


ÁLCALI-ATIVÇÃO DE METACAULIM E RESÍDUO DE TIJOLO MOÍDO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO: INFLUÊNCIA DA MOLARIDADE E DA TEMPERATURA DE CURA

 <https://doi.org/10.56238/rcsv15n2-008>

Data de submissão: 19/01/2025

Data de aprovação: 19/02/2025

R.C. Novaes-Rangel

Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, Laboratório de Engenharia Civil, Campos dos Goytacazes, Brasil.

E-mail: renancnr@gmail.com

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1155-0062>

D.P. Dias

Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, Laboratório de Engenharia Civil, Campos dos Goytacazes, Brasil.

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1645-1538>

J.C. Soares

Instituto Federal Fluminense - IFF, Campos dos Goytacazes, Brasil.

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8474-3877>

RESUMO

Os cimentos álcali-ativados são materiais de construção que têm origens históricas ligadas aos anos 1940, quando foram explorados como alternativa ao cimento Portland. Ao longo das décadas a pesquisa nessa área progrediu, tornando-os uma opção inovadora e sustentável na construção civil, com propriedades que favorecem a durabilidade e a resistência. Neste estudo, a argamassa com 100% de metacaulim (MC) como precursor atingiu máxima resistência à compressão (34,5 MPa) quando ativada a 12,5 mol/litro e curada a 80°C. Todavia, à medida que o resíduo de tijolo moído (RTM) foi adicionado, o pico da resistência à compressão se deslocou para argamassas de menores concentrações molares do ativador alcalino. A menor resistência foi de 0,4 MPa na amostra com 100% de RTM, ativada com 12,5 mol/litro e curada à temperatura ambiente. Essa diferença de 86,5 vezes tem causas diversas, dentre elas o grau cristalinidade do RTM, a alta viscosidade da mistura, que dificultou a compactação, e a perda de água gradativa pela não formação de uma matriz compacta. No ensaio de absorção de água por capilaridade, as argamassas com 100% de RTM apresentaram eflorescência, evidenciando a baixa viabilidade técnica para sua utilização. Este estudo demonstrou a superioridade do MC em relação ao RTM e o significativo ganho de resistência destas argamassas quando submetidas à cura térmica. Observou-se que a temperatura de cura para baixas molaridades não influenciou estatisticamente a resistência à compressão. Todavia, este fator foi preponderante na quantidade de eflorescência formada.

Palavras-chave: Ativação Alcalina. Metacaulim. Resíduo de Tijolo Moído. Eflorescência.

1 INTRODUÇÃO

A indústria do cimento é uma importante fonte emissora de dióxido de carbono (CO_2), contribuindo significativamente para o aumento dos níveis desse gás do efeito estufa na atmosfera [1]. A produção de clínquer, principal componente do cimento, envolve a descarbonatação do calcário, liberando CO_2 como subproduto. Essas emissões, juntamente com a queima de combustíveis fósseis na fase de produção, exacerbam o impacto ambiental [2]. É estimado que a indústria do concreto irá produzir até o ano de 2050 cerca de 5,5 bilhões de toneladas de dióxido de carbono [3]. Consequentemente, há abundância de pesquisas destinadas a substituir parcial ou totalmente o cimento Portland na construção civil. Os cimentos álcali-ativados destacam-se como uma das alternativas mais promissoras para esta substituição [4].

Estudos destes materiais descritos por Purdon nos anos de 1940 foram os primeiros a obter como resultado ganho de resistência mecânica em compostos à base de escória de alto-forno e hidróxido de sódio, sendo estes considerados um dos marcos nessa linha de pesquisa. As contribuições para o campo dos materiais álcali-ativados foram se intensificando, até que em 1967 Glukhovsky engajou-se no desenvolvimento de materiais à base de soluções de aluminossilicatos com baixo ou nenhum teor de cálcio e metais alcalinos, chamando-os de solos-cimento e concretos de solo-silicato [5].

Glukhovsky observou dois grupos de materiais, o sistema de baixo teor de cálcio (*low calcium*) e o com alto teor de cálcio (*high calcium*) [6]. Foi observado que os produtos do primeiro grupo tinham estruturas 3D-poliméricas, sendo semelhantes às zeólitas naturais, micas e feldspatóides. Os tipos de produtos formados pela álcali-ativação de precursores dependem das condições de cura, natureza do ativador alcalino e dos precursores utilizados, entre outros parâmetros [7].

