



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL E AMBIENTAL
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

ALAIN RAMON BURKHARD

**UTILIZAÇÃO DO REJEITO DO BENEFICIAMENTO DO CAULIM
PARA ATIVAÇÃO ALCALINA**

João Pessoa

2018

ALAIN RAMON BURKHARD

UTILIZAÇÃO DO REJEITO DO BENEFICIAMENTO DO CAULIM
PARA ATIVAÇÃO ALCALINA

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Engenharia Civil da
Universidade Federal da Paraíba, como parte dos
requisitos necessários para obtenção do título de
Engenheiro Civil.

Orientador: Profa. Dra. Cibelle Guimarães Silva
Severo

Coorientador: Prof. Me. Carlos Mavíael de Carvalho

João Pessoa

2018

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

B959u Burkhard, Alain Ramon.

Utilização do rejeito do beneficiamento do caulim para
ativação alcalina / Alain Ramon Burkhard. - João
Pessoa, 2018.

69f. : il.

Orientação: Cibelle Guimarães Silva Severo.

Coorientação: Carlos Mavíael de Carvalho.

Monografia (Graduação) - UFPB/CT.

1. Rejeito de caulim. 2. Ativação alcalina. 3.
Argamassa geopolimérica. I. Severo, Cibelle Guimarães
Silva. II. Carvalho, Carlos Mavíael de. III. Título.

UFPB/BC

FOLHA DE APROVAÇÃO

ALAIN RAMON BURKHARD

UTILIZAÇÃO DO REJEITO DO BENEFICIAMENTO PARA ATIVAÇÃO ALCALINA

Trabalho de Conclusão de Curso em 05/11/2018 perante a seguinte Comissão Julgadora:

Cibelle Guimarães S. Severo
Cibelle Guimarães Silva Severo
Departamento de Engenharia Civil e Ambiental do CT/UFPB

Aprovado

Carlos Mavíael de Carvalho
Carlos Mavíael de Carvalho
UNIPÊ

APROVADO

Normando Perazzo Barbosa
Normando Perazzo Barbosa
UFPB

APROVADO

Antônio da Silva Sobrinho Júnior
Antônio da Silva Sobrinho Júnior
UFPB

APROVADO

Ana Cláudia
Prof.^a Ana Cláudia Fernandes Medeiros Braga
Matrícula Siape: 1668619
Coordenadora do Curso de Graduação em Engenharia Civil

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a todas as árvores que, sozinhas ou em menor número, mantêm-se de pé, firmes, resistem às intempéries e enxergam sobre as adversidades.

AGRADECIMENTOS

Ao longo destes 6 anos, de 2012 para cá, o caminho foi árduo mas nem por isso deixou de ser prazeroso, Após mais de 200 avaliações, algumas noites de sono perdidas, alguns anos e cabelos brancos ganhos precocemente, fiz colegas, que se tornaram amigos e hoje são amigos pra vida, que levarei ao longo do meu trajeto, ao lado ou no coração.

Primeiramente, agradeço à minha mãe e ela sabe o porquê, uma vez que a tento lembrá-la todos os dias. Agradeço aos meus amigos do peito, Emanuel, Diego, Isabelle, Amanda, Afonso, Yan, Filipe, Fidel, Jailma, Micael, que apesar de serem poucos já ocupam bastante espaço e tornam cada momento vivido junto especial.

Agradeço à minha professora orientadora Cibelle por todo seu cuidado, dedicação e disponibilidade, ao professor Maviael que como coorientador se fez imprescindível, aos professores Normando e Júnior que aceitaram participar da banca de examinadores, ao professor Givanildo por compartilhar seu conhecimento sobre o tema e disponibilizar toda a estrutura para realizar os experimentos, à todos os outros professores que compartilharam seu conhecimento e experiência e à Coordenação do Curso de Engenharia Civil da UFPB, que sob a tutela das professoras Ana Claudia e Andrea, se tornou uma fonte de auxílio e desenvolvimento para o corpo discente.

Agradeço à todos aqueles que de alguma forma tornou possível a realização deste trabalho, os amigos Raimundo e Pedro, aos técnicos Sebastião, Delby e todos funcionários do LABEME, à instituição UNIPÊ que cedeu seu laboratório, à empresa ADITEX, à própria UFPB que por muito tempo foi meu segundo lar, e por fim, aos governos e autoridades que se preocuparam em melhorar a educação e que acreditam numa universidade pública com excelência e para todos os brasileiros.

Alain Ramon Burkhard

RESUMO

Desde o início da civilização o homem supriu suas necessidades retirando recursos da natureza sem muita preocupação com a disponibilidade e renovação destes. Após a revolução industrial, a aceleração do consumo de recursos, queima de combustíveis fósseis e crescimento populacional, aumentou atividades humanas nocivas ao meio ambiente, de modo que hoje vive-se em um período onde a adoção de técnicas produtivas mais eficientes e sustentáveis são necessárias para continuar o progresso e os avanços tecnológicos. Nesse contexto, o trabalho aborda duas atividades bastante agressivas ao ambiente, sendo elas, a construção civil e a mineração, mais especificamente a indústria de cimento Portland e a mineração de Caulim. O estudo propõe a utilização dos rejeitos gerados no beneficiamento do caulim na produção de materiais ativados alcalinamente, buscando desta forma, alternativas ao uso do cimento Portland, reduzir os impactos gerados pelos resíduos da produção do caulim, como também, criar, caso os resultados sejam satisfatórios, uma outra alternativa de renda aos produtores do minério. A pesquisa consistiu em submeter o rejeito de caulim de granulometria mais fina a processo de calcinação e a partir dele, silicato de sódio e hidróxido de sódio, foram desenvolvidos traços de geopolímero. Em consequência dos resultados obtidos com o geopolímero, os quais atestaram a ativação térmica do rejeito, foram formulados traços de argamassa geopolimérica com porcentagens de 10% a 40% de rejeito grosso em relação a massa de rejeito fino calcinado. Na produção das argamassas, o rejeito fino calcinado foi utilizado em substituição ao cimento e o rejeito grosso do beneficiamento exerceu a função da areia. A amostras de geopolímero e argamassa foram ensaiadas à compressão simples, a argamassa foi submetida a ensaio de arrancamento, a fim de verificar uma das propriedades inerentes ao material, e por fim foi avaliada sua absorção. O desempenho mecânico das argamassas geopoliméricas que alcançaram valores de resistência à compressão entre 25 e 40 MPa aos 7 dias e 1,8 MPa no ensaio de arrancamento por tração simples, atestam o processo de calcinação como ativador do rejeito e a adequação do material à construção civil.

Palavras chaves: Rejeito de caulim; Ativação alcalina; Argamassa geopolimérica.

ABSTRACT

Since when the oldest civilizations were formed, societies have been exploiting resources from nature, without much concern to their both future existence and renewal. With the Industrial Revolution, came the acceleration in resources consumption, fossil fuels combustion as well as a large population growth, which all combined have increased the mankind harm to the environment in such a way that nowadays, producing through more efficient and sustainable techniques is necessary to maintain progress and improve our society technologically. Therefore, this paper relates to two harmful actions: construction and mining, more specifically, the industry of Portland cement and the mining of kaolin. This paper aims to evaluate the possibility of use of generally discarded substances during the processing of kaolin in the production of alkali activated materials, which would potentially offer an alternative for the use of Portland cement, as well as a means of reducing waste from the processing of kaolin and also if such use is proved satisfactory, a new remuneration alternative for mining related workers. The research consisted in subjecting the kaolin waste of finer granulometry to a calcination process and from it, sodium silicate and sodium hydroxide, traces of geopolymer were developed. As consequence of the results obtained with the geopolymer, traces of geopolymer mortar were formulated with percentages between 10% and 40% of coarse waste in relation to the mass of calcined fine waste. These being formed from the waste from kaolin calcination as replacement for cement and the coarse waste from the processing of kaolin as replacement for sand. The specimens of geopolymer and mortar were examined by compressive strength tests, the mortar was also subjected to pull of test in order to verify one of the inherent properties of the material, and absorption test. The compressive strength values obtained after 7 days varied between 25 and 40 MPa. Such performance certifies the calcination process as an kaolin waste activator and fit them as a construction material.

Keywords: Geopolymer; Mineral waste; Geopolymeric mortar.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Relações molares ideais geopolímero.....	27
Tabela 2 - Composição físico química do Metacaulim HP ULTRA.....	32
Tabela 3 - Traços experimentais de geopolímero	40
Tabela 4 - Traços de geopolímero.....	42
Tabela 5 - Traços de argamassa geopolimérica.....	45
Tabela 6 - Traço utilizado no teste de arrancamento.....	46
Tabela 7 - Resultado do ensaio de arrancamento de azulejo.....	52
Tabela 8 - Absorção das amostras.....	59

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Tanques de decantação.....	18
Figura 2 - (a) Filtro prensa, (b) tortas de caulim secando ao ar livre.....	18
Figura 3 - Blocos de geopolimeros.....	25
Figura 4 - Rejeito grosso (Sarrabulho) depositado ao ar livre.....	31
Figura 5 - Rejeito fino de caulim.....	31
Figura 6 - Moinho de bolas.....	34
Figura 7 - Forno refratário.....	34
Figura 8 - Fluxograma do resumo experimental.....	36
Quadro 1 - Limites aceitáveis para utilização de agregado miúdo no concreto.....	37
Figura 9 - (a) Pasta de geopolimero, (b) geopolimero em estado fresco.....	41
Figura 10 - Geopolímero endurecido (a) vista longitudinal, (b) vista da seção transversal....	43
Figura 11 - Fluxograma do processo de produção da argamassa geopolimérica.....	44
Figura 12 - Materiais utilizados para produção da argamassa geopolimérica.....	45
Figura 13 - Traços em estado fresco de argamassas geopolimérica.....	46
Figura 14 - Argamassa geopolimérica em substrato para ensaio de arrancamento.....	47
Figura 15 - Gráfico da granulometria do rejeito grosso em comparação aos limites da NBR 7211:2005 para utilização como agregado miúdo.....	48
Quadro 2 - Resultado do ensaio de compressão simples.....	50
Figura 16 - Ensaio da amostra GEO A.....	50
Figura 17 - Geopolimeros após ruptura.....	50
Quadro 3 - Requisitos de argamassa colante.....	51
Figura 18 - Azulejos após arrancamento.....	53
Figura 19 - Substrato padrão após ensaio de arrancamento.....	53
Quadro 4 - Resultados ensaio de compressão simples aos 3 dias.....	54
Figura 20 - Argamassa geopolimérica à 40%.....	54
Figura 21 - Argamassa geopolimérica à 20%.....	54
Quadro 5 - Resultados ensaio de compressão simples aos 7 dias.....	55
Quadro 6 - Resultados ensaio de compressão simples aos 14 dias.....	57
Figura 22 - Argamassa geopolimérica à 30%.....	58
Figura 23 - Argamassa geopolimérica à 40%.....	58

Figura 24 - Modo de ruptura dos corpos de prova.....	59
--	----

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	12
2 OBJETIVOS.....	15
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
3.1 CAULIM.....	16
3.2 METACAULIM.....	20
3.3 POZOLANAS.....	23
3.4 GEOPOLÍMERO.....	24
3.5 ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS.....	28
4.0 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS.....	30
4.1 REJEITO DE CAULIM.....	30
4.1.1 SARRABULHO.....	30
4.1.2 SIRI.....	31
4.2 HIDRÓXIDO DE SÓDIO.....	33
4.3 SILICATO DE SÓDIO.....	33
4.4 MOINHO DE BOLAS.....	33
4.5 FORNO REFRAATÁRIO.....	34
5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	35
5.1 RESUMO EXPERIMENTAL.....	35
5.2 CARACTERIZAÇÃO E ADEQUAÇÃO DO REJEITO GROSSO PARA UTILIZAÇÃO COMO AGREGADO MIÚDO NA ARGAMASSA.....	36
5.3 OBTENÇÃO DE MATERIAL REATIVO A PARTIR DA CALCINAÇÃO DO REJEITO FINO.....	37
5.3.1 ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA.....	37
5.3.2 DESTORROAMENTO DA AMOSTRA.....	38
5.3.3 CALCINAÇÃO DO REJEITO FINO.....	38
5.4 ATIVAÇÃO ALCALINA.....	39
5.4.1 TRAÇOS EXPERIMENTAIS.....	39
5.4.2 TRAÇOS CALCULADOS COM COMPOSIÇÃO TEÓRICA.....	41
5.4.3 CURA DAS AMOSTRAS.....	42
5.5 PRODUÇÃO DA ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA.....	43

5.6 TESTE DE ADERÊNCIA PARA ARGAMASSA COLANTE.....	46
5.7 ENSAIO DE COMPRESSÃO SIMPLES.....	47
5.8 ABSORÇÃO DAS AMOSTRAS.....	47
6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	48
6.1 ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA.....	48
6.1.1 CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO GROSSO.....	48
6.1.2 CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO FINO.....	49
6.2 RESULTADOS DA ATIVAÇÃO ALCALINA.....	49
6.3 RESULTADOS DA ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA.....	51
6.3.1 RESULTADO DO TESTE DE ADERÊNCIA.....	51
6.3.2 RESULTADOS DO ENSAIO DE COMPRESSÃO SIMPLES.....	53
6.3.3 RESULTADOS DA ABSORÇÃO DAS ARGAMASSAS.....	59
7 CONCLUSÕES.....	60

1 INTRODUÇÃO

Em comparativo com o período histórico conhecido como Idade Média, classificada pejorativamente por muitos historiadores pela acunha de “Idade das Trevas” — devido à relativa carência de registros históricos, desenvolvimento cultural, tecnológico e científico — vive-se hoje em uma época na qual cada acontecimento de relevância é registrado em diversas plataformas distintas, em que inovações tecnológicas podem se tornar obsoletas pouco tempo depois de seu lançamento para o mercado, não obstante, a contemporaneidade que será lembrada, provavelmente, pelos sucessores da contemporaneidade, como “idade do aço, cimento e silício”, ainda enfrenta problemas em escala global. Segundo a ONU¹ (2017) a população mundial se concentra em torno de 7,6 bilhões de pessoas, das quais muitas delas ainda vivem em situação de extrema pobreza, em zonas de conflitos, sem acesso à educação de qualidade, além disso, a OMS² (2017) estima que são 4,5 bilhões os que não possuem acesso a um saneamento básico eficiente.

No ano 2000, os Estados-membros das Nações Unidas firmaram o compromisso de cumprirem os Objetivos de Desenvolvimento do Milênio (ODM), um conjunto de ações com intuito de melhorar o curso da humanidade, após 2015, uma nova reunião com a cúpula estabeleceu novas metas para um desenvolvimento sustentável, formada pelos 17 Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), que devem ser implementados por todos os países membros durante os próximos 15 anos, até 2030 (ONU, 2015). Fora as questões referentes ao progresso humano, as duas agendas já contemplam pautas visando a proteção do meio ambiente e o enfrentamento das mudanças climáticas, o que demonstra a importância da sustentabilidade na nossa atual conjuntura.

