim for buildings energy efficiency computational simulation; reflexiones preliminares acerca de la utilización del bim junto a la simulación.
- 20 CASTRO, P. B. d. Avaliação do comportamento mecânico e da durabilidade de argamassas álcali-ativadas para uso como material de reparo. Escola Politécnica.
- 21 BORGES, P. H. R.; LOURENÇO, T. M. d. F.; FOUREAUX, A. F. S.; PACHECO, L. S. Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento portland composto (cp ii). *Ambiente Construído*, SciELO Brasil, v. 14, p. 153–168, 2014.
- 22 SECCO, M. P. Estudo da utilização de um cimento alcalino híbrido para estabilização de base de fundações superficiais. 2020.

- 23 SOUZA, M. A. A. d. *Deposição de materiais metálicos em pó a laser baseado em controle por visão computacional e aprendizagem de máquina*. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2019.
- 24 MATOS, S. R. C. Desenvolvimento de argamassa álcali-ativada para utilização em sistemas de reparo com incorporação de cinza agroindustrial. Escola Politécnica, 2021.
- 25 PORTELA, G. O. d. S. et al. Compósito geopolimérico reforçado com tecido de juta. Universidade Federal do Amazonas, 2016.
- 26 VASSALO, E. A. d. S.; AGUILAR, M. T. P.; GUMIERI, A. G. et al. Microstructural characterization of the geopolymer obtained from iron-rich metakaolin; caracterizacão microestrutural do geopolimero obtido de metacaulim rico em ferro. 2014.
- 27 PROVIS, V. D. Alkali activated materials: State-of-the-art. *RILEM TC 224-AAM*, 2013.
- 28 BUCHWALD, A. What are geopolymers? current state of research and technology, the opportunities they offer, and their significance for the precast industry. *Concrete technology*, 2006.
- 29 PINTO, A. T. *Sistemas ligantes obtidos por ativação alcalina do metacaulino*. Tese (Doutorado) — Universidade do Minho, 2004.
- 30 MODAREL R.; LARGO, A. P. L. I. Ritorno al passato o salto nel futuro. *inGENIO: Informazione tecnica progettuale*, 2014.
- 31 DAVIDOVITS, J. Properties of geopolymer cements. 1994.
- 32 ZHANG, Z.; PROVIS, J. L.; REID, A.; WANG, H. Mechanical, thermal insulation, thermal resistance and acoustic absorption properties of geopolymer foam concrete. *Cement and Concrete Composites*, Elsevier, v. 62, p. 97–105, 2015.
- 33 NOVAIS, R. M.; SEABRA, M.; LABRINCHA, J. Porous geopolymer spheres as novel ph buffering materials. *Journal of Cleaner Production*, Elsevier, v. 143, p. 1114–1122, 2017.
- 34 QUEIROZ, V. S. Avaliação do ciclo de vida de emissão de co2 na indústria do cimento: um estudo comparativo entre o cimento lc3 e o cimento portland composto. 2018.
- 35 RODRIGUES, T. M. C. G. *Argamassas e betões geopoliméricos: estado da arte e potencial de industrialização em Portugal*. Tese (Doutorado) — Instituto Superior de Engenharia de Lisboa, 2014.

- 36 SHIRIY, K. *Alkali-activated Cements and Concretes*. [S.l.]: London, 2006.
- 37 DAVIDOVITS, J. *Geopolymers – Chemistry and Applications*. 3rd. ed. Saint-Quentin, France: Institute Géopolymère, 2011.
- 38 PROVIS, J. L. Alkali-activated materials. *Cement and Concrete Research*, v. 114, p. 40–48, 2018.
- 39 FAMI, N. E.; EZ-ZAKI, H.; BOUKHARI, A.; KHACHANI, N.; DIOURI, A. Influence of mechanical activation of fly ash on the properties of portland cement mortars. *Materials Today Proceedings*, v. 58, p. 1419–1422, 2022.
- 40 ADRIANO, D.; PAGE, A.; ELSEEWI, A.; CHANG, A.; STRAUGHAN, I. Utilization and disposal of fly ash and other coal residues in terrestrial ecosystems: a review. *Journal of Environmental quality*, Wiley Online Library, v. 9, n. 3, p. 333–344, 1980.
- 41 FRANUS, W.; WIATROS-MOTYKA, M.; WDOWIN, M. Coal fly ash as a resource for rare earth elements. *Environmental Science and Pollution Research*, v. 22, p. 9464–9474, 2015.
- 42 GOLLAKOTA, A.; VOLLI, V.; SHU, C. Progressive utilisation prospects of coal fly ash: a review. *Science of the Total Environment*, 2019.
- 43 PANDA, L.; DASH, S. Characterization and utilization of coal fly ash: a review. *Emerging Materials Research*, v. 9, p. 921–934, 2020.
- 44 ZIEROLD, K. M.; ODOH, C. A review on fly ash from coal-fired power plants: chemical composition, regulations, and health evidence. *Reviews in Environmental Health*, 2020.
- 45 LACERDA, L. V. Síntese e caracterização de zeólita tipo sodalita obtida a partir de cinzas volantes de carvão mineral utilizado na usina termoelétrica de candiota-rs. 2015.
- 46 VASSILEV, S.; VASSILEVA, C. A new approach for the classification of coal fly ashes based on their origin, composition, properties, and behaviour. *Fuel*, v. 86, p. 1490–1512, 2007.
- 47 VASSILEV, S.; VASSILEVA, C. Methods for characterization of composition of fly ashes from coal-fired power stations: a critical overview. *Energy Fuels*, 2005.
- 48 BELVISO, C. State-of-the-art applications of fly ash from coal and biomass: a focus on zeolite synthesis processes and issues. *Prog. Energy Combust. Sci.*, 2018.