O sistema *low calcium* [6], que foi utilizado no presente trabalho, é originado do modelo $(\text{Na,K})_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 - \text{H}_2\text{O}$. O produto formado é uma matriz amorfa com propriedades aglomerantes, cujo componente principal é um gel de aluminossilicato conhecido como N-A-S-H ou precursor zeolítico [8].

Os estudos de Davidovits na década de 1940 são considerados outro marco nesta linha de pesquisa, porém foi com o advento de novas tecnologias que foi possível compreender a interação molecular dos produtos da álcali-ativação [8, 9, 10].

Estudos de ressonância magnética nuclear (RMN) demonstraram que, na escala nanoscópica, o gel advindo da álcali-ativação possui estrutura tridimensional, na qual o Si é encontrado sob diversas formas, com predominância das unidades $\text{Q}^4(3\text{Al})$ e $\text{Q}^4(2\text{Al})$. Diferentes tipos de zeólitas (hidroxisodalita, Na-chabazita, zeólita P e assim por diante) são geralmente obtidos como produtos de reações secundárias [11, 12].

A dissolução do siloxano (Si–O–Si) em silanol (–Si–OH) e/ou sialato (–Si–O–) em meio alcalino forma Si–O–R^+ (sendo R íon da Família 1A da Tabela Periódica). A aglomeração desses monômeros formam dímeros (ligações Si–O–Si) catalisados pelas hidroxilas OH^- . Os aglomerados formados da polimerização do $(\text{HO}^-)_3\text{Si–OH}$ crescem e se expandem, gerando coloides. Não obstante, o alumínio do $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, originado no primeiro estágio da ativação, substitui isomorficamente o silício no tetraedro formado. Enquanto o metal alcalino catalisa a reação no primeiro estágio, no segundo ele atua como componente estrutural [9, 11, 12].

No presente trabalho foram utilizados resíduo de tijolo moído (RTM) e metacaulim (MC) como precursores em sistemas ativados com hidróxido de sódio, a fim de estabelecer padrões comparativos entre eles.

A utilização de resíduos de tijolo moído na construção civil tem se destacado como prática sustentável e eficiente. Ao incorporar esses resíduos em processos construtivos, não apenas se evita o descarte inadequado, mas também se beneficiam diversas áreas. O tijolo moído pode ser empregado na produção de argamassas, concretos e blocos, conferindo maior resistência mecânica e reduzindo a demanda por recursos naturais.

Essa abordagem contribui diretamente para a redução do impacto ambiental, promovendo a economia circular na construção. Além disso, a utilização de resíduos de tijolo pode resultar em custos mais baixos, tornando-se uma alternativa economicamente vantajosa. Essa prática alinha-se aos princípios da sustentabilidade na construção civil, demonstrando que é possível promover a eficiência e a responsabilidade ambiental sem comprometer a qualidade das estruturas edificadas.

A utilização de RTM ativado com hidróxido de sódio nesta pesquisa tem viés duplamente ecológico: em primeiro lugar a substituição, total ou parcial, do metacaulim, e em segundo a substituição de uma matéria-prima natural por um resíduo industrial na produção de aglomerantes, bem como oferecer uma alternativa ao cimento Portland na construção civil.

O outro precursor utilizado, o MC, é bem difundido no campo dos materiais álcali-ativados [1, 8, 12], porém a carência de estudos da ativação alcalina apenas com hidróxido de sódio em amplas faixas de molaridade do ativador alcalino foi identificada e, portanto, explorada neste trabalho. A utilização de hidróxido de sódio como ativador alcalino oferece vantagens em relação ao uso de hidróxido de potássio, pelo menor custo e maior disponibilidade do produto.

A formação de eflorescência já foi descrita em diversos estudos sobre ativação por hidróxido de sódio. Este estudo possibilita uma visão mais ampla sobre o assunto, pois utiliza diferentes concentrações molares, precursores e temperaturas de cura.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para confecção das argamassas foram utilizados resíduo de tijolo moído, metacaulim, areia e solução ativadora alcalina de NaOH.

O resíduo de tijolo foi seco em estufa a 100°C por 24 horas e, posteriormente, foi moído em bateladas de 4 kg por 1 hora num moinho de bolas. A avaliação de tempo de moagem *versus* finura do RTM foi bem discutida por [13], sendo que tempos de moagem superiores a uma hora não levaram à diminuição significativa no tamanho de partícula.