A principal problemática e assunto ambiental mais debatido no presente, é a intensificação do efeito estufa, ocasionado pelo crescimento das concentrações de gases causadores do efeito na atmosfera. O efeito estufa por si só, não é um fenômeno maléfico, é ele quem sustenta o ambiente propício para haver vida como conhecemos na Terra. O IPCC³ (2002) define o efeito estufa como um fenômeno natural ocasionado pela retenção de parte da radiação emitida pela superfície terrestre pela atmosfera, impedindo que toda a radiação

¹ Organização das Nações Unidas

² Organização Mundial da Saúde

³ Painel Intergovernamental sobre Mudanças Climáticas

provinda do sol seja refletida de volta ao espaço. São os gases do efeito estufa os responsáveis por reter essa radiação em forma de calor na atmosfera, do contrário a temperatura média terrestre giraria em torno de 18 °C negativos. Os principais gases causadores do efeito estufa são o vapor de água, o CO₂⁴, o CH₄⁵, o N₂O⁶, o O₃⁷, clorofluorcarbonetos (CFC), entre outros, que devido à intensificação das atividades humanas aumentaram sua concentração na atmosfera, esta maior concentração dos gases gerou um processo de aumento da temperatura média da Terra, que foi nomeado como aquecimento global. O aumento não natural da temperatura acarreta consequências como aumento do nível dos oceanos — em decorrência do degelo das calotas polares —, mudança nas correntes marinhas, interferência nas estações climáticas, redução da disponibilidade de água potável, irregularidades no regime de chuva, desertificação, mudanças na biodiversidade e outros diversos problemas.

A construção civil é uma das atividades humanas que mais contribuem para o aumento da concentração de gases do efeito estufa, estima-se que cerca de um terço de todas as emissões sejam provenientes da indústria da construção. Em destaque na construção civil, a indústria do cimento Portland, sozinha, emite aproximadamente 10% do dióxido de carbono (CO₂) que é lançado na atmosfera (STACHERA; CASAGRANDE, 2008). A produção anual de cimento Portland ultrapassa a marca de 4 100 milhões de toneladas e aproximadamente para cada 1 tonelada de clínquer que é produzida é liberado na atmosfera algo em torno de 0,6 a 1 tonelada de CO₂. No processo de fabricação do cimento é exigido atingir altas temperaturas, algo em torno dos 1500 °C, utilizando em maioria uma fonte energética baseada em combustíveis fósseis — que são baseados em cadeias de carbono e ao queimados liberam grandes quantidades de CO₂ —, por outro lado a clínquerização do cimento também libera gás carbônico por parte da decomposição do calcário (PINTO, 2006).

A mineração, no geral, é outra atividade com alto potencial poluidor e destrutivo ao meio ambiente. No cenário da mineração e beneficiamento do caulim, principalmente a atividade realizada no Nordeste brasileiro, onde a atividade é mais degradante, visto que desde a extração do minério feita ainda de forma precária, até a última etapa do processamento do caulim, mais de 75% do material extraído é despejado no transporte até seu local de beneficiamento e em montes de resíduos nas dependências da fábrica (VIDAL et al,

⁴ Dióxido de carbono

⁵ Gás metano

⁶ Óxido nitroso

⁷ Ozônio

2017). O acúmulo deste material que permanece desaproveitado pela maioria das fábricas da localidade, gera montanhas de rejeito que se destacam na paisagem da região e poluem o solo, corpos hídricos e o ar, provocando transtornos e doenças aos habitantes e mineiros. Além de todos os prejuízos ao meio ambiente, o rejeito descartado é custoso a muitos produtores, uma vez que muitas dessas pequenas fábricas da região abandonam suas dependências e se fixam novamente em outro local assim que sua área útil fica prejudicada pelo acúmulo de material descartado, enquanto que os mesmos poderiam estar acrescentado a renda a comercialização de um material com ótimas propriedades.

Em consequência as demandas ambientais, cada vez mais busca-se, principalmente na construção civil, opções por materiais e técnicas ecológicas e sustentáveis que embora algumas vezes sejam mais desvantajosas economicamente, agridem menos o ambiente e são mais valorizadas por aqueles que se preocupam com o ecossistema. Neste âmbito, onde a política ecológica/sustentável é encorajada, seja por selos de qualidade, reduções de encargos ou para atenuar despesas com multas ambientais, a utilização de alternativas fundamentadas em materiais mais sustentáveis, como o resíduos da construção, solo cimento, adobe, escória de alto forno, cinzas volantes, fibras vegetais, bambu, materiais ativados alcalinamente — abordado neste trabalho —, entre outros, ganham espaço frente aos materiais e técnicas convencionais.

A ativação alcalina ou geopolimerização é uma prática construtiva já antiga — estudos recentes apontam que a técnica já era usada por civilizações antigas, entre elas, romanos e egípcios — foi redescoberta e reinventada no fim do século passado (PACHECO-TORGAL et al, 2009). Os geopolímeros são materiais baseados em minerais bastante abundantes na crosta, produzidos a partir de compostos ricos em sílica e alumina amorfa, frente ao cimento, possuem as vantagens de requererem menores temperaturas na sua queima e não emitirem CO₂. A concepção do trabalho gira em torno da utilização de um material que é descartado como rejeito, é duplamente benéfico do ponto de vista ambiental, dado que propõe de um lado a redução de um composto altamente agressivo ao ambiente, como o cimento Portland e pelo outro lado dá destino a um segundo que traz prejuízos ao ecossistema onde se encontra depositado.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver argamassa geopolimérica à partir dos rejeitos da indústria de beneficiamento mineral.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Utilizar rejeito para produção de material reativo capaz de ser ativado alcalinamente.
- Investigar as propriedades mecânicas e apresentar possíveis aplicações.
- Reduzir as necessidades da utilização de cimento Portland e as emissões de gases atreladas a sua indústria.
- Atestar o valor comercial do rejeito, estabelecendo possíveis outras alternativas de renda para os produtores e região.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CAULIM

O caulim é o nome dado a rocha resultante da alteração de silicatos de alumínio, que contém a argila caulinita, porém também é o termo utilizado para denominar o resultado final do beneficiamento da mesma rocha, o termo é de origem chinesa, uma adaptação ortográfica da palavra chinesa “*Kauling*” que significa colina alta, o material foi descoberto na região de Jauchau Fu, na china e era conhecido como “*china clay*” (MONTE et al., 2003). O caulim é uma rocha com predominância de material argiloso e de coloração branca onde prevalece o argilomineral caulinita, porém pode ocorrer a presença de outros minerais de composição química similares a caulinita como a haloisita-4H₂O, haloisita-2H₂O ou meta haloisita, diquita e nacrita. A caulinita, principal constituinte do caulim possui uma fórmula química expressa como Al₄ (Si₄O₁₀) (OH)₈, sua composição química teórica é de 39, 50% de Al₂O₃, 46, 54% SiO₂, e 13, 96% de H₂O (SANTOS, 1992).

Os depósitos de caulim podem ocorrer de duas formas, quando o caulim é resultado de alterações de rochas “*in situ*”, denominado como caulim primário, ou quando são formados pelo acúmulo de sedimentos em corpos de água, sendo denominado de caulim secundário. Os caulins secundários normalmente ostentam teores mais baixos de quartzo e mica, porém tendem a apresentar uma maior concentração de óxidos de ferro e titânio, que comprometem sua brancura. Os caulins primários são ainda classificados quanto a sua origem em: intemperizados, hidrotermais e solfataras (BRISTOW, 1987).

Dados levantados pelo DNPM⁸ (2016) em 2015, projetaram uma produção anual de 36 milhões de toneladas de caulim, representando um acréscimo de 8,44% na produção em relação ao ano de 2014. O principal produtor mundial é o Estados Unidos com uma produção de 6,3 milhões de toneladas, seguido pela Índia com 4,77 milhões de toneladas, neste ranking o Brasil ocupa a 7ª posição, com uma produção anual de 1,8 milhões de toneladas e sua reserva é estimada em 5,28 bilhões de toneladas. Supõe-se que mais da metade da reserva nacional conhecida está localizada no estado do Amazonas, 68%, embora não haja atividade de lavra no estado. O maior produtor nacional do caulim beneficiado é o estado do Pará,

⁸ Departamento Nacional de Produção Mineral

responsável por praticamente toda a produção interna, chegando a 92,5% do total, o que corresponde 1,67 milhões de toneladas, o Pará é seguido pelo estado de São Paulo com 84,96 mil toneladas e Rio Grande do Sul com 30,86 mil toneladas.

Ampiam (1979), definiu características do caulim, que o tornam um mineral bastante importante para a indústria, em função de suas características — quimicamente inerte, coloração branca, capacidade de cobertura quando usado como pigmento e reforçador para as aplicações de carga, baixa condutividade térmica e elétrica, não é abrasivo, atóxico, incombustível, insolúvel em água, imputrescível, neutro, imune ao ataque de microrganismos e mudanças bruscas de temperatura e é competitivo economicamente aos materiais alternativos — é considerado um mineral extremamente versátil, seus principais empregos verificam-se na indústria do papel como carga (filler) ou revestimento (*coating*), na indústria da cerâmica, refratários, tinta, tijolos, borracha, louças e outros.

O caulim, rocha, apresenta diversas impurezas associadas à caulinita, por isso na maioria das vezes não atendem ao padrão estabelecido pela indústria a qual se destina, deste modo se torna necessário que a rocha passe por um processo de beneficiamento, o qual pode ser realizado por via úmida ou via seca.

O processo de beneficiamento utilizado na região do Junco-Ecuador, é um processo de via úmida bastante rudimentar e com algumas particularidades. A lavra do minério é feita de forma artesanal a uma profundidade de 15 a 20 metros de profundidade por garimpeiros, que na maioria não utilizam EPIs e não possuem treinamento adequado, o minério retirado das galerias é içado em baldes através de cordas até a superfície, onde é disposto em caminhões, ao chegar ao sítio da fábrica, o caulim é disposto próximo a uma abertura e recebe a adição de água, ocorre assim uma desagregação da rocha, a mistura então segue mediante gravidade até a etapa de peneiramento. Durante este percurso ocorre o desareamento e remoção manual do material mais grosso composto por quartzo, feldspato, mica, entre outros.

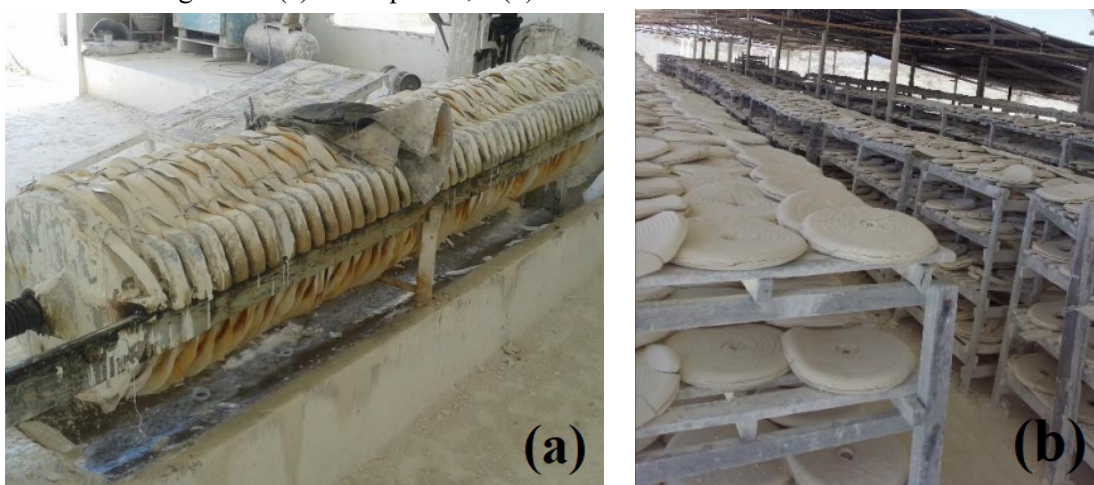
A etapa de peneiramento, consiste em um conjunto de peneiras de granulometria fina, normalmente da peneira de N #200 à N #325, dispostas em ordem crescente de abertura, o material que fica retido na peneira de N #200 é retirado e constitui o resíduo fino da cadeia de beneficiamento do caulim. Após o peneiramento, o material é destinado, também por intermédio da gravidade, a tanques de decantação (Figura 1) para por fim passar pela etapa de filtração, nesta última etapa o material é passado por um filtro prensa, Figura 2 (b) e tem a

aparência final de uma torta com aproximadamente 65% de sólidos, representada na Figura 2 (b) (ANDRADE et al, 2015).

Figura 1 - Tanques de decantação



Figura 2 - (a) Filtro prensa, e (b) tortas de caulim secando ao ar livre



Fonte: OLIVEIRA, 2016

A produção do caulim gera uma grande quantidade de resíduos, devido seu beneficiamento ainda ser realizado de forma ainda bastante precária, o minério ser retirado de uma rocha com diferentes componentes e a exigência pela indústria de pureza elevada, estima-se que a quantidade de rejeito produzido no beneficiamento possa alcançar aproximadamente 75% do material que chega na fábrica, principalmente na região do Seridó nordestino onde o processo de pureza do material é feito de forma bastante artesanal (VIDAL et al, 2017).

Além do alto desperdício, na maior parte do processo se utiliza bastante água que é descartada diretamente no solo, o que por conseguinte pode levar à saturação do solo pela caulinita em suspensão na água e poluir os lençóis e corpos de água próximos. O rejeito fino do processamento também é descartado no solo e na maioria das fábricas no próprio terreno

da mesma. Em razão do seu alto índice de finura, quando seco, o rejeito fino é dispersado no ar pelo vento, poluindo vias e sendo potencial causador de doenças respiratórias na população que vive próximo às fábricas e aos próprios mineiros. De mesma forma, o rejeito de maior granulometria é amontoado nas dependências da fábrica, o que acaba ocasionando por vezes o abandono da fábrica e sua realocação em outra localidade, impactando uma nova área e gerando diversos pontos de acúmulo de rejeito.

Em vista dos já citados problemas ambientais causados pela mineração de caulim, atualmente existem diversas pesquisas centradas no reaproveitamento dos rejeitos gerados no beneficiamento do caulim.

Nobre & Acchar (2010), desenvolveram uma pesquisa que propõe a incorporação do rejeito de caulim em mistura com argila na composição de massa para obtenção de cerâmica branca.

Vidal et al. (2017), verificou a possibilidade de obtenção de caulinita a partir do rejeito grosso do beneficiamento do caulim, conhecido como “sarrabulho”, após observar uma grande quantidade de finos presente no rejeito, o rejeito foi peneirado a 0,841mm e passou por uma separação de sólidos em hidrociclone, verificou-se uma recuperação de aproximadamente 65% de sólidos com granulometria inferior a 0,045mm, o que atesta que a cadeia produtiva de beneficiamento de caulim pode ser melhorada.

Varela et al (2005), estudaram a viabilidade de reaproveitamento do resíduo do beneficiamento do caulim e o resíduo proveniente do descarte de tijolos, na produção de revestimento cerâmico para construção civil. Os resultados comprovaram o resíduo do caulim como uma excelente matéria-prima para confecção de revestimentos de base clara.

Pereira & Dantas (2005), avaliaram a adição do rejeito fino do beneficiamento do caulim, conhecido como “siri” para compor argamassa de assentamento utilizaram o resíduo fino na composição de argamassa de assentamento interno. Para determinar a adequação do rejeito de caulim como componente, foi realizado ensaios de compressão e tensão-deformação, o melhor resultado alcançado foi de 2,5 MPa, para um traço 1:2:8, de cimento, cal e “siri”.