- 49 SILVA, N.; CALARGE, L.; CHIES, F.; MALLMANN, J.; ZWONOK, O. Caracterização de cinzas volantes para aproveitamento cerâmico. *Cerâmica*, SciELO Brasil, v. 45, p. 184–187, 1999.
- 50 ABDALQADER, A. M.; BAKRI, A. M. A.; SURYANTO, B. Geopolymers: A review of recent developments and applications. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 56, n. 12, p. 7271–7303, 2021.
- 51 PINTO, A. T. *Introdução ao estudo dos geopolímeros*. [S.l.]: UTAD, 2006.
- 52 DAVIDOVITS, J. High-alkali cements for 21st century concretes. *Materials and Structures*, Springer, v. 32, n. 3, p. 190–196, 1999.
- 53 RATTANASAK, U.; CHINDAPRASIRT, P. Influence of naoh solution on the synthesis of fly ash geopolymer. *Minerals Engineering*, v. 22, n. 12, 2009.
- 54 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, August 2013.
- 55 JAARVELD, J. V.; DEVENTER, J. V. Effect of the alkali metal activator on the properties of fly ash-based geopolymers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 38, p. 3932–3941, 1999.
- 56 ARAÚJO ANA KAROLINY LEMOS BEZERRA, L. A. S. A. C. B. C. H. N. d. C. L. F. d. A. L. B. L. B. R. Estudo das propriedades reológicas e microestruturais de ligante geopolimérico à base de cinza volante. *Ambiente Construído*, 2023.
- 57 KUSHWAH S.; MUDGAL, M. C. R. K. The process, characterization and mechanical properties of fly ash-based solid form geopolymer via mechanical activation. *South African Journal of Chemical Engineering*, v. 38, p. 3104–114, 1.
- 58 J. Davidovits. *Geopolymers*. 1982. US Patent 4,349,386.
- 59 REDDY, M.; DINAKAR, P.; RAO, B. A review of the influence of source material's oxide composition on the compressive strength of geopolymer concrete. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 234, p. 12–23, 2016.
- 60 PALOMO, A.; MACIAS, A.; BLANCO, M.; PUERTAS, F. Physical, chemical and mechanical characterisation of geopolymers. In: *Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cement*. [S.l.: s.n.], 1992. p. 505–511.
- 61 LANCELLOTTI, I.; CATAURO, M.; PONZONI, C.; BOLLINO, F.; LEONELLI. Inorganic polymers from alkali activation of metakaolin: Effect of setting and curing on structure. *Journal of Solid State Chemistry*, 2013.