Foi utilizado o metacaulim HP® ultra da empresa Metacaulim do Brasil S/A, comercializado em sacos de 20 kg como segundo precursor (referência). A composição química e as características físicas encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1 - Características físicas e químicas dos precursores.

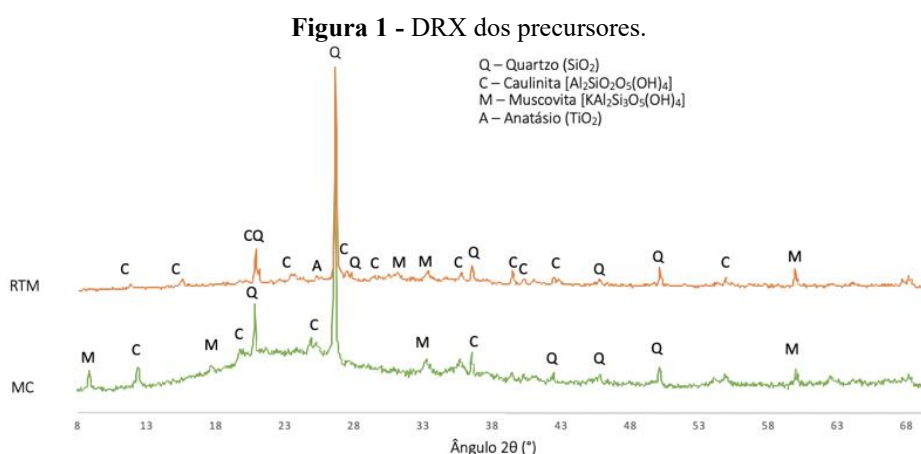
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	SO ₃	TiO ₂	K ₂ O	MnO	CaO	Outros	*g/cm ³	**d ⁵⁰ (mm)
MC	46,75	44,02	4,86	1,43	1,36	1,21	0,13	0,00	0,23	2,57	0,015
RTM	36,98	47,61	9,30	1,47	1,51	1,51	0,07	0,61	0,17	2,75	0,008

* massa específica aparente dos precursores.

** diâmetro médio das partículas dos precursores.

O ensaio de difração de raios X (DRX) foi adotado para identificação de fases cristalinas no RTM e MC, utilizando-se um difratômetro modelo Miniflex 600 da marca Rigaku, com tensão de 40 kV, 15mA, radiação de Cu-K α com passo $2\theta = 0,02^\circ$ e velocidade de varredura de $10^\circ/\text{minuto}$, para a faixa de 8 a 70° . A Figura 1 mostra os resultados obtidos nas análises de DRX.

Analisando-se o resultado de DRX (Figura 1), observa-se um halo difuso característico de materiais não cristalinos (amorfo) na amostra de MC, indicando característica amorfa desse material, conforme descrito por [14]. A banda larga de 2θ entre 16 e 38° indica a presença de material com ordenamento atômico de curto alcance. Assim, os aluminossilicatos amorfos identificados são extremamente importantes para a produção dos geopolímeros, devido à sua elevada taxa de dissolução em ambiente altamente alcalino [15].



A Figura 1 mostra que o MC, entre 11 e 45°, apresenta um halo amorfo bem pronunciado. O mesmo comportamento não é visto no RTM, sugerindo a presença de material cristalino ou pouco amorfo. Diante disto, pode-se dizer que o metacaulim é mais vítreo do que o resíduo de tijolo moído, ou seja, aquele é melhor precursor para a fabricação de cimentos álcali-ativados (CAT) do que este, em função da provável maior reatividade.

No preparo das soluções ativadoras alcalinas foi usado hidróxido de sódio comercial em escamas com pureza igual a 75,2%, além de água proveniente da rede pública, sendo previamente destilada em um equipamento modelo Q341-210 da marca Quimis.

Foi utilizada areia normal [16] fornecida pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT/SP). Foram utilizadas porções iguais de quatro frações comerciais: #16, #30, #50 e #100. A massa específica aparente foi de 2,65 g/cm³, a porosidade de 0,85% e a superfície específica BET de 0,28 m²/g.