Também em 2005, Rocha estudou a adição do resíduo do caulim em traços de argamassa, inicialmente foi realizado um estudo, incorporando de 5% a 20% do rejeito em redução da porcentagem da cal no traço, mantendo a quantidade original de cimento e agregado, além disso, O autor substituiu em outro traço, toda a areia pelo resíduo do caulim,

mantendo as proporções de cimento e cal inalteradas. Rocha realizou ensaios de compressão simples e tração indireta para determinar se os traços se adequaram aos padrões estabelecidos por norma, o que constatou a possibilidade de utilização do rejeito.

Lima & Dantas (2005), avaliaram a utilização dos rejeitos da produção de caulim, tanto o rejeito fino (siri), quanto o grosso (sarrabulho), na composição de tijolos ecológicos e obtiveram resultados superiores aos padrões estabelecidos por norma. Os tijolos ecológicos atingiram aos 7 (sete) dias até 4,58 MPa de resistência à compressão, quando os padrões exigem 1,5 MPa aos 7 (sete) dias para tijolos de vedação.

Vidal et al (2017), avaliaram as propriedades do concreto simples com substituição de 30% do material cimentício por rejeito de caulim e a substituição de 10% de cimento e 30% de areia por rejeito de caulim. Os resultados obtidos caracterizaram os traços em concreto da classe C20, após ensaio de compressão aos 28 dias. O “*slumptest*” da massa composta por 30% de rejeito de caulim em substituição ao cimento apresentou 9 cm de abatimento, a massa composta por substituição de 10% de cimento e 30% de areia por rejeito de caulim apresentou um abatimento de 12 cm. Os valores encontrados para resistência aos 28 dias sugerem a possível utilização do concreto com rejeito de caulim em obras de fundações ou obras provisórias.

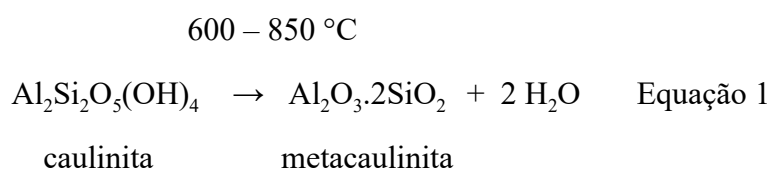
LIMA (2005), estudou o comportamento do concreto simples sem função estrutural com a introdução de rejeito de caulim em substituição de parte do agregado miúdo. O autor utilizou porcentagens de 15% e 20%, em substituição a parte da areia, em traços convencionais de concreto. Os ensaios realizados comprovaram a conformidade do rejeito de caulim na composição do concreto, todos os valores de resistência estão dentro dos padrões da ABNT, o autor verificou também com os ensaios que os blocos moldados com o rejeito de caulim tiveram um acréscimo na absorção de água.

3.2 METACAULIM

O metacaulim é um material com propriedade pozolânica, proveniente da calcinação do argilomineral caulinita (SANTOS, 1975). O termo meta significa em grego “além de”, refere-se a transformação ao qual a caulinita é submetida, cientificamente o termo denota a última hidratação de uma série (MEDINA, 2011). O metacaulim é uma das fases de

transformação do caulim após tratamento térmico em temperatura atmosférica, outras fases são o espinélio de alumínio-silício e a mullite plaquetária.

Segundo Cunha et al. (2010), a obtenção de metacaulim a partir da caulinita é realizada mediante calcinação. A caulinita submetida a altas temperaturas, entre 600 e 850 C, sofre ativação térmica gerando um processo de desoxidrilação, que em outras palavras consiste na perda dos íons hidroxila da estrutura cristalina que se agrupam formando uma molécula de água (H₂O). O resultado é um material formado principalmente por partículas de forma lamelar e elevada finura, esta superior ao cimento portland. Já segundo Shvarzman et al. (2003)^[23], o metacaulim é obtido a partir da calcinação da caulinita a temperaturas entre 700 e 800 C, e o caracteriza como uma fase de transição de alta reatividade. Para ativar a propriedade pozolânica do metacaulim, o caulim deve ser calcinado até próximo da completa desoxidrilação, porém não pode ser superaquecido, de modo a não causar sinterização do material, formando assim um material refratário inerte contendo mullita e espinélio. A Equação 1 representa a transformação da caulinita em metacaulinita.



O principal uso do metacaulim na construção civil é como *filler* pozolânico em concretos, porém o metacaulim também é utilizado como componente em concretos de alto desempenho, concretos de alta resistência inicial, concretos leves, concreto pré-moldado e auto-adensável, produtos de fibrocimento e ferrocimento, esculturas de arte, argamassas e estuque (SABIR et al., 2001).

A incorporação do metacaulim no concreto e em argamassa confere melhoramento em propriedades importantes, como um aumento na resistência a esforços de compressão e flexão, redução da permeabilidade, redução da exsudação, aumento da proteção contra ataques de agentes químicos, redução no potencial para eflorescência de carbonato de cálcio, melhoramento da trabalhabilidade, redução da retração, melhora o empacotamento das partículas da matriz cimentícia, aumenta a densidade e durabilidade da massa e reduz os efeitos da reação álcali-agregado (MOTA et al, 2011) .

Mota et al (2011), estudaram a ação mitigadora do metacaulim frente à reação álcali-agregado, importante patologia que desenvolve-se principalmente em concretos de idades avançadas.

A reação álcali-agregado é um processo químico onde os constituintes dos agregados minerais reagem com substâncias de caráter alcalino presente no concreto, tal reação provoca o surgimento de um gel higroscópico que se expande ao absorver umidade.

A partir da análise das propriedades adicionais que a adição de metacaulim confere ao concreto, como aumento da permeabilidade, elevação da resistência à expansões e maior capacidade de empacotamento das partículas, reduzindo a porosidade do concreto na zona de transição agregado-pasta, foi verificado o comportamento do concreto em relação à RAA⁹. A pesquisa consistiu no desenvolvimento de traços de concreto com diferentes porcentagens de adição de metacaulim. Os traços foram avaliados por meio de ensaios de compressão axial e diametral, absorção e densidade. Os resultados concluíram uma melhora do concreto — em propriedades do concreto que mitigam a RAA — em consequência da adição de metacaulim, propriedades, como aumento da densidade do concreto — devido ao melhor empacotamento das partículas — e redução da porosidade, foram verificados. Conjuntamente, verificou-se uma melhor resposta a esforços de compressão e tração do concreto — no traço que foi utilizado 8% de metacaulim —, aumento do módulo de elasticidade e uma redução na absorção total.

Menezes et al (2009), avaliaram a atividade pozolânica dos resíduos fino e grosso do caulim antes e após calcinação. A pesquisa consistiu na produção de argamassas para alvenaria com adição de resíduo de caulim e com resíduo de caulim ativado termicamente, ou seja, metacaulim. Inicialmente foi realizado os ensaios descritos nas normas NBR 5751 e NBR 5752 com os resíduos de caulim não calcinados, a fim de determinar a atividade pozolânica destes, os resultados obtidos determinaram um baixo potencial pozolânico dos resíduos na condição natural, enquanto que após calcinação, o resíduo indicou índices pozolânicos superiores aos exigidos pela norma. Os resultados dos ensaios de compressão simples realizados, comprovaram o resíduo de caulim como aditivo, uma vez que os valores alcançados com a argamassa com substituição parcial de cimento, foram superiores às argamassas sem resíduo.

⁹ Reação álcali-agregado

Figueiredo et al (2012), estudaram o papel da adição de metacaulim nos concretos no combate a ação dos íons cloretos. A pesquisa avaliou a penetração de íons cloreto de um concreto de referência sem adição de metacaulim e um concreto com adição de metacaulim, mantendo parâmetros como água-cimento da mistura, constantes. Para análise da resistência frente ao ataque de cloretos, os corpos de prova foram submetidos à ciclos de submersão em solução contendo cloreto de sódio e períodos de secagem ao ambiente. Após o ciclo de ataque, os corpos de prova foram rompidos por compressão diametral, em seguida, a face fraturada do corpo de prova recebeu aspersão de uma solução de nitrato de prata, composto capaz de reagir com o cloreto e formar cloreto de prata. Os resultados obtidos evidenciaram uma melhor resposta do concreto com adição de metacaulim diante aos ciclos de ataque de cloretos, bem como verificou-se uma maior densidade na zona de transição e consequente redução de porosidade do concreto com o metacaulim em comparação ao concreto de referência.

3.3 POZOLANAS

É o nome dado inicialmente a rochas de origem vulcânicas, constituídas por material argiloso, siltoso e arenoso com altos teores de sílica reativa. O nome pozolana é em alusão a comuna italiana Pozzuoli, localizada nas proximidades do vulcão Vesúvio. A pozolana é material silicoso ou sílico aluminoso, com alta porcentagem de sílica em forma reativa (SiO_2) que reagindo com hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) origina silicatos de cálcio hidratados (MEDINA, 2011). Segundo Malquori (1960) apud Montanheiro et al. (2003), a reação pozolânica acontece devido a sílica e a alumina possuírem vulnerabilidade frente ao hidróxido de cálcio, pela fraqueza e instabilidade de suas ligações estruturais no material original. O termo hoje é utilizado para designar todo material com propriedade pozolânica, minerais encontrados na natureza, materiais produzidos por meio industrial, como também minerais naturais que sofreram processo de calcinação para ativação da propriedade.

A norma brasileira NBR 12653 (ABNT, 2012), define material pozolânico como:

Materiais silicosos ou silicoaluminosos que, por si só, possuem pouca ou nenhuma atividade aglomerante, mas que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos com propriedades aglomerantes. (ABNT, 2012).

Alguns dos materiais com propriedades pozolânicas são: sílica ativa, cinzas volantes, vidro vulcânico, tufo vulcânico, sílica opalina e argilas calcinadas, entre elas o metacaulim. A utilização de materiais com propriedades pozolânicas no concreto gera inúmeros benefícios, Saad et al. (1982), relata uma série de benefícios gerados pela utilização de materiais com propriedades pozolânicas no concreto, são elas:

- Redução da expansão e fissuração do concreto devido à reação álcali-agregado.
- Redução da porosidade e maior densificação da zona de transição agregado-pasta.
- Aumento da resistência a esforços.
- Melhoria da plasticidade e controle da exsudação.
- Aumento da durabilidade devido maior impermeabilização.

3.4 GEOPOLÍMERO

Geopolímero é um termo criado na década de 1980 por Joseph Davidovits, para denominar polímeros (macromoléculas) sintéticos inorgânicos de aluminossilicatos que surgem a partir de uma reação de geopolimerização ou ativação alcalina. A reação de geopolimerização consiste na formação de grandes cadeias de aluminossilicatos semelhante as zeólitas, após a reação de um mineral com alto teor de sílica e alumina amorfa — como é o caso do metacaulim — com uma solução alcalina, também chamada de ativador, este geralmente é uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH) e silicato de sódio ou potássio (WALLAH, 2006). Segundo o próprio Davidovits, o geopolímero é uma adaptação moderna dos processos de estabilização de solos cauliníticos ou lateríticos com hidróxido de cálcio (CaOH_2) já realizada pelos romanos no período da antiguidade para a produção de materiais com função estrutural, esta técnica produzia o que popularmente é conhecido hoje como concreto romano ou “*Opus caementicium*” (DAVIDOVITS, 1994).

Segundo Pinto (2004), *apud* Vassalo (2013), O mecanismo envolve a dissolução de Al e Si na solução alcalina, seguida por uma policondensação, de modo a formar um gel que é transformado em uma rede tridimensional de estrutura silico-aluminato. Para ocorrer a reação e a formação dos polissialatos — termo que denomina as grandes cadeias do geopolímero — é necessário a presença de um composto com altos teores de sílica e alumina amorfa, que

recebe o nome usual de precursor e uma solução alcalina de alto pH, com valores próximos ou superiores a 13, responsável pela dissolução da sílica e da alumina amorfa.

Os principais precursores utilizados na produção de geopolímeros são a escória de alto forno, as cinzas volantes e as argilas calcinadas. Entre as argilas, o caulim é a fonte de aluminossilicatos mais utilizada, e frente a outras fontes, o geopolímero obtido a partir do caulinita é um material com menos impurezas e de mais fácil caracterização, visto que a cinza volante e escória alto forno possuem diversas fases cristalinas e vítreas (DUXSON et al., 2005). A Figura 3 abaixo, exhibe 3 (três) diferentes exemplos de blocos geopoliméricos obtidos a partir de diferentes precursores em comparação a um bloco de concreto convencional. Da esquerda para direita, geopolímero de Cinza Volante Pulverizada (Pulverised Fly Ash, PFA), o segundo representa um geopolímero produzido a partir da caulinita calcinada, o terceiro bloco representa um geopolímero produzido a partir de Escória de Alto Forno Granulada (Ground Granulated Blast Furnace, GGBS).

Figura 3 - Blocos de geopolimeros



Fonte: Desconhecida

Os ativadores são líquidos alcalinos baseados principalmente em metais do grupo dos metais alcalinos, visto que estes possuem alto poder reativo em contato com a água e formam hidróxidos, os principais hidróxidos utilizados são o hidróxido de sódio e o de potássio, por apresentarem alto poder de reatividade e eletropositividade, essencial para estabelecer o equilíbrio da molécula neutralizando o excesso de cargas negativas produzida pelo alumínio. Além do hidróxido, as soluções ativadoras contam com silicatos, em especial o silicato de

sódio ou o silicato de potássio, os silicatos são responsáveis por estabelecer a ligação entre os componentes e excepcionalmente para o silicato de sódio, a função adicional de servir como uma fonte complementar sílica.

Pinto (2006), argumenta que devido a algumas limitações de seu comportamento mecânico, desempenho face às condições químicas do meio envolvente e devido seu considerável potencial poluidor, o concreto de cimento portland, deve abrir espaço cada vez mais para concretos com maiores teores de adições minerais e aos geopolímeros. Em consideração as vantagens que a substituição de concretos de cimento portland por geopolímeros pode apresentar, Cunha (2013) listou:

- Matéria prima abundante, sendo possível produzir geopolímeros a partir de pozolanas, calcinação de argilas ou aluminossilicatos de resíduos industriais;
- Economia de energia e sustentabilidade, visto que a produção de geopolímeros requer menores quantidades de energia e baixa emissão de CO₂;
- Processo de produção simples, limitando-se a mistura de pozolanas com um ativador alcalino;
- Acelerado ganho de resistência;
- Excelente durabilidade, apresentando resistência a ataques de ácidos e de sulfatos;
- Elevada resistência ao fogo;
- Baixa condutividade térmica, valores entre 0,24 a 0,3 W/m.K;
- Capacidade de imobilização de íons de metais pesados.

Além dos usos como material de construção, os geopolímeros são compostos que possuem vários campos de emprego, entre eles, como material com propriedades refratárias, como material imobilizador de resíduos tóxicos, metais pesados e até materiais radioativos, como dormentes de linha férrea, em painéis pré fabricados, compósitos para revestimento anti-fogo em aeronaves, restauração de monumentos, melhoramento de solos, proteção de estruturas degradadas, balística, entre outros.