- 62 OLIVIA, M.; SARKER, P.; NIKRAZ, H. Water penetrability of low calcium fly ash geopolymer concrete. In: *Conference on Construction and Building Technology International*. [S.l.: s.n.], 2008.
- 63 THAKUR, R. N.; GHOSH, S. Effect of mix composition on compressive strength and microstructure of fly ash based geopolymer composites. *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, Asian Research Publishing Network (ARPJ), v. 4, n. 4, 2009.
- 64 PANIAS, D.; GIANNOPOULOU, I.; PERAKI, T. Effect of synthesis parameters on the mechanical properties of fly ash-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 301, n. 1-3, p. 246–254, 2007.
- 65 BLEDZKI, A.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose based fibres. *Progress in Polymer Science*, Elsevier, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999.
- 66 Centro de Gestão e Estudos Estratégicos (CGEE). *Materiais Avançados 2010-2022*. Brasília-DF: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2010. 360 p.
- 67 JOSEPH, K.; CARVALHO, L. H. Propriedades de compósitos híbridos de poliéster insaturado/tecidos híbridos de juta e algodão. In: *Congresso Brasileiro de Polímeros, 5. Anais*. Águas de Lindóia: [s.n.], 1999. p. 834–839.
- 68 GHOLAMPOUR, A.; OZBAKKALOGLU, T. A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications. *Journal of Materials Science*, Springer, p. 1–64, 2020.
- 69 SOOD, M.; DWIVEDI, G. Effect of fiber treatment on flexural properties of natural fiber reinforced composites: A review. *Egyptian Journal of Petroleum*, Elsevier, v. 27, n. 4, p. 775–783, 2018.
- 70 JR, S. V. C. *Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros*. 2. ed. São Paulo: Artliber, 2002.
- 71 MOHANTY, A.; MISRA, M.; HINRICHSEN, G. Biofibres, biodegradable polymers and biocomposites: An overview. *Macromolecular Materials and Engineering*, Wiley Online Library, v. 276, n. 1, p. 1–24, 2000.
- 72 AGARWAL, B.; BROUTMAN, L. *Analysis and Performance of Fiber Composites*. Nova York: John Wiley & Sons, 2000.
- 73 FENGEL, D.; WEGENER, G. *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. [S.l.]: Walter de Gruyter, 1989.

- 74 KALIA, S.; KAITH, B. S.; KAURS, I. *Cellulose Fibers: Bio and Nano-Polymer Composites*. 1st. ed. New York: Springer, 2011.
- 75 SAHED, D.; JOG, J. P. Natural fiber polymer composites a review. *Advances in Polymer Technology*, v. 18, n. 4, p. 351–363, 1999.
- 76 ASTM International. *Standard Specification for Industrial Solvents*. West Conshohocken, PA, 1990.
- 77 ASTM International. *Standard Test Method for Density of High-Modulus Fibers*. West Conshohocken, PA, 1999.
- 78 MOURA, C. V. R. D.; SOUSA, D. C.; MOURA, E. M.; ARAUJO, E. C. E.; SITTOLIN, I. M. New biodegradable composites from starch and fibers of the babassu coconut. *Polímeros*, v. 31, n. 1, 2021.
- 79 ABRAHAM, E.; DEEPA, B.; POTHAN, L. A.; JACOB, M.; THOMAS, S.; CVELBAR, U. Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: a novel approach. *Carbohydrate Polymers*, p. 1468–1475, 2011.
- 80 SILVEIRA, P. H. P. M. da; RIBEIRO, M. P.; SILVA, T. T.; LIMA, A. M.; LEMOS, M. F.; OLIVEIRA, A. G. B. A. M. Effect of alkaline treatment and graphene oxide coating on thermal and chemical properties of hemp (*Cannabis sativa* L.) fibers. *Journal of Natural Fibers*, p. 1–14, 2022.
- 81 BELOUADAH, Z.; ATI, A.; ROKBI, M. Characterization of new natural cellulosic fiber from *Lygeum spartum* L. *Carbohydrate Polymers*, v. 134, p. 429–437, 2015.
- 82 VIEIRA, A. P.; SANTANA, S. A. A.; BEZERRA, C. W. B.; SILVA, H. A. S.; CHAVES, J. A. P.; MELO, J. C. P. de. Epicarp and mesocarp of babassu (*Orbignya speciosa*): characterization and application in copper phthalocyanine dye removal. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, p. 21–29, 2011.
- 83 SALEEM, Z.; RENNEBAUM, H.; PUDEL, F.; GRIMM, E. Composites science and technology. *Composites Science and Technology*, v. 68, p. 476, 2008.
- 84 ANTICH, P.; VÁZQUEZ, A.; MONDRAGON, I.; BERNAL, C. Composites: Part a. *Composites Part A*, v. 37, p. 150, 2006.
- 85 LIMA, U. T.; ROCHA, J. C.; RODRIGUES, B. H.; MONTEIRO, S. N.; MARGEM, F. M. Caracterização química e morfológica de fibras curtas de pupunha (*bactris gasipaes* h.b.k.). *Polímeros*, v. 19, n. 1, p. 57–62, 2009.