Foram estudados três diferentes precursores, cinco concentrações molares de solução ativadora alcalina e três temperaturas de cura (Tabela 2). Ao todo foram feitas 45 moldagens, sendo usada a proporção, em massa, de 1:1:0,8 de precursor, agregado miúdo e solução ativadora alcalina, respectivamente. O processo de mistura dos componentes foi realizado usando um misturador planetário de bancada da marca EMIC, modelo AG-5, respeitando a seguinte sequência: adição da solução ativadora na cuba, adição do precursor e, posteriormente, a areia, sendo que o processo total durava 150 segundos. Após completar o processo de mistura, a consistência das diferentes argamassas no estado fresco foi avaliada segundo as prescrições da norma brasileira [17].

A fim de avaliar o efeito da temperatura de cura na resistência mecânica das argamassas, foram adotadas três temperaturas: ambiente, 60°C e 80°C. O procedimento de cura nas temperaturas de 60°C e 80°C foram realizados em estufa tipo mufla durante 24 h ± 30 min e posterior acondicionamento em temperatura ambiente durante 27 dias. A temperatura ambiente foi realizada em laboratório a 27 ± 3°C e umidade relativa do ar de 65 ± 5%. Todas as argamassas foram retiradas das fôrmas após 24h, com exceção da RTM-100%, que não adquiriu resistência suficiente nesse período, sendo necessário um total de 7 dias para a realização da desmoldagem.

Tabela 2 - Variáveis de projeto.

Precursor	Concentração molar (mol/l)	Cura
RTM-100% MC-100% MC+RTM-50%	6,0	Ambiente 60°C 80°C
	8,0	
	10,0	
	12,5	
	15,0	

No estado endurecido, as argamassas foram avaliadas segundo o seu comportamento ante ao fenômeno da eflorescência (inspeção visual), resistência à compressão axial [17] e absorção de água por capilaridade [18].

Para os testes de compressão axial das argamassas, foram moldados corpos de prova cilíndricos com dimensões de $\varnothing 50$ mm x 100 mm, sendo ensaiados em prensa da marca Solotest com capacidade de 1000 kN e velocidade de carregamento de 0,3 MPa/s. Foi utilizado como desmoldante nas fôrmas óleo mineral 15W-40, conforme descrito em [17]. Foram plotados três gráficos distintos com os valores das resistências à compressão axial, de acordo com o precursor utilizado. A análise da variância foi feita no *software* Past, versão 4.07b, sendo que o lançamento dos dados no *software* seguiu a metodologia de [14].

Para a determinação do coeficiente de capilaridade e da absorção de água por capilaridade foram utilizadas a norma brasileira [18]. Em função da baixa disponibilidade de matéria-prima para os ensaios laboratoriais, foi necessário adotar um modelo de corpo de prova com dimensões reduzidas. Portanto, foram utilizados cubos com 40 mm de aresta ao invés de prismas com 40 mm x 40 mm x 160 mm. Para segmentar o prisma em três cubos idênticos, foi usada uma serra circular elétrica da marca Cortag, modelo ZAPP 200. Cada cubo foi lixado (lixa n.º 100), limpo e identificado. Para aferir as dimensões de cada cubo, utilizou-se um paquímetro, e para pesá-los uma balança com precisão de 0,01 g.

Diferentes técnicas analíticas foram aplicadas neste trabalho, visando entender o processo de geopolimerização, sendo avaliadas diversas proporções em pastas álcali-ativadas. A calorimetria isotérmica foi aplicada para estudar a cinética da geopolimerização, sendo realizada em um calorímetro isotérmico da marca Calmetrix, modelo I-CAL 2000 HPC, com 2 canais de aquisição de dados. Vale ressaltar que, pela natureza não reativa da areia, foram utilizadas pastas ao invés de argamassas nos estudos calorimétricos. As análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas em um equipamento da marca Shimadzu, modelo Superscan SSX550, visando o estudo da microestrutura. As imagens foram feitas em seções pelo modo de aquisição de imagens por elétrons retroespalhados (*BSE*), trabalhando com tensão de aceleração de 15 kV. Por último, a análise por difração de raios X permitiu identificar as principais fases cristalinas formadas nas argamassas produzidas.