Como a pesquisa desenvolvida tem por premissa a utilização de rejeito de caulim calcinado, de modo a este adquirir propriedades semelhantes ao metacaulim, se faz necessário expor algumas condições expressas na literatura para que ocorra a geopolimerização. Duxson,

(2007) apud Hartmann (2016) apresenta algumas relações entre os componentes do geopolímero, essas relações são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Relações molares ideais geopolímero

RELAÇÕES MOLARES		
MÍNIMO		MÁXIMO
0,2	$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0,48
3,3	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	4,5
0,8	$\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$	1,6
10	$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$	25

Fonte: DUXSON, 2007

Para Davidovits (1994) apud Vassalo (2013), a razão molar $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ deve estar compreendida entre 4: 1 e 6,6: 1, sendo M um cátion metálico, e a razão molar entre $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ deve estar compreendida entre 1:5,5 e 1:6,5. Outros pesquisadores, como Aquino *et al.* (2001) e Temujin *et al.* (2009), determinaram critérios em relação às proporções atômicas de silício e alumínio, a razão ideal determinada para a razão Si/Al pelos autores variou entre 1,5 à 2.

Outros autores sugerem também a importância do hidróxido utilizado e de sua concentração, em relação à escolha de sódio ou potássio, Peng *et al.* (2015) apud Rocha (2017), alegam uma maior resistência de geopolímeros produzidos com hidróxido de sódio em comparação aos produzidos com hidróxido de potássio, evidenciando que os produzidos com potássio apresentam uma maior quantidade de poros na estrutura, o que causa um enfraquecimento do material. Em relação a concentração da solução, Temujin *et al.* (2009), relatam que a utilização de soluções com alta concentração de hidróxido, ocasiona uma melhor dissolução dos materiais sólidos, aumenta o poder da reação de geopolimerização e por consequência eleva a resistência à compressão.

Vassalo (2013), estudou a obtenção de um geopolímero por ativação de metacaulim com solução alcalina de hidróxido de sódio, curado em temperatura ambiente e em estufa a 85 ± 3 °C. Foi moldado traços de geopolímero com diferentes molaridades do ativador alcalino, soluções com 12 mol/L, 15 mol/L e 18 mol/L de NaOH em água, parte das amostras foram curadas à temperatura ambiente enquanto que a outra metade em estufa. As amostras foram

submetidas a ensaio de compressão na idade de 7 dias e 28 dias, os resultados apontaram que tanto a amostra de 12 mol/L de solução alcalina curada em estufa e a curada em temperatura ambiente alcançaram maiores valores de resistência com uma leve superioridade do geopolímero curado em estufa.

Semelhante a Vassalo (2013), Cascaes (2016), realizou estudos utilizando o metacaulim como agente precursor e o hidróxido de sódio como solução ativadora. O estudo consistiu na formulação de diferentes traços de pastas geopoliméricas, variando a quantidade de metacaulim na mistura em substituição por cinza de casca de arroz e mantendo constante a concentração da solução ativadora em 10 mol/L e a relação de sólido/solução em 1,2. Cascaes avaliou propriedades da pasta no estado fresco e no estado endurecido, e obteve os maiores valores de resistência à compressão nos compostos com menores teores de substituição de metacaulim por cinza de casca de arroz.

3.5 ARGAMASSAS GEOPOLIMÉRICAS

Argamassa é o termo conhecido popularmente para denominar uma mistura de pasta de cimento (cimento Portland + água) e areia, ou seja, uma mistura entre um material reativo, no caso o cimento Portland, um material ativador representado pela água e um material inerte, caso da areia, responsável por dar carga a mistura. A ABNT NBR 13281 (2001), define argamassa como:

Mistura homogênea de agregado(s) miúdo(s), aglomerante(s) inorgânico(s) e água, contendo ou não aditivos ou adições, com propriedades de aderência e endurecimento, podendo ser dosada em obra ou em instalação própria (argamassa industrializada). (ABNT NBR 13281:2001)

Atualmente existe uma infinidade de compostos que também são conhecidos como argamassa e podem substituir a argamassa tradicional de cimento Portland, um desses compostos é a argamassa polimérica, onde o cimento dá espaço para resinas sintéticas e o agregado miúdo na maioria das vezes é constituído por pó de pedra em substituição a areia. A argamassa geopolimérica é um outro composto com as características similares a argamassa tradicional, de mesmo modo, é constituído por um aglomerante, um agregado miúdo e por uma solução capaz de reagir com o aglomerante e produzir uma rocha artificial após um período de cura. Na argamassa geopolimérica a função de aglomerante é exercida por um

mineral com alto teores de substância reativa amorfa, enquanto que a função exercida pela água, é desempenhada por uma solução capaz de realizar a dissolução desta substância amorfa, o que de fato é realizado por uma solução alcalina.

Na construção civil os principais empregos das argamassas é no assentamento de alvenaria e placas cerâmicas, no revestimento de paredes, na impermeabilização e regularização de superfícies e como acabamento, para tais a argamassa deve possuir propriedades como coesão e consistência, trabalhabilidade, aderência, resistência mecânica, enrijecimento, durabilidade, entre outros, propriedades que não são exclusivas apenas de compostos a base de cimento Portland.

Rocha (2017), estudou o comportamento mecânico da argamassa geopolimérica produzida com metacaulim e areia quartzosa, com diferentes composições da solução ativadora, utilizando silicato de sódio, silicato de potássio, hidróxido de sódio e potássio. Os resultados obtidos pelo autor, alcançaram altos valores de resistência aos 28 dias e comprovaram o acelerado ganho de resistência do geopolímero frente aos compostos com cimento Portland, visto que aos 3 dias a argamassa geopolimérica já possuía um valor entre 72% a 81% do resultado alcançado aos 28 dias, Rocha também verificou que as argamassas produzidas com silicato de sódio alcalino apresentaram um ganho de resistência inicial mais rápido em comparação aos produzidos com silicato de potássio, embora a microestrutura das argamassas de silicato de potássio se mostraram mais densas e menos porosas, o que fez Rocha concluir que as argamassas produzidas com silicato de potássio apresentaram no geral melhor desempenho.

Hartmann (2016), estudou a produção de argamassas geopoliméricas leves a partir de metacaulim, cinza de casca de arroz e pó de alumínio como formador de poros. Os resultado obtidos por Hartmann, confirmaram a eficácia do pó de alumínio como incorporador de poros, porém o pó de alumínio também foi determinante na redução da resistência mecânica da argamassa.

4 MATERIAIS E EQUIPAMENTOS

4.1 REJEITO DE CAULIM

O rejeito proveniente do beneficiamento do caulim é o principal material da pesquisa, a empresa Bentonorth Minerais LTDA, de onde o rejeito foi adquirido especificamente beneficia o caulim para utilização como carga na indústria de tintas. A empresa que cedeu o caulim, fica localizada na região do Junco-Equador, divisa entre os estados da Paraíba e Rio Grande do Norte, mais especificamente no município de Equador, RN, esta região do Nordeste é conhecida por ter uma grande reserva de caulinita de alta pureza. Apesar da alta qualidade do caulim da região, o beneficiamento do caulim é feito por via úmida ainda de forma bastante artesanal, o que acarreta em um grande desperdício de matéria-prima e geração de grande quantidade de rejeitos.

O rejeito do beneficiamento pode ser separado em dois materiais distintos, que diferem tanto na granulometria das partículas como na composição química. O rejeito mais fino é conhecido popularmente como “siri” e o rejeito de maior granulometria como “sarrabulho”.

4.1.1 SARRABULHO

O sarrabulho é o rejeito de granulometria grossa da cadeia de produção do caulim, é obtido nas etapas iniciais do beneficiamento, como foi descrito no item 3.3 deste trabalho. O material foi recolhido diretamente nas dependências da empresa, estava disposto ao ar livre em uma pilha de grandes dimensões, assim como o exposto na Figura 4. Foi retirado uma quantidade de cerca de 40 kgs da pilha, sem escolher previamente a qualidade do material. O “sarrabulho” utilizado na pesquisa foi caracterizado para verificar a sua adequação para ser utilizado como agregado miúdo.

Figura 4 - Rejeito grosso (Sarrabulho)
depositados ao ar livre



Fonte: COSTA, 2006

A composição do “sarrabulho” é composta por materiais de diferentes composições e granulometria, pequenas rochas de granulometria superior a 4,5 mm, cristais de quartzo, mica, areia e material fino passante na peneira N #200.

4.1.2 SIRI

O “siri” é a parcela do rejeito de granulometria mais fina, obtido após o processo de peneiramento do beneficiamento, todo o seu processo de obtenção foi descrito no item 3.3 deste trabalho. Da mesma forma que o “sarrabulho”, o rejeito mais fino foi recolhido nas dependências da fábrica e também se encontrava disposto ao ar livre. Assim como o rejeito de granulometria grossa, foi recolhido aproximadamente 40 kgs de material. A Figura 5, apresenta o material sem nenhum processo de tratamento, assim como recolhido.

Figura 5 - Rejeito fino de caulim



Fonte: Autor, 2018

A pesquisa tem a finalidade de obter com a calcinação do material fino propriedades semelhantes ao metacaulim, ou seja, se espera obter depois da calcinação do rejeito — que segundo a literatura tem altos teores de caulinita — um produto com propriedades pozolânicas e capaz de sofrer geopolimerização. Para isso, é importante que o rejeito fino após tratamento térmico tenha composição mineral próxima ao do metacaulim, altos teores de sílica e alumina reativa amorfa. A empresa METACAULIM DO BRASIL INDÚSTRIA E LTDA, disponibiliza “*on-line*” uma ficha de informações técnicas (Tabela 2) acerca do produto Metacaulim de Alta Reatividade, contendo a composição mineralógica, informações toxicológicas, de armazenamento, entre outros, conforme a NBR 14725:4 (2014)^[46]. Para parte dos dados utilizados nos procedimentos da pesquisa, utilizou-se os valores da indústria como referência.

Tabela 2 - Composição físico química do Metacaulim HP ULTRA
 PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS

ESTADO:	SÓLIDO			
FORMA:	PÓ SECO OU TORRÃO ÚMIDO			
MASSA ESPECÍFICA:	2,60 g/cm ³			
MASSA UNITÁRIA:	300 a 1000 kg/m ³			
COR:	BRANCO, ROSA, LARANJA OU AVERMELHADO			
ODOR:	INODORO			
pH:	6,2 a 7,5			
	SiO ₂	50,0 a 65%	Al ₂ O ₃	27,0 a 44,5%
	Fe ₂ O ₃	< 5,0%	MgO	< 0,5%
	CaO	< 0,5%	SO ₃	< 0,1%
	Álcalis totais	< 3,0%	P.F.	< 14%

Fonte: *Homepage* da Metacaulim Brasil, 2018

4.2. HIDRÓXIDO DE SÓDIO

O hidróxido de sódio utilizado como ativador alcalino, foi adquirido em mercado local na cidade de João Pessoa. Inicialmente optou-se por escolher um material que possuísse informações referentes a porcentagem de hidróxido de sódio e sais inertes, buscou-se no mercado uma soda cáustica com pureza entre 96 a 99% de hidróxido de sódio. Como não foi possível encontrar na região um hidróxido de sódio que atendesse às exigências iniciais, foi adotado o hidróxido de sódio da marca Indaiá, devido ser o produto mais comum no comércio.

O hidróxido de sódio adquirido, é vendido em escamas, sua embalagem contém 1 kg do material, sua composição indicada é de hidróxido de sódio e carga, não sendo informado qual seja a composição desta carga e seu teor, porém pesquisas feitas sobre o produto, indicam que a concentração de hidróxido de sódio esteja por volta de 70% do conteúdo.

4.3. SILICATO DE SÓDIO

O silicato de sódio utilizado na pesquisa, foi disponibilizado pelo LABEME¹⁰ da UFPB. O silicato de sódio pode ser encontrado à venda na forma sólida e na forma líquida. O material em questão é produzido pela empresa PERNAMBUCO QUÍMICA S/A, o nome comercial do produto é REOSIL 2001.

O silicato de sódio tem fórmula química Na_2SiO_3 , massa molar de aproximadamente 122,06 g/mol e sua solubilidade em água é de 200 g/L.

4.4. MOINHO DE BOLAS

O moinho de bolas (Figura 6) utilizado na pesquisa, foi cedido para utilização do aluno pelo LABEME. O moinho em questão foi produzido pela empresa Contenco, é acionado eletricamente, possui programador digital para controlar o número de giros, não sendo possível alterar a frequência do aparelho.

¹⁰ Laboratório de Ensaio de Materiais e Estruturas

Figura 6 - Moinho de bolas



Fonte: Autor, 2018

4.5. FORNO REFRÁTARIO

O forno refratário utilizado na etapa de calcinação do rejeito fino foi o modelo Linn Elektro Therm (Figura 7), que funciona pelo mecanismo de resistência elétrica para alcançar altas temperaturas, chegando a ultrapassar 1000 °C, através de solenóides metálicos dispostos nas paredes do forno que são revestidos com material cerâmico refratário.

Figura 7 - Forno refratário



Fonte: Autor, 2018

5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

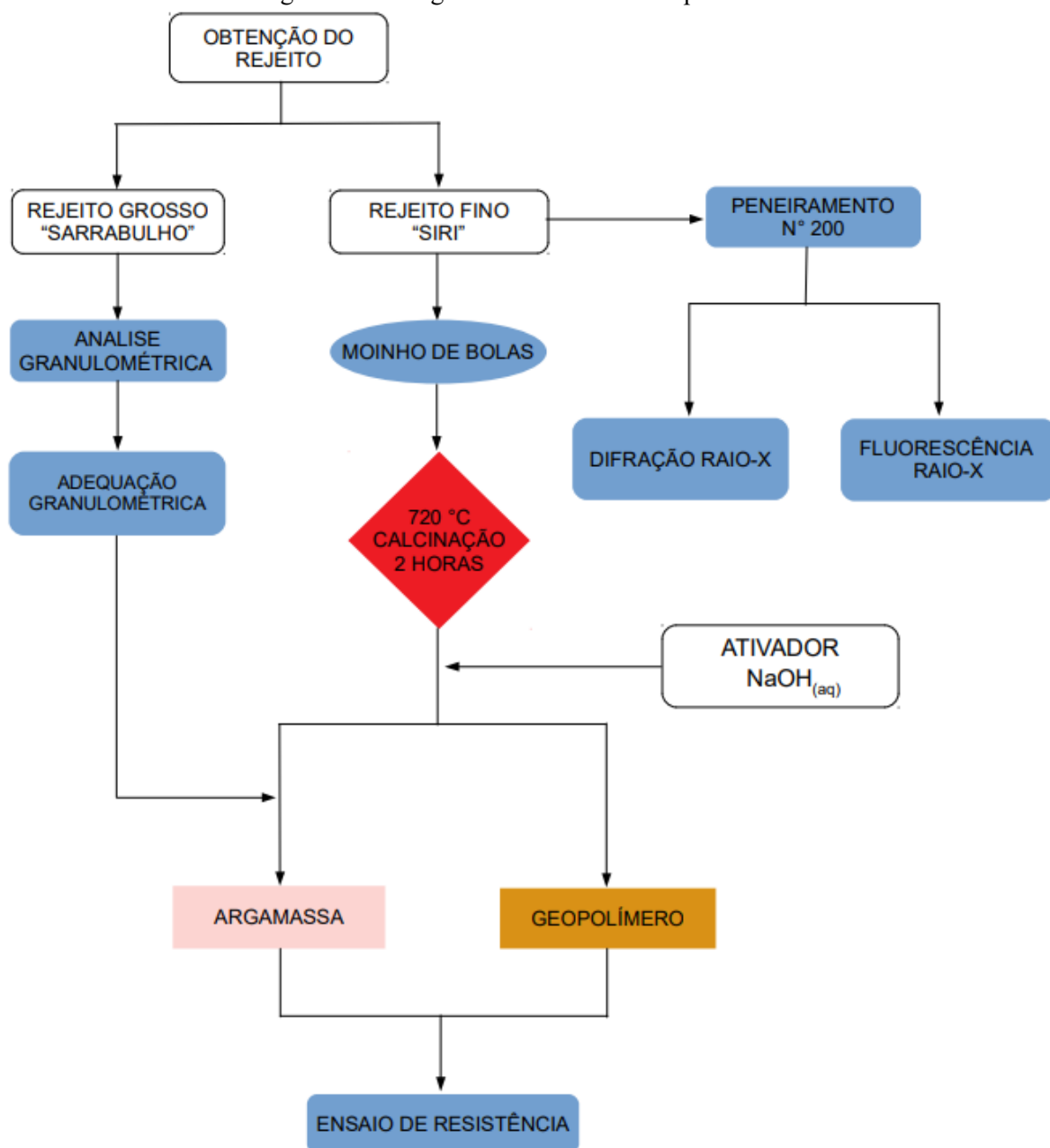
5.1 RESUMO EXPERIMENTAL

De forma resumida, os experimentos realizados e descritos neste trabalho tiveram como objetivo:

- Avaliar a qualidade e adequação do rejeito grosso do beneficiamento do caulim como agregado miúdo em argamassas por meio de análise granulométrica e comparação do resultado com as especificações para agregados descrita na norma brasileira ABNT NBR 7211 (2005);
- Avaliar a capacidade geopolimérica do rejeito fino do caulim com hidróxido de sódio, após processo de calcinação em forno;
- Avaliar o ganho de resistência da argamassa produzida por rejeito fino de caulim calcinado e rejeito grosso.
- Avaliar a capacidade adesiva da argamassa por meio de ensaio de arrancamento, baseado na NBR 14084 (2005).