- 86 MARTINS, G. S.; IOZZI, M. A.; MARTINS, M. A.; MATTOSO, L. H. C.; FERREIRA, F. C. Mechanical and thermal characterization of the polyvinyl chloride-sisal fibers composites. *Polímeros*, Sociedade Brasileira de Polímeros, v. 14, n. 5, p. 326–333, Oct./Dec. 2004. ISSN 0104-1428.
- 87 FIELDKIRCHER BRENO SALGADO BARRA, Y. G. R. C. F. B. P. Avaliação comparativa dos parâmetros de dosagem de misturas asfálticas com a incorporação de fibra de sisal. *Rapvenacor*, p. 351, 2023.
- 88 BARROS, J. E. de; OLIVEIRA, M. S.; BARROS, A. J. C.; ANDRADE, A. S.; LEITE, B. N.; SILVA, B. L. R. da; LIMA, E. C.; FERREIRA, R. K. da S. Use of agro-industrial waste for cellulase production: a review. *Research, Society and Development*, v. 9, n. 8.
- 89 Associação Brasileira de Normas Técnicas. *NBR 10004: Resíduos Sólidos - Classificação*. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2004.
- 90 REIS, R. H. M.; CÂNDIDO, V. S.; NUNES, L. F.; MONTEIRO, S. N. Chemical and morphological characterization of guaruman fiber. In:_. *Green Materials Engineering*. [S.l.]: Springer, 2019. p. 107–113.
- 91 LOPES, O. H. S.; MONTINI, E. H.; MONTINI, D. A.; SOUZA, R. M.; ALVES, L. L.; SOUZA, G. P. Produção de geopolímeros à base de cinza volante usando soluções ativadoras com diferentes composições de Na₂O e Na₂SiO₃. *Revista IBRACON de Estruturas e Materiais*, ABRACO, v. 10, n. 6, p. 1278–1294, 2017.
- 92 VARGAS, A.; MOLIN, D. D.; VILELA, A. C.; JALALI, S.; CASTRO-GOMES, J. Cinzas volantes álcali-ativadas com solução combinada de naoh e ca(oh) 2. *Revista Matéria*, v. 12, 06 2007.
- 93 BARROS, J. A. de; YUAN, L.; ZHANG, W.; LIU, W.; DU, Y. Development of geopolymers based on fly ashes from different combustion processes. *Polymers*, v. 14, n. 10, p. 1954, 2022.
- 94 PROVIS, J.; DEVENTER, J. van. *Geopolymers: Structures, Processing, Properties and Industrial Applications*. 1. ed. [S.l.]: USA, 2009.
- 95 DASSEKPO, J. B. M.; ZHA, X.; ZHAN, J. Synthesis reaction and compressive strength behavior of loess-fly ash based geopolymers for the development of sustainable green materials. *Construction and Building Materials*, v. 141, p. 491–500, 2017.

- 96 PREZA C. R. A. S.; BRITO, W. S. L. A. S. S. N. S. C. C. S. J. A. S. Geopolimerização do metacaulim ferruginoso com adição de cinza volante. *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v. 6, n. 3, p. 11768–11779, mar 2020. ISSN 2525-8761. Recebimento dos originais: 06/02/2020, Aceitação para publicação: 11/03/2020.
- 97 KALAW, M. E. et al. Optimizing and characterizing geopolymers from ternary blend of philippine coal fly ash, coal bottom ash and rice hull ash. *Materials*, v. 9, n. 7, 2016.
- 98 FANG, G.; ZHANG, M. Multiscale micromechanical analysis of alkali-activated fly ash-slag paste. *Cement and Concrete Research*, v. 135, p. 106141, 2020.
- 99 LEE, N.-K.; LEE, H.-K. Reactivity and reaction products of alkali-activated, fly ash/slag paste. *Construction and Building Materials*, v. 81, p. 303–312, 2015.
- 100 LONGHI, M. A. et al. Efflorescence of alkali-activated cements (geopolymers) and the impacts on material structures: a critical analysis. *Frontiers in Materials*, v. 6, n. 89, 2019.
- 101 PROVIS, J.; DEVENTER, J. van. *Geopolymers: Structures, Processing, Properties and Industrial Applications*. 1st. ed. USA: Woodhead Publishing, 2009. 15 p.
- 102 REIS, T. V.; PINTO, J. C. de A.; GONÇALVES, W. P. Produção de geopolímeros à base de cinza volante usando soluções ativadoras com diferentes composições de Na_2O e Na_2SiO_3 . *Cerâmica*, v. 63, n. 366, p. 387–394, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633662078>>.