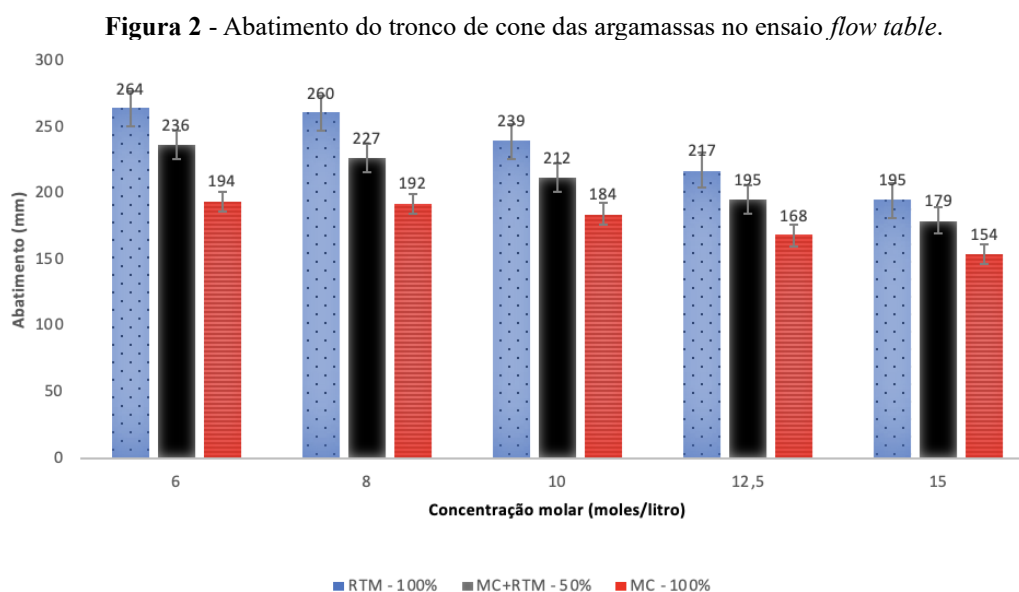
Ao longo do presente trabalho, devido ao elevado número de argamassas, foi utilizada a seguinte nomenclatura para referenciá-las: Precursor (RTM ou MC) – porcentagem de precursor na mistura (100% ou 50%) – concentração molar do ativador, em mol/litro (6, 8, 10, 12,5 ou 15) – condição de cura (A para ambiente, 60 para 60°C e 80 para 80°C).

3 RESULTADOS

3.1 ESTADO FRESCO

3.1.1 Consistência (flow table test)

O resultado do espalhamento das 15 misturas é mostrado na Figura 2, procedimento prescrito na norma brasileira [19]. A diferença entre a argamassa de maior e de menor espalhamento foi de 41% (argamassa com 100% de RTM como precursor ativada com 6 mol/litro e a argamassa com 100% de MC ativada com 15 mol/litro, respectivamente).



Verifica-se que a trabalhabilidade das argamassas diminui com o aumento da concentração molar da solução ativadora alcalina. Nota-se, também, para uma mesma concentração molar, quanto maior a quantidade de MC menor a trabalhabilidade da mistura. Este comportamento ocorreu em todas as concentrações molares avaliadas.

As características dos grãos do precursor interferem na trabalhabilidade das argamassas. O diâmetro médio de partícula (d^{50}), visto na Tabela 1, indica que o resíduo de tijolo moído é mais fino que o metacaulim, o que indica maior demanda de água do primeiro em relação ao segundo precursor. A área superficial tem grande influência na trabalhabilidade de argamassas. Superfícies específicas altas indicam elevada absorção parcial de líquido, diminuindo a água livre no sistema devido ao efeito de parede e, conseqüentemente, deixando a mistura menos fluida.

As argamassas com 50% de metacaulim e 50% de resíduo de tijolo moído (MC+RTM-50%) possuem valores intermediários de abatimento em relação àquelas com 100%, ou seja, a regra das misturas e proporções é verificada.

Segundo a classificação de [19], o índice de consistência das argamassas de RTM-100% é alta (acima de 250 mm) a muito alta (180 mm - 250 mm). Já as argamassas MC+RTM-50% e MC-100%

são classificadas como alta (acima de 250 mm) a moderada (150 mm - 180 mm).

3.2 ESTADO ENDURECIDO

3.2.1 Análise visual qualitativa

A Figura 3 mostra os corpos de prova de todas as argamassas. Observando essas imagens, nota-se a presença de eflorescência em todos os corpos de prova.

A eflorescência é o fenômeno no qual o sódio presente na matriz é carregado para o meio externo devido à sua solubilidade em água e à presença de microfissuras no material. A densidade da matriz e a concentração desse elemento químico nas soluções ativadoras influenciam a ocorrência desse fenômeno. Segundo [20], quando os íons sofrem hidratação, várias moléculas de água são formadas por atração elétrica, e uma esfera ao redor do íon, chamada esfera de hidratação, é formada. [21]. Eles ponderam que a eflorescência nos geopolímeros à base de hidróxido de sódio como solução ativadora ocorre devido à fraca ligação química do Na^+ à estrutura dos geopolímeros e à elevada mobilidade do cátion Na^+ .