Uma representação esquemática que melhor descreve o procedimento experimental realizado, é apresentado na Figura 8.

Figura 8 - Fluxograma com o resumo experimental



Fonte: Autor, 2018

5.2 CARACTERIZAÇÃO E ADEQUAÇÃO DO REJEITO GROSSO PARA UTILIZAÇÃO COMO AGREGADO MIÚDO NA ARGAMASSA

A NBR 7211 (2005), determina as especificações para agregado miúdo no concreto, por não possuir uma norma específica para agregado miúdo em argamassas, esta norma foi utilizada em substituição. A norma estabelece como agregado miúdo os grãos passantes na peneira de abertura 4,75 mm e os retidos na peneira de abertura 150 µm (ABNT, 2005).

A Quadro 1 apresentada abaixo, retirada da NBR 7211 de 2005, apresenta os limites da distribuição granulométrica para um material se enquadrar dentro das especificações de agregado miúdo para ser utilizado no concreto convencional de cimento Portland.

Quadro 1 - Limites aceitáveis para utilização de agregado miúdo no concreto

Peneira com abertura de malha (ABNT NBR NM ISO 3310-1)	Porcentagem, em massa, retida acumulada			
	Limites inferiores		Limites superiores	
	Zona utilizável	Zona ótima	Zona ótima	Zona utilizável
9,5 mm	0	0	0	0
6,3 mm	0	0	0	7
4,75 mm	0	0	5	10
2,36 mm	0	10	20	25
1,18 mm	5	20	30	50
600 µm	15	35	55	70
300 µm	50	65	85	95
150 µm	85	90	95	100

Fonte: ABNT NBR 7211, 2005

O procedimento consistiu em dispor o material ao ar livre para reduzir a umidade, em seguida foi retirado duas amostras de 1000 gramas e realizado a análise granulométrica por peneiramento e agitação manual.

Foi realizado uma média dos resultados da análise granulométrica do rejeito grosso de caulim e os valores da distribuição foram comparados com os limites determinados pela NBR 7211: 2005, a fim de definir se o rejeito grosso pode se enquadrar como agregado miúdo.

5.3 OBTENÇÃO DE MATERIAL REATIVO A PARTIR DA CALCINAÇÃO DO REJEITO FINO

5.3.1 ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA

A fim de determinar as porcentagens de sílica e alumina do material, uma amostra — passante na peneira de N #200 — foi enviada a um laboratório para realização de ensaio de difração de raios-x, para avaliar a cristalinidade do material, e fluorescência de raios-x com intuito de identificar e quantificar quais materiais constituem o rejeito.

5.3.2 DESTORROAMENTO DA AMOSTRA

A amostra do rejeito fino de caulim se encontrava com a presença de torrões e com certa umidade. O moinho de bolas foi utilizado para aumentar a finura da amostra, de modo a melhorar a calcinação.

O moinho passou previamente por um processo de limpeza, para retirar vestígios de moagens anteriores. Antes da introdução do material no moinho, o material foi dividido em duas amostras, foi pesado e colocado em bateladas diferentes dentro do moinho de bolas, o peso em bolas que foi colocado dentro da máquina correspondeu a 20% do peso da amostra. O material foi submetido a 30 minutos dentro da máquina à uma frequência de 60 RPM.

5.3.3 CALCINAÇÃO DO REJEITO FINO

Após o destorroamento, o rejeito fino foi ao forno à uma temperatura de 720° C por 2 horas. O material foi pesado inicialmente antes de ser introduzido no forno, a fim de determinar posteriormente quanto de massa o material perdeu devido à desoxidrilação da caulinita.

Após a calcinação ambas amostras foram novamente pesadas a fim de determinar em massa a perda de íons hidroxila OH por ação da calcinação. Segundo Shvarzman et al. (2003), a porcentagem de perda de massa durante a calcinação da caulinita corresponde 13,76%. Também após a etapa de calcinação uma amostra passante na peneira de número #200 foi separada para envio ao laboratório de análise.

5.4 ATIVAÇÃO ALCALINA

A produção do geopolímero foi realizado de duas formas distintas, em virtude da inexistência de dados físico-químicos da amostra de rejeito fino calcinado, não obtidos devido às dificuldades na realização de ensaios de difração e fluorescência de raios-x. Foi idealizado 5 (cinco) traços experimentais e 3 (três) traços calculados com base em uma composição teórica próxima ao do metacaulim, apresentado na seção 4.1.2 deste trabalho, e nas relações entre os componentes apresentados na seção 3.4. Além dos traços descritos acima, uma pequena amostra de rejeito fino sem ser submetido ao processo de calcinação, foi reservado para a produção de um traço utilizando rejeito fino, hidróxido e silicato de sódio, objetivando verificar se o material sem o tratamento térmico adquiriria enrijecimento.

5.4.1 TRAÇOS EXPERIMENTAIS

Os traços produzidos experimentalmente, foram desenvolvidos partindo exclusivamente da avaliação da consistência da mistura e as proporções do ativador alcalino com teores molares próximos a faixa de 12 mol/L à 18 mol/L, valores adotados em consideração aos estudos de Davidovits (1982).

Optou-se pela produção de cinco diferentes traços, denominados GEO 1, GEO 2, GEO 3, GEO 4 e GEO 5. O traço GEO 1 foi confeccionado sem a adição de silicato de sódio, os traços GEO 1 e GEO 2, foram confeccionados no laboratório de engenharia civil do UNIPÊ e submetidos a cura em estufa a uma temperatura de 85 °C, o traço GEO 3, GEO 4 e GEO 5 foram produzidos no Labeme - UFPB e foram condicionados a cura ambiente. A Tabela 3, apresenta os valores correspondentes aos materiais utilizados em cada traço.

Tabela 3 - Traços experimentais de geopolímero

	GEO 1	GEO 2	GEO 3	GEO 4	GEO 5
ÁGUA (g)	240	80	80	100	100
NaOH (g)	108	40	50	100	30
RFC (g)	400	150	165	150	150
SILICATO DE SÓDIO (g)	-	50	60	100	100
ÁGUA/NaOH	2,22	2,00	1,60	1,00	3,33
CONCENTRAÇÃO (mol/L)	11,25	12,50	15,63	25	7,5
NaOH/RFC	0,27	0,27	0,30	0,67	0,2

Fonte: Autor, 2018

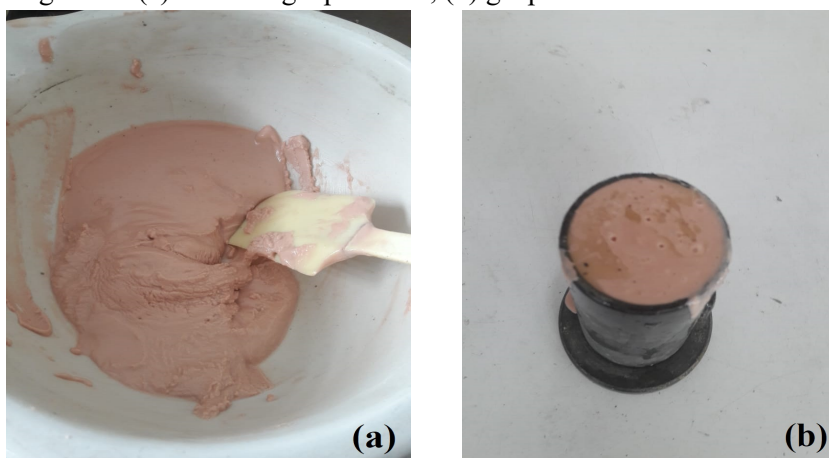
O procedimento consistiu em inicialmente peneirar uma amostra do rejeito fino calcinado na peneira N #200, a fim de se obter um material de maior concentração nos minerais reativos — apenas a fração passante na peneira de N #200 foi contabilizada como rejeito fino calcinado — visto que o rejeito continha bastante minerais inertes e de maior granulometria, enquanto que os materiais retidos na peneira de N #200 e passantes na peneira de N #100 foram guardados para utilização em outra etapa da pesquisa, o material que ficou retido na peneira de N #100 foi descartado.

A preparação do ativador alcalino foi realizado 1 (um) dia antes da mistura entre os componentes, devido às altas temperaturas que são alcançadas com a reação exotérmica do NaOH¹¹ com a água. O processo de preparação do ativador, consistiu em dispor o NaOH em um recipiente cerâmico e aos poucos acrescentar a quantidade de água prevista para a mistura até que a mistura não apresentasse mais nenhuma fase sólida, posteriormente a mistura foi colocada em repouso. Tendo em vista que o NaOH adquirido não possuía pureza elevada em sua composição, e que o valor encontrado para pureza do produto foi de 70%, as quantidades de NaOH na mistura foram corrigidas. A mistura do silicato de sódio foi realizada no dia posterior, por 5 minutos à solução alcalina contendo hidróxido de sódio até a obtenção de uma solução homogênea, posteriormente é adicionado o rejeito fino calcinado na solução de hidróxido de sódio e silicato de sódio, os componentes são misturados manualmente em média por 8 minutos até formar uma pasta com consistência pastosa (Figura 9a).

A mistura preparada permaneceu por alguns minutos em descanso, em seguida foi colocada no molde de dimensão 5 x 10 cm — primeiro valor correspondendo ao diâmetro e o segundo a altura — e por fim a mistura passou por mesa vibratória para saída de ar.

¹¹ Hidróxido de sódio

Figura 9 - (a) Pasta de geopolímero, (b) geopolímero em estado fresco



Fonte: Autor, 2018

5.4.2 TRAÇOS CALCULADOS COM COMPOSIÇÃO TEÓRICA

As bases para o cálculo das proporções dos materiais constituintes da mistura deste segundo procedimento, foi fundamentada nos valores aproximados da composição do metacaulim industrial da Tabela 2 da seção 4.1.2 deste trabalho. Optou-se por adotar para o rejeito fino calcinado os valores médios de sílica e alumina referentes a composição do metacaulim apresentado na Tabela 2, o que acarreta em valores médios de 57,5% de sílica e 35,7% de alumina, estes valores serão levados em consideração para compor as relações molares $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, que segundo a literatura deve estar compreendido entre 3,3 e 4,5 para Davidovits (1982) *apud* Pinto (2004) e Duxson (2007) *apud* Hartmann (2016). Portanto com base na porcentagem média dos compostos e em mãos das massas molares da sílica e da alumina de 60,8g/mol e 101,96g/mol, respectivamente, é possível o cálculo da razão molar entre os dois compostos químicos, o que resulta em um valor de 2,73, valor que se encontra abaixo dos valores limites fixados na literatura. Sendo assim a deficiência de sílica na mistura, será suprida com uma fonte externa rica em sílica, que no caso da pesquisa em questão foi o silicato de sódio.

A metodologia de produção dos 3 traços calculados com uma composição hipotética do rejeito fino calcinado, decorreu de forma idêntica ao processo descrito no item 5.4.1 para produção de traços experimentais. Os traços foram denominados em GEO A, GEO B e GEO C. A Tabela 4 expõe as quantidades de material utilizado na produção dos geopolímeros e algumas relações molares importantes.

Tabela 4 - Traços de geopolímero

	GEO A	GEO B	GEO C
ÁGUA (g)	80	50	60
NaOH (g)	50	20	40
RFC (g)	165	150	150
SILICATO DE SÓDIO (g)	80	100	120
ÁGUA/NaOH	1,60	2,50	1,50
CONCENTRAÇÃO (mol/L)	15,63	10,00	16,67
NaOH/RFC	0,30	0,13	0,27
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	4,42	4,30	4,33

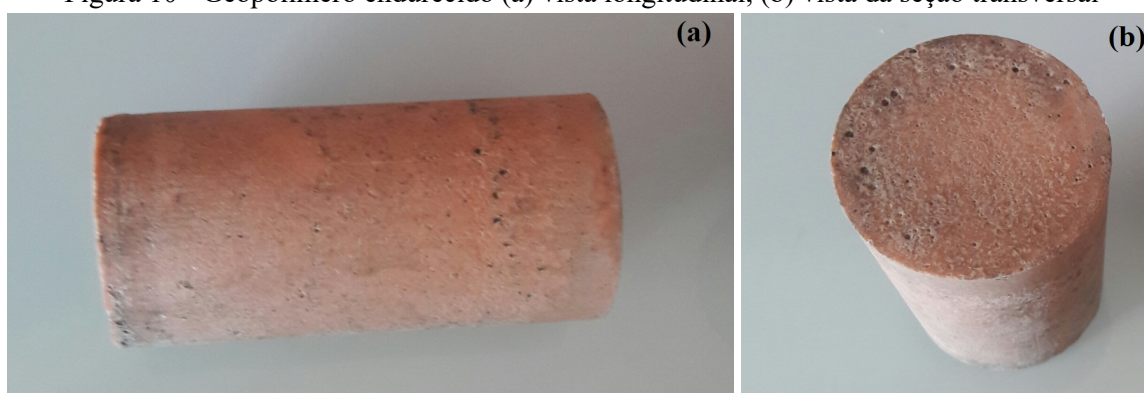
Fonte: Autor (2018)

5.4.3 CURA DAS AMOSTRAS

Após a moldagem dos geopolímeros, foi iniciado o processo de cura, que consistiu majoritariamente em submeter as amostras a uma cura ambiente, ao ar livre, apenas duas amostras foram submetidas a cura em estufa, sendo elas a amostra GEO 1 e a GEO 2. A medida de colocar apenas duas amostras em estufa, teve como objetivo somente avaliar o comportamento da amostra quando exposta a altas temperaturas, não sendo avaliado se o processo de cura em estufa favoreceu o ganho de resistência, visto que o objetivo da experimentação até este ponto era a de verificar a estabilização do geopolímero e identificar qual dos traços produzidos foi o mais promissor para assim, ser utilizado como base na confecção da argamassa geopolimérica.

As Figuras 10 (a) e (b) a seguir, apresentam a aparência do geopolímero produzido neste item, em seu estado endurecido. As manchas escuras presentes nos corpos de prova são decorrência da utilização de óleo de motor como desmoldante.

Figura 10 - Geopolímero endurecido (a) vista longitudinal, (b) vista da seção transversal



Fonte: Autor, 2018

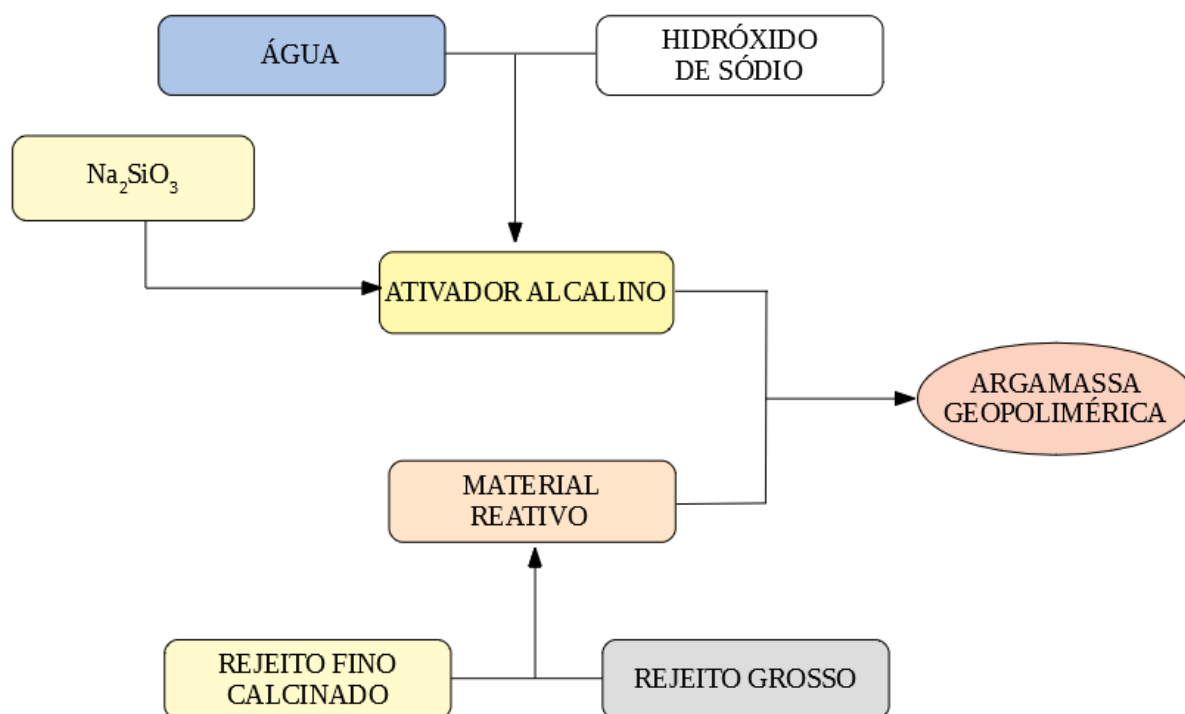
5.5 PRODUÇÃO DA ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA

Assim como o procedimento de produção do geopolímero, a produção da argamassa geopolimérica se deu por dois processos distintos. O primeiro método, consistiu em adicionar a pasta, porcentagens de 10 a 40% de rejeito grosso passante na peneira de abertura 1,18 mm, em relação a massa do rejeito fino calcinado. Enquanto que o outro método consistiu em adequar o rejeito grosso aos limites de utilização do agregado miúdo para concreto, especificado pela norma NBR 7211: 2005, da mesma forma variando a porcentagem do agregado de 10 a 40% em relação a massa de rejeito fino calcinado.

Ambos os métodos de produção da argamassa geopolimérica foram idênticos e só distinguem em como foi determinado a granulometria da amostra de rejeito grosso.

No primeiro procedimento realizado, o rejeito grosso foi submetido ao peneiramento na peneira com abertura de 1,18 mm e foi utilizado na mistura apenas o material passante na peneira, o outro procedimento de obtenção do agregado miúdo, constitui-se em fazer o peneiramento do rejeito grosso, na série de peneiras determinadas pela NBR 7211: 2005, e corrigir os percentuais da amostra a fim de conduzir a amostra para dentro dos limites estabelecidos para agregado miúdo. O ativador, solução alcalina, foi solubilizado em um dia anterior ao dia de preparação, nele foi adicionado o silicato de sódio e após homogeneização da solução, foi misturado a parte sólida da mistura.

Figura 11 - Fluxograma do processo de produção da argamassa geopolimérica



Fonte: Autor, 2018

Os cálculos para as proporções dos compostos químicos da argamassa geopolimérica, embasou-se nas proporções utilizadas na produção do geopolímero que resultaram nas melhores consistências de pasta, e no traço que alcançou a maior resistência e com base nas razões molares entre os componentes.

A Figura 12 trata-se dos materiais constituintes da mistura, da esquerda para direita, são: rejeito fino de caulim calcinado passante na peneira N #200, rejeito de caulim grosso, rejeito fino de caulim calcinado passante na peneira N #100 e retido na peneira N #20, solução alcalina de hidróxido de sódio e água, e silicato de sódio líquido.

Figura 12 - Materiais utilizados para produção da argamassa geopolimérica



Fonte: Autor, 2018

A Tabela 5 apresenta os componentes e sua quantidades nos traços que utilizaram rejeito de caulim grosso passante na peneira de abertura de 1,18 mm e as formulações constituídas pelo rejeito de caulim grosso adequado a curva granulométrica do agregado miúdo NBR 7211: 2005, visto que os traços dos dois procedimentos apenas divergem quanto ao processamento do agregado miúdo.

Tabela 5 - Traços de argamassa geopolimérica

% AGREGADO MIÚDO	10%	20%	30%	40%
MOLARIDADE	7,5 mol/L			
RCF (g)	300	300	300	300
Na ₂ SiO ₃ (g)	200	200	200	200
MOLARIDADE	15 mol/L			
RCF (g)	300	300	300	300
Na ₂ SiO ₃ (g)	200	200	200	200

Fonte: Autor, 2018

As amostras foram curadas ao ar livre e na estufa, os traços que foram previstos para serem ensaiados à compressão simples com a idade de 3 dias e 7 dias, foram curados apenas ao ar livre. Enquanto que as amostras produzidas com previsão de ensaio aos 14 dias de cura, foram curadas ao ar livre, e a outra metade durante os 3 dias iniciais ao ar livre, três dias seguintes em estufa a uma temperatura de 60 °C, e o restante do prazo para completar os 14 dias, os corpos de prova foram curados novamente ao ar livre.

Figura 13 - Traços em estado fresco de argamassas geopoliméricas



Fonte: Autor, 2018

5.6 TESTE DE ADERÊNCIA PARA ARGAMASSA COLANTE

O ensaio de determinação da resistência de aderência da argamassa, foi realizado baseado na norma NBR 14084:2005. O procedimento consistiu em fixar os azulejos no substrato padrão com um traço de argamassa geopolimérica com 20% de rejeito grosso passante na peneira de abertura 1,18 mm. O traço utilizado foi escolhido em considerando a avaliação da consistência e trabalhabilidade dos geopolímeros e argamassas geopoliméricas produzidas anteriormente.

A placa foi submetida à cura normal, e diferente do que preconiza a norma, o ensaio foi previsto para ser realizado com 7 dias de cura. A Figura 14 trata-se dos azulejos fixados no substrato com a argamassa ainda no estado fresco.

Tabela 6 - Traço utilizado no teste de arrancamento

ÁGUA (g)	150
NaOH (g)	118
RFC (g)	520
RCG (g)	110
SILICATO DE SÓDIO (g)	320

Fonte: Autor, 2018

Figura 14 - Argamassa geopolimérica em substrato para ensaio de arrancamento



Fonte: Autor, 2018

5.7 ENSAIO DE COMPRESSÃO

Após a cura das amostras, foi realizado ensaios de compressão com amostras de idade 3, 7 e 14 dias.

5.8 ABSORÇÃO DAS AMOSTRAS

A avaliação da absorção das amostras, foi realizado apenas com os corpos de prova que foram submetidos à ensaio de compressão aos 14 dias e que passaram pelo processo misto de cura em estufa e ao ar livre.

O procedimento consistiu em submeter os corpos de prova a período de 3 dias em estufa a 105 °C e em seguida pesados e imersos em tanque com água até que não houvesse variação em seu peso. Ao fim do período submerso os corpos de prova foram colocados para secar até que sua superfície se encontra-se seca e assim foram novamente pesados. A partir do acréscimo de massa da amostra, é possível determinar a absorção do corpo de prova e seu volume de poros.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

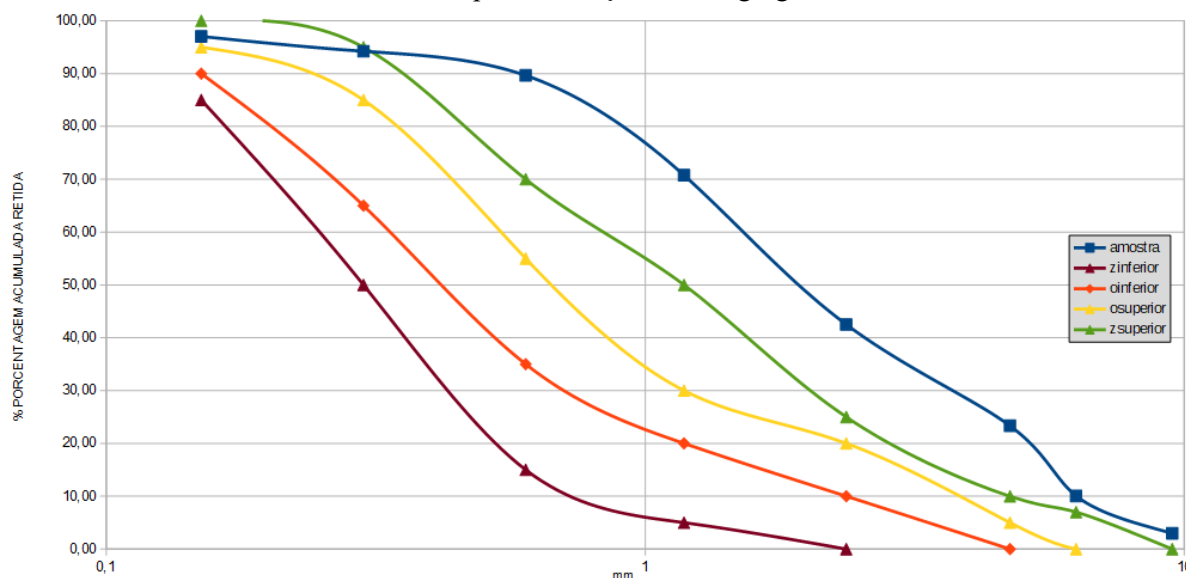
Os resultados obtidos com base nos procedimentos descritos no item 5. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL deste trabalho e suas respectivas análises são definidas em 3 sub-itens, sendo: resultados da análise físico-química, resultados da ativação alcalina e resultados da argamassa geopolimérica.

6.1 ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA

6.1.1 CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO GROSSO

O rejeito de caulim grosso, conhecido popularmente como “sarrabulho” passou por ensaio granulométrico. A Figura 15, é a representação da curva do rejeito grosso em comparação aos limites de utilização para agregado miúdo segundo a norma NBR 7211:2005.

Figura 15 - Gráfico da granulometria do rejeito grosso em comparação aos limites da NBR 7211:2005 para utilização como agregado miúdo



Fonte: Autor, 2018

Notas:

z inferior - zona limite inferior
 o inferior - zona ótima inferior
 o superior - zona ótima superior
 z superior - zona limite superior

Após a realização da caracterização do rejeito grosso optou-se por não realizar os traços de argamassa geopolimérica com agregado miúdo de granulometria superior a 1,18 mm, assim como foi previsto no item 5.5, onde foi idealizado a produção de traços de argamassa com a utilização de agregado miúdo com granulometria entre 4,75 mm e 150 µm, com limites dentro do determinado pela norma NBR 7211:2005. Contudo, a parte granulométrica do rejeito grosso com dimensão superior à 1,18 mm, apresentou uma grande quantidade de material impróprio para o uso na mistura, foi verificado uma numerosa fração do mineral mica, outros materiais de forma lamelar e pequenos torrões de argila, o que representou pouco mais de 50% do todo do rejeito grosso.

6.1.2 CARACTERIZAÇÃO DO REJEITO FINO

Uma pequena amostra do rejeito fino antes e após o processo de calcinação passou por peneiramento na peneira de número N #200 e o material passante foi enviado para análises por raio-x, porém os resultados não foram divulgados dentro do prazo corrente da pesquisa.

A amostra foi separada em duas para correta acomodação dentro do forno refratário, a primeira batelada apresentou uma perda de massa de 12, 3% e a segunda batelada, apresentou uma perda de massa de 11, 9%, valores pouco inferiores aos previstos na literatura, como foi apresentado no item 5.3.3.

6.2 RESULTADOS DA ATIVAÇÃO ALCALINA

A Quadro 2 expõe as cargas totais de ruptura e as resistências à compressão de cada amostra obtidos no ensaio.

A amostra GEO 1, qual foi produzida sem o acréscimo de silicato de sódio não sofreu a estabilização esperada, apesar da amostra ter apresentado enrijecimento, no processo de desmolde ela se fragmentou. Uma possível causa para este comportamento pode ser explicada pela deficiência de sílica na composição, visto que o silicato de sódio — fonte complementar de sílica — não foi adicionado a mistura.

A amostra GEO C, também não sofreu a estabilização esperada, porém a amostra GEO C não alcançou enrijecimento assim como a amostra GEO 1, após 3 dias de cura a amostra ainda se apresentava com consistência pastosa ou semi sólida. Uma causa para este

comportamento pode ter sido ocasionado pela grande quantidade de água e silicato de sódio no traço.

A amostra GEO A, foi a que alcançou a maior resistência no ensaio e por este motivo o traço utilizado na mistura serviu como base para a formulação dos traços de argamassa geopolimérica.