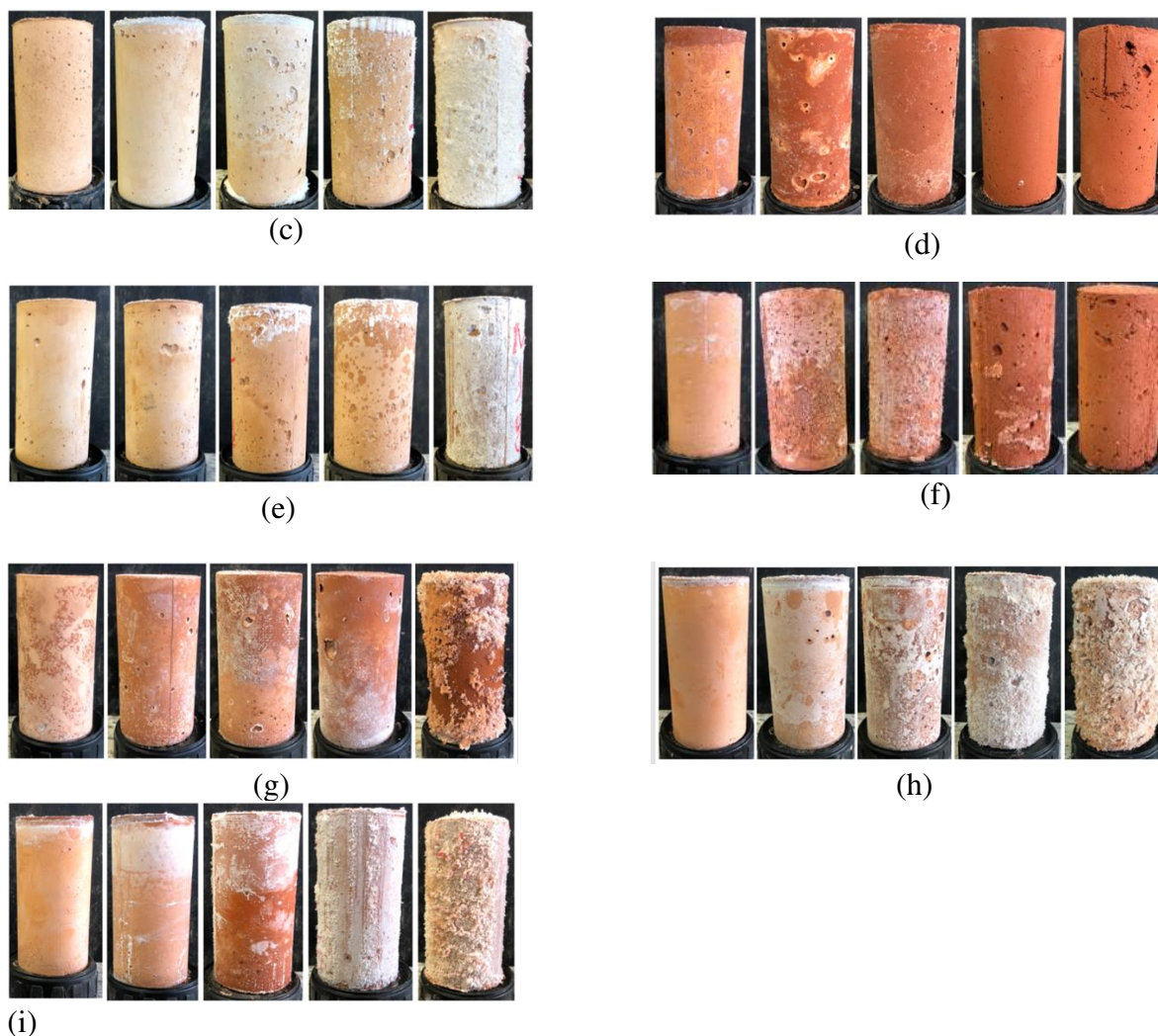
A eflorescência ocorre pela migração do sódio do interior da matriz, que é solúvel em água, para a superfície da amostra. A eflorescência é, portanto, dependente das características microestruturais do geopolímeros e é influenciada pela umidade e temperatura do ambiente [22].