Quadro 2 - Resultado do ensaio de compressão simples

IDADE (dias)	TRAÇO	FORÇA TOTAL (kgf)	RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO (MPa)
7 D I A S	GEO 1	NÃO ESTABILIZOU	
	GEO 2	674	3,4
	GEO 3	1100	5,5
	GEO 4	3190	15,9
	GEO 5	2190	10,9
	GEO A	3717	18,6
	GEO B	1207	6,0
	GEO C	NÃO ESTABILIZOU	

Fonte: Autor, 2018

Figura 16 - Ensaio da amostra GEO A



Figura 17 - Geopolimeros após ruptura



Fonte: Autor, 2018

6.3 RESULTADOS DA ARGAMASSA GEOPOLIMÉRICA

6.3.1 RESULTADO DO TESTE DE ADERÊNCIA

O ensaio de arrancamento de azulejo cerâmico por tração simples sob a condição de cura ambiente, foi realizado em parceria com a empresa ADITEX, com filial em João Pessoa, que disponibilizou seu ambiente, equipamentos e os materiais necessários para realização do ensaio. A realização do ensaio ocorreu após 10 dias de cura normal, devido indisponibilidade de horário dentro do prazo estipulado. O Quadro 3, extraído da NBR 14081:2004, apresenta os requisitos que devem ser atendidos pelas argamassas colantes. Enquanto que a Tabela 7, expõe os valores de pico referentes a ruptura dos corpos de prova e descreve o modo de ruptura do sistema — substrato, argamassa e azulejo — segundo a ABNT NBR 14084: 2005.

Quadro 3 - Requisitos de argamassa colante

Propriedade	Método de ensaio	Unidade	Argamassa colante Industrializada			
			ACI	ACII	ACIII	E
Tempo em aberto	ABNT NBR 14083	min	≥ 15	≥ 20	≥ 20	Argamassa do tipo I, II ou III, com tempo em aberto estendido em no mínimo 10 min do especificado nesta tabela.
Resistência de aderência à tração aos 28 dias em	ABNT NBR 14084	MPa	≥ 0,5	≥ 0,5	≥ 1,0	
- cura normal						
- cura submersa						
- cura em estufa	ABNT NBR 14085	mm	≤ 0,7	≤ 0,7	≤ 0,7	
Deslizamento ¹⁾						

¹⁾ O ensaio de deslizamento não é necessário para argamassa utilizada em aplicações com revestimento horizontal.

Extraído da ABNT NBR 14081:2004

Tabela 7 - Resultado do ensaio de arrancamento de azulejo

C.P	Kgf	MPa	RUPTURA
1	486	1,91	A
2	558	2,19	P
3	187	0,73	A
4	395	1,55	A/P
5	-	-	-
6	472	1,85	S/A
7	686	2,69	S/A
8	611	2,40	F
9	402	1,58	A
10	-	-	-
[+20%]	569,55	2,23	RESULTADO
MÉDIA	474,63	1,86	1,81 MPa
[-20%]	379,70	1,49	

Fonte: Autor, 2018

Notas:

A – ruptura da camada de argamassa colante

P – ruptura da placa cerâmica

A/P – ruptura da interface argamassa e placa cerâmica

S/A – ruptura da interface substrato e argamassa

S – ruptura do substrato

F – falha na colagem da peça metálica

Conforme a recomendação normativa da NBR 14084:2005, os corpos de prova com ruptura do tipo P e F, foram desconsiderados nos cálculos e os valores que se distanciaram 20% da média foram descartados na composição do resultado.

Em relação apenas aos valores de ruptura alcançados, a argamassa geopolimérica pode ser enquadrada como um argamassa colante do tipo AC III, porém o ensaio deve ser realizado em outras duas condições de cura — submersa e em estufa —, também deve ser realizado o ensaio de deslizamento, verificação do tempo em aberto e a integridade dos cordões.

Os azulejos 5 e 10 — que podem ser identificados na Figura 19 como o último espaço da direita da fileira de cima do observador e o último espaço da direita da fileira de baixo do observador, respectivamente —, não foram levados em consideração no ensaio, visto que o azulejo de número 5 se destacou da argamassa durante a preparação da máquina de arrancamento e enquanto ao azulejo de número 10, houve um rompimento da placa de concreto durante o ensaio, inviabilizando seu arrancamento.

Figura 18- Azulejos após arrancamento



Fonte: Autor, 2018

Figura 19 - Substrato padrão após ensaio de arrancamento



Fonte: Autor, 2018

6.3.2 RESULTADO DO ENSAIO DE COMPRESSÃO SIMPLES

O Quadro 4 apresenta os valores de resistência alcançados no ensaio de compressão simples aos 3 dias.

Os traços produzidos com maior concentração da solução ativadora — solução à 15 mol/L — obtiveram na maioria, um melhor desempenho frente aos corpos de prova produzidos com a concentração de 7,5 mol/L, fato este que fortalece conceitos já apresentados na fundamentação teórica deste trabalho que afirmam que uma maior concentração da solução

ativadora reflete em um maior alcance de resistência mecânica. Enquanto que em relação à porcentagem de rejeito grosso nas misturas, os corpos de prova com porcentagens de 20% e 30%, alcançaram os maiores valores, o que pode sugerir que a porcentagem ideal de rejeito grosso para a mistura pode se encontrar entre esta faixa.

Quadro 4 - Resultados ensaio de compressão simples aos 3 dias

IDADE (dias)	CONCENTRAÇÃO ATIVADOR (mol/L)	TRAÇO	FORÇA TOTAL (kgf)	RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO (MPa)
3	7,5	10%	4816	24,05
		20%	7215	36,04
		30%	5763	28,78
		40%	4732	23,63
D I A S	15	10%	5108	25,51
		20%	7559	37,75
		30%	6477	32,35
		40%	4914	24,54

Fonte: Autor, 2018

Figura 20 - Argamassa geopolimérica à 40%



Figura 22 - Argamassa geopolimérica à 20%



Fonte: Autor, 2018

Os valores obtidos no ensaio com as amostras aos 7 dias, estão expostos no Quadro 5. Assim como o esperado houve um ganho de resistência dos traços aos 7 dias em relação aos

corpos de prova rompidos aos 3 dias. O acréscimo de resistência entre as duas idades variou entre 2,1% e 14,14%, em média o crescimento foi de 7,6%.

As amostras apresentaram uma alta resistência à compressão ao serem ensaiadas com pouca idade, assim como o que se espera para o geopolímero, houve um acelerado ganho de resistência aos 3 dias, enquanto que aos 7 dias o material aparenta seguir para a estagnação de sua resistência.

Em comparação ao concreto de cimento Portland que aos 3 dias atinge em média 40% e aos 7 dias alcança em média algo em torno de 70% da sua resistência prevista para sua vida útil, ao contrário do concreto convencional, que apresenta baixa resistência em poucas idades e grandes ganhos ao avanço de sua cura, o material produzido a base de um geopolímero apresenta elevada resistência a poucas idades e pequenos ganhos de resistência ao longo do restante do período da sua cura.

Assim como os valores obtidos no ensaio aos 3 dias, verificou-se uma leve superioridade dos traços produzidos com maior concentração do ativador alcalino e novamente os traços contendo porcentagens de 20% e 30% de rejeito grosso alcançaram os maiores valores de resistência.

Quadro 5 - Resultados ensaio de compressão simples aos 7 dias

IDADE (dias)	CONCENTRAÇÃO ATIVADOR (mol/L)	TRAÇO	FORÇA TOTAL (kgf)	RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO (MPa)
7	7,5	10%	5105	25,50
		20%	7367	36,79
		30%	6455	32,24
		40%	5205	26,00
D I A S	15	10%	5476	27,35
		20%	7992	39,92
		30%	7393	36,92
		40%	5124	25,59

Fonte: Autor, 2018

O Quadro 6, apresenta os valores de resistência à compressão simples das amostras que foram ensaiadas com idade de 14 dias. As amostras se dividem em corpos de prova produzidos com concentração do ativador alcalino em 7,5 mol/L e 15 mol/L, e submetidos a duas formas diferentes de processo de cura.

Ao contrário do que se esperava os valores obtidos foram inferiores em relação aos corpos de prova rompidos com idades de 3 dias e 7 dias. Era previsto que os valores do ensaio

de 14 dias superassem um pouco os valores de 7 dias ou estagnassem, porém alguns traços alcançaram resultados até inferiores que os alcançados nos ensaios anteriores.

O ensaio aos 14 dias também não apresentou correspondência com os anteriores em relação a uma continuidade de maiores resistências nos traços de 15 mol/L em comparação aos de 7,5 mol/L e uma proeminência dos traços produzidos com 20% e 30% de rejeito grosso em relação aos outros, de fato os valores se apresentaram bastante heterogêneos.

A utilização de rejeito como produto principal da pesquisa, de uma certa forma aumenta o número de incertezas dos resultados, em razão do material não possuir processo de caracterização, beneficiamento, desta forma não há total confiabilidade de qual é a exata composição do material.

Algumas hipóteses podem justificar o fato da ocorrência destes resultados:

- Durante a coleta do material fino nas dependências da fábrica, foram enchidos dois baldes de plástico com capacidade para aproximadamente 20 kgs cada, porém os baldes foram preenchidos com materiais que estavam dispostos a uma certa distância um do outro. Visualmente o material contido nos dois baldes possuíam uma pequena diferença quanto sua granulometria, porém este fato foi desconsiderado, visto que ambos passariam por processo posterior de moagem e peneiramento.
- O processo de moagem e calcinação não foi realizado com a junção dos materiais contidos nos dois baldes, devido às dimensões do moinho e do forno. Os procedimentos seguiram estritamente a mesma metodologia para ambas as amostras, porém sempre há um certo nível de incertezas em cada procedimento. Verificou-se que após a calcinação uma das amostras se apresentou com a coloração (cor-de-rosa) mais forte que a outra, que se manteve mais alva.
- As amostras moldadas para rompimento aos 3 e 7 dias foram provindas do mesmo balde e moldados no mesmo dia, enquanto que as amostras de geopolímero e amostras de argamassa previstas para romper aos 14 dias, foram moldadas em uma sucessão de dias e com o material do outro balde.
- O peneiramento com a peneira de número #200 realizado no rejeito calcinado fino antes de cada produção de traço, pode ter sido um outro causador de resultados variados. O peneiramento das amostras rompidas aos 3 e aos 7 dias foi realizado ao longo de um único dia e o rejeito fino base das amostras de geopolímero e das argamassas geopolimérica foram peneirados ao longo de diferentes dias. Uma outro

fator que possa ter influenciado os resultados, conseqüente do peneiramento, é o fato de todo o processo ter sido feito de maneira manual e como adendo o peneiramento da amostra para produção dos corpos de prova rompidas aos 3 e 7 dias foi realizado de forma menos rigorosa, com outras palavras, o peneiramento foi realizado em menor tempo para cada porção, o que pode ter ocasionado uma maior concentração percentual de grãos de menores dimensões.

Quadro 6 - Resultados ensaio de compressão simples aos 14 dias

IDADE (dias)	CONCENTRAÇÃO ATIVADOR (mol/L)	TRAÇO	FORÇA TOTAL (kgf)	RESISTÊNCIA A COMPRESSÃO (MPa)	
1 4 D I A S	7,5	10%	3685	18,4	
		20%	1792	9,0	
		30%	3809	19,0	
		40%	5222	26,1	
		CURA EM ESTUFA	10%	3779	18,9
		20%	2717	13,6	
		30%	2834	14,2	
		40%	3928	19,6	
	15	10%	2905	14,5	
		20%	2763	13,8	
		30%	5711	28,5	
		40%	3433	17,1	
		CURA EM ESTUFA	10%	1538	7,7
		20%	3513	17,5	
		30%	3425	17,1	
		40%	3113	15,5	

Fonte: Autor, 2018.

Figura 22 - Argamassa geopolimérica à 30%



Figura 23 - Argamassa geopolimérica à 40%



Fonte: Autor, 2018

Quanto ao modo de ruptura das amostras, não houve predominância de uma forma usual, houve corpos de prova que se romperam diametralmente, outros romperam diagonalmente, entre outras formas. A Figura 24 apresenta alguns corpos de prova rompidos, onde é possível verificar o modo de ruptura.

Figura 24 - Modo de ruptura dos corpos de prova



Fonte: Autor, 2018

6.3.3 RESULTADO DA ABSORÇÃO DAS ARGAMASSAS

A Tabela 8 abaixo, apresenta os pesos das amostras ensaiadas a 14 dias que foram curadas em estufa e após ensaio de compressão simples foram submetidas a período em estufa de 3 dias — descrito no item 5.8 — e em seguida submersas em água também por 3 dias.

Tabela 8 - Absorção das amostras

CORPO DE PROVA		PESO APÓS ESTUFA (g)	PESO APÓS IMERSÃO (g)	ABSORÇÃO
7,5 Mol/L	10%	213,11	218,24	2,35%
	20%	268,78	279,62	3,88%
	30%	301,67	332,18	9,18%
	40%	181,29	187,78	3,46%
15 Mol/L	10%	114,47	128,35	10,81%
	20%	203,23	226,07	10,10%
	30%	137,42	141,88	3,14%
	40%	228,01	250,72	9,06%
MÉDIA				6,50%

Fonte: Autor, 2018

7 CONCLUSÕES

Em relação estritamente aos resultados obtidos, o trabalho em questão teve como objetivo principal investigar a capacidade do rejeito de caulim na produção de um material com propriedades que justifiquem seu aproveitamento, propor — caso comprovada a qualidade do material — um campo para sua possível aplicação, investigar materiais com propriedades semelhantes ao cimento Portland para aumentar as alternativas ao seu uso e identificar quais os possíveis processos de tratamento o material necessita para sua adequação como material na construção civil.

Os primeiros passos da pesquisa consistiram em tratar o material para a produção de geopolímero. Os resultados obtidos evidenciam que o processo de calcinação é capaz de tornar o material reativo, com propriedades de endurecimento em contato com solução alcalina. Comprovam também o bom desempenho mecânico do geopolímero, chegando a alcançar valores de 15 MPa e 18 MPa no ensaio de compressão simples, mesmo sem o ideal estudo prévio de sua composição.

O outro objetivo visava dar destino ao outro rejeito produzido durante o processo de beneficiamento do caulim, para isso foi idealizado a produção de uma argamassa geopolimérica utilizando o rejeito de granulometria grossa como agregado miúdo. Embora os ensaios e a caracterização do rejeito grosso, identificou que aproximadamente 50% de sua massa é constituída de material impróprio para o emprego em materiais de construção, devido às altas concentrações de friável, porém apresentou material com grãos de dimensão inferior à 1,18 mm adequados a utilização. As argamassas apresentaram bom desempenho mecânico, algumas amostras alcançaram valores próximos a 40 MPa e também apresentaram uma boa propriedade de adesividade.

Apesar de ser um rejeito, o material se mostrou viável para comercialização apenas com simples etapas de peneiramento e calcinação — processos fáceis de serem realizados na indústria —, ainda por ser um rejeito, material sem determinação fixa de sua constituição, podendo se apresentar bastante heterogêneo, os resultados obtidos no ensaio de compressão simples mostraram-se fora do que era esperado, sendo assim é fundamental que uma etapa de caracterização com controle de qualidade seja submetida ao rejeito, a fim de produzir um material fiável.

A análise dos resultados e a experiência com o material revelou ainda, a grande influência dos constituintes da mistura nos resultados, uma vez que pequenas alterações de apenas um componente na mistura já acarretam em grande variação nas propriedades do estado fresco e na resistência mecânica. Por outro lado, fatores como cura, tempo de mistura, vibração para retirada de ar, precisam ser melhores avaliados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

United Nations, Department of Economic and Social Affairs, Population Division (2017). **World Population Prospects: The 2017 Revision**. New York: United Nations, 2017. Disponível em: < https://esa.un.org/unpd/wpp/publications/files/wpp2017_keyfindings.pdf >. Acesso em: 12 set. 2018.