Pesquisas [20] relataram que argamassas de metacaulim álcali-ativadas com NaOH exibiram exsudação, eflorescência e carbonatação. Eles atribuíram esse comportamento ao raio atômico e à elevada solubilidade do Na^+ .

Também foram estudadas [22] a influência da dosagem na formação de eflorescência em geopolímeros de metacaulim. A composição química do precursor e a faixa de molaridade do ativador alcalino foram diferentes das usadas no presente estudo; todavia, também foi identificada intensa formação de eflorescência nos corpos de prova. Portanto, infere-se que a formação de eflorescência parece estar mais ligada à natureza do ativador alcalino (NaOH) do que à qualidade do precursor.

Figura 3 - Argamassas ativadas com cinco concentrações: 6, 8, 10, 12,5 e 15 mol/litro, da esquerda para a direita, respectivamente. (a) MC-100% curada à temperatura ambiente. (b) MC-100% curada a 60°C. (c) MC-100% curada a 80°C. (d) RTM-100% curada à temperatura ambiente. (e) RTM-100% curada a 60°C. (f) RTM-100% curada a 80°C. (g) MC+RTM-50% curada à temperatura ambiente. (h) MC+RTM-50% curada a 60°C. (i) MC+RTM-50% curada a 80°C.





3.2.2 Resistência à compressão axial

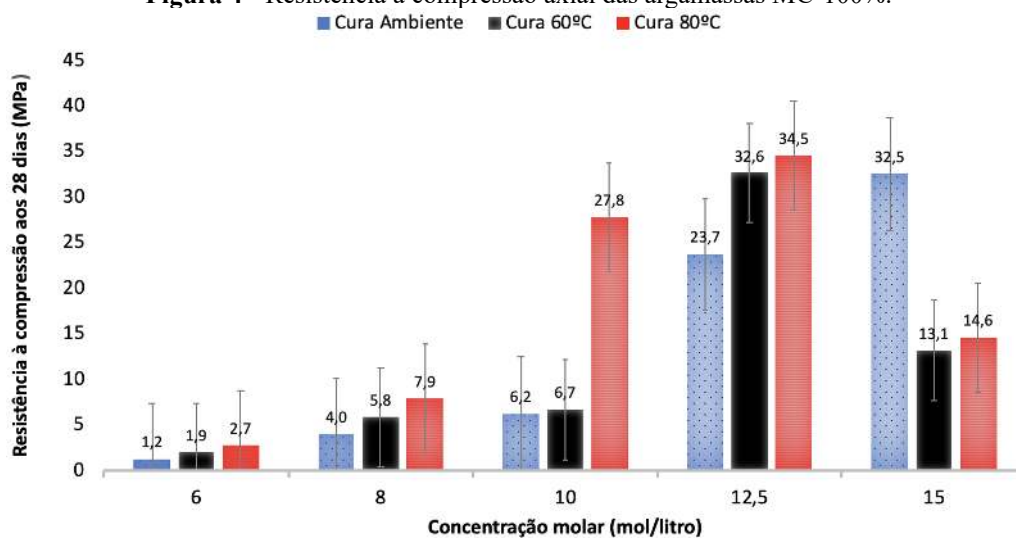
A Figura 4 mostra a resistência à compressão axial das argamassas ensaiadas aos 28 dias com 100% de metacaulim como precursor. Os resultados indicam que a 6 mol/litro a concentração molar do ativador alcalino não foi suficiente para promover a desestruturação do precursor. No entanto, à medida que a concentração molar aumentou, a resistência mecânica também aumentou, até o valor máximo em 12,5 mol/litro. A queda de resistência evidenciada nas misturas com concentração molar de 15 mol/litro pode estar relacionada à elevada viscosidade da solução alcalina e, conseqüentemente, à baixa trabalhabilidade da mistura, o que dificultou o processo de adensamento dos corpos de prova. Além disso, nota-se que a cura térmica provocou aumento gradativo de resistência à compressão nas argamassas com concentrações molares de 6, 8, 10 e 12,5 mol/litro.

Pode ser notado que as argamassas ativadas com 15 mol/litro tiveram diminuição acentuada da resistência mecânica, em torno de 57%. Este evento pode estar associado às tensões térmicas e à perda de água por secagem. A tensões térmicas provocaram microfissuras na matriz