World Health Organization (WHO) and the United Nations Children's Fund (UNICEF). **Progress on drinking water, sanitation and hygiene: 2017 update and SDG baselines**. Geneva: 2017. Licence: CC BY-NC-SA 3.0 IGO. Disponível em: < <http://www.who.int/mediacentre/news/releases/2017/launch-version-report-jmp-water-sanitation-hygiene.pdf> >. Acesso em: 12 set. 2018.

ONU. **Transforming our world: the 2030 Agenda for Sustainable Development**. Disponível em: < <https://sustainabledevelopment.un.org/post2015/transformingourworld> >. Acesso em: 12 set. 2018.

IPCC, WHO, UNEP. **Climate Change and Biodiversity: IPCC Technical Paper V**. IPCC, 2002. Disponível em: < <http://www.ipcc.ch/pdf/technical-papers/climate-changes-biodiversity-en.pdf> >. Acesso em: 13 set. 2018.

STACHERA, T. J.; CASAGRANDE, E. F. J. **Desenvolvimento e a aceleração do crescimento de emissões de CO₂ no Brasil: Cenário de um projeto do PAC no Paraná**. NOCMAT. Cali, Colômbia, 2008.

PINTO, A.T. **Introdução ao Estudo dos Geopolímeros**. Editora UTAD, Portugal, 20 - 22 p., 2006. Disponível em: < <http://www.geopolymer.com.br/PDF/introducao.pdf> >. Acesso em: 20 set. 2018.

MONTE, M. B. M; PAIVA, P. R. P; TRIGUEIRO, F. E. **Técnicas alternativas para modificação do caulim**. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), Série

Rochas e Minerais Industriais , Vol 8, 2003, 50p. Disponível em: < <http://www.cetem.gov.br/series/serie-rochas-e-minerais-industriais/item/102-tecnicas-alternativas-para-a-modificacao-do-caulim/102-tecnicas-alternativas-para-a-modificacao-do-caulim> >. Acesso em: 20 set. 2018

PACHECO-TORGAL, F., JALALI, S. (2009). Ligantes geopoliméricos: uma alternativa ao cimento Portland? Revista INGENIUM, nº 116, pp. 94-96.

SOUSA SANTOS, P. (1992). Tecnologia de argilas, aplicada às argilas brasileiras. 2a ed. vol. 1. São Paulo: Edgard Blücher, Universidade de São Paulo. 1975, 340 p.

BRISTOW, C. M. **World Kaolins - Genesis, Explotation and Application**. Industrial Minerals, p. 45-87, 1987.

BRASIL. DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. **Sumário Mineral - 2016**. Brasília, Brasil, 2016DNPM, 2018. vol 36, 131 p. Disponível em: < <http://www.anm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral/sumario-mineral-brasileiro-2016> >. Acesso em: 21 set. 2018.

ANDRADE, A. L. S.; SOUSA, A. A.; OLIVEIRA, D. F.; MEDEIROS, A. C.; MARACAJA, P. B. **Mineração de caulim no município de Equador-RN Brasil: andragogia e percepção ambiental**.

Revista Brasileira de Gestão Ambiental. Pombal, Brasil v. 9, n.1, p. 27 - 47, jan-dez, 2015. Disponível em: < <https://www.gvaa.com.br/revista/index.php/RBGA/article/view/4797/4127> > . Acesso em: 21 set. 2018

VIDAL, F.W.H.; SANTOS, C.A.M.; ALMEIDA, K.M.; CASTRO, N.F. **Recuperação de Caulim do Rejeito de Beneficiamento em Pequenas Empresa da Região do Seridó (RN-PB)**. In: XXVII Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Belém-PA, 2017. Disponível em: < <http://www.cetem.gov.br/images/congressos/2017/19-FRANCISCO.pdf> >. Acesso em: 22 set. 2018.

NOBRE, L. L. S.; ACCHAR, W. **APROVEITAMENTO DE REJEITOS DA MINERAÇÃO DE CAULIM EM CERÂMICA BRANCA**. Holos, Natal, Brasil. Online, v. 3, p. 13-27, 2010. Disponível em:

< <http://www.redalyc.org/html/4815/481549221002/index.html> >. Acesso em: 22 set. 2018.

VARELA, M.L.; DUTRA, R.P.S.; NASCIMENTO, R.M.; PASKOCIMAS, C.A.; FORMIGA, F. L. **Utilização dos Resíduos Proveniente da Cadeia da Construção Civil e da Indústria do Beneficiamento do Caulim na Produção de Piso Cerâmico de Alta Qualidade**. XXI ENTMMME, Natal, Brasil 2005.

PEREIRA, J. R. C., DANTAS, E. R. **Desenvolvimento de Argamassa de Acabamento Interno com o Aproveitamento de Rejeito de Mineração**. In Anais do XVI Congresso de Iniciação Científica da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brasil. 2005.

ROCHA, A. K. A. **Incorporação de Resíduo de Caulim em Argamassa de Alvenaria**. 2005. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental -Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, Brasil, 2005.

LIMA, V. A., DANTAS, E. R. **Construção de Tijolo Ecológico com Rejeito Oriundo do Beneficiamento de Caulim**. In: Anais do XVI Congresso de Iniciação Científica da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, Brasil. 2005.

ALMEIDA, K.M.; VIDAL, F.W.H.; CASTRO, N.F. **Estudo do Aproveitamento de Resíduos de Caulim do Seridó na Produção de Concreto**. XXIV – Jornada de Iniciação Científica-CETEM. Rio de Janeiro, Brasil. 2016.

SABIR, B. B.; WILD, S.; BAI, J. **Metakaolin and Calcined Clays as Pozolans For Concrete: a review**. *Cement and Concrete Composites*, v. 23, n. 2, p. 441-454, 2001.

LIMA, M. S. **Utilização do Resíduo de Caulim para uso em Blocos de Concreto sem Função Estrutural**. 2005. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental - Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, Brasil, 2005.

SANTOS, P. S. Tecnologia de Argilas Aplicadas às Argilas Brasileiras. 1ªEd., vol.1. São Paulo. Editora Edgard Blücher, 1975.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do Metacaulim em Sistemas Binários com Cimento Portland e Hidróxido de Cálcio**. 2011. Dissertação de Mestrado em Engenharia da Construção Civil - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, Brasil, 2011.

CUNHA, M. F.; FORTI, B.A.; SILVA, B.I.; **Tendências da Normalização de Metacaulim para Uso em Concretos**. In: Reunião Anual do IBRACON 53 - Novas Tecnologias do Concreto para o Crescimento Sustentável. Ceará, Brasil, 2010.

SHVARZMAN, A.; KOVLER, K.; GRADER, G.S.; SHTER, G.E.; **The Effect of Dehydroxylation/Amorphization Degree on Pozzolanic Activity of Kaolinite**. Cement and Concrete Research; v. 33(3); p. 405-416, Estados Unidos, 2003. Disponível em: < https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:36097076 >.

MOTA, J. M. de F.; DOURADO, K. C.; BARBOSA, F. R.; COSTA e SILVA, A. J.; SILVA, E. J.; CARVALHO, J. R.; **Concretos Adicionados com Metacaulim como Agente de Mitigação da RAA**. In: IBRACON - Anais do 53º Congresso Brasileiro do Concreto. Florianópolis, Brasil, 2011.

MENEZES, Romualdo R.; NEVES, G. A.; SOUZA, J.; MELO, W. A.; FERREIRA, H. S.; FERREIRA, H. C.; **Atividade Pozolânica dos Resíduos do Beneficiamento do Caulim para Uso em Argamassas para Alvenaria**. In: Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental. v.13, n.6, p.795-801, Campina Grande, Brasil, 2009. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/rbeaa/v13n6/v13n6a19.pdf> >. Acesso em: 22 set. 2018.

FIGUEIREDO, C. P.; SANTOS, F. B.; CASCUDO, O.; CARASEK, H.; CACHIM, P.; VELOSA, A.; **O Papel do Metacaulim na Proteção dos Concretos Contra a Ação**

Deletéria de Cloretos. IBRACON, vol. 7, 2014, p. 685-708. Disponível em: < <http://www.scielo.br/pdf/riem/v7n4/08.pdf> >. Acesso em: 22 set. 2018.

MALQUORI, G. **Portland-Pozzolan Cement.** In: International Symposium on the Chemistry of Cement, 4, Washington, D.C., 1960. Paper VIII-3, 2:983-1006. *apud* [27]
MONTANHEIRO, T. J.; YAMAMOTO, J. K.; KIHARA, Y. **Proposta de Pré-Qualificação Pozolânica de Materiais Geológicos: Difratomia de Raios X como Método Alternativo.** Revista do Instituto Geológico. São Paulo: 24(1/2), 1-9, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12653: **Materiais Pozolânicos - Requisitos.** Rio de Janeiro, 2012.

SAAD, M.N.A.; ANDRADE, W.P.; PAULON, V.A.; **Properties of Mass Concrete Containing an Active Pozzolan Made from Clay.** Concrete International, v.4, n.11, p.59-65, 1982.

WALLAH, S.E.; RANGAN, B.V. **Low-Calcium Fly Ash-Based Geopolymer Concrete: Longterm Properties.** Faculty of Engineering Curtin University of Technology Perth, Australia, p. 107, 2006.

DAVIDOVITS, J.; **Properties of Geopolymer Cements.** Alkaline Cements and Concretes, Kiev, Ukraine, p. 131–149, 1994.

PINTO, A.T. **Sistemas Ligantes Obtidos por Ativação Alcalina do Metacaulino.** Tese Doutorado, Universidade do Minho, Portugal. 2004 *apud* [33] VASSALO, E.A.S.; **Obtenção de Geopolímero a partir de Metacaulim Ativado.** 2013. Dissertação de Mestrado em Construção Civil - Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, Brasil, 2013. . Disponível em: < <http://www.bibliotecadigital.ufmg.br/dspace/handle/1843/ISMS-9D2MYP> >. Acesso em: 26 set.2018.

DUXSON, P., PROVIS, J.L., LUKEY, G.C., MALLICOAT, S.W.; KRIVEN, W.M.; VAN DEVENTER, J.S.J. **Understanding the Relationship Between Geopolymer Composition,**

Microstructure and Mechanical Properties. Journal of Colloid and Interface Science. A: Physicochemical Engineering Aspects. 2005. 269: 47-58.

CUNHA, M. J. F. M.; **Durabilidade de Geopolímeros Monofásicos.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil - Universidade do Minho, Braga, Portugal, 2013. Disponível em:

<https://repositorium.sdum.uminho.pt/bitstream/1822/30909/1/Disserta%C3%A7%C3%A3o_Mario%20Cunha_2013.pdf>. Acesso em: 23 set. 2018.

DUXSON, P et al. **Geopolymer technology: the current state of the art.** Journal of Materials Science, v. 42, n. 9, p. 2917–2933, 2007. *apud* ^[37]HARTMANN, E. A.; **Argamassa Geopolimérica Utilizando Pó de Alumínio como Agente Formador de Poros.** Tese de Conclusão de Curso em Engenharia de Infraestrutura - Universidade Federal de Santa Catarina. Joinville, Santa Catarina, 2016.

DAVIDOVITS, J. **High-Alkali Cements for 21st Century Concrete in “Concrete Technology, Past, Present and Future.** Proceedings of V. Mohan Malhotra Symposium, Editor: P. Kumar Metha, ACI SP- 144, p.383-397, 1994 *apud* VASSALO, E.A.S.; **Obtenção de Geopolímero a partir de Metacaulim Ativado.** 2013. ^[33] Dissertação de Mestrado em Construção Civil - Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, Brasil, 2013. . Disponível em: < <http://www.bibliotecadigital.ufmg.br/dspace/handle/1843/ISMS-9D2MYP> >. Acesso em: 26 set.2018.

AQUINO W., LANGE D.A., OLEK J., **The Influence of Metakaolin and Silica Fume on the Chemistry of Alkali–Silica Reaction Products.** Cement and Concrete Composites, Vol. 23, p.485-493, 2001.

TEMUJIN, J. ; WILLIAMS, R.P.; RIESSEN, A. VAN. **Effect of Mechanical Activation of Fly Ash on the Properties of Geopolymer Cured at Ambient Temperature.** Journal of Materials Processing Technology, n° 209 p.5276–5280, Austrália, 2009.

PENG, Z.; VANCE, K.; DAKHANE, A.; MARZKE, R.; NEITHALATH, N. (2015) **Microstructural and Si-29 MAS NMR Spectroscopic Evaluations Of Alkali Cationic Effects on Fly Ash Activation**. *Cement and Concrete Composites*. 57: 34– 43. *apud* ^[42]

ROCHA, T. S.; **Argamassas Geopoliméricas com Diferentes Ativadores e seus Comportamento Frente à Elevação da Temperatura**. Dissertação de Mestrado em Engenharia Civil - Universidade Federal do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Campos do Goytacazes, Rio de Janeiro, 2017.

CASCAES, M. E. L.; **Desenvolvimento de Geopolímero a partir do Uso de Metacaulim e Cinza de Casca de Arroz**. Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia de Infraestrutura - Universidade Federal de Santa Catarina. Joinville, Santa Catarina, 2016. Disponível em: < <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/165308> >. Acesso em: 25 set. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13281: **Argamassa Para Assentamento e Revestimento de Paredes e Tetos**. Rio de Janeiro, 2001.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13281: **Produtos químicos — Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente Parte 4: Ficha de informações de segurança de produtos químicos (FISPQ)**. Rio de Janeiro, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7211: **Agregados para concreto - Especificação**. Rio de Janeiro, 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14084: **Argamassa colante industrializada para assentamento de placas cerâmicas – Determinação da resistência de aderência à tração**. Rio de Janeiro, 2005.

DAVIDOVITS, J.; **Mineral Polymers and Methods of Making Them**, United States Patent 4, p.349-386, 1982.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14081: **Argamassa Colante Industrializada para Assentamento de Placas Cerâmicas - Parte 1: Requisitos**. Rio de Janeiro, 2004.

OLIVEIRA, G. C.; **Desenvolvimento de Argamassa Colante Utilizando Resíduo de Caulim**. Tese de Doutorado em Engenharia Química - Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, Brasil, 2016. p. 16

FONTE DESCONHECIDA; **Imagem de Blocos de Geopolimero**. Disponível na internet no domínio: <<https://blogreciclos.wordpress.com/2016/05/02/geopolimeros-aplicados-na-construcao-civil/>>

COSTA, C. G.; Imagem de Rejeito Grosso. **Valorização do Rejeito Proveniente do Beneficiamento de Caulim do Município de Equador-RN**. Disponível em: <http://www.bvsde.paho.org/bvsaidis/uruguay30/BR05386_Gouveia_Costa.pdf>.

METACAULIM DO BRASIL. **Imagem de Metacaulim HP Ultra**. Disponível em: <<http://metacaulim.com.br/impermeabilizantes-metacaulim-hp-ultra.html>>.

METACAULIM DO BRASIL. **Ficha Técnica do Produto Metacaulim HP Ultra**. Disponível em: <<http://metacaulim.com.br/pdf/fispq.pdf>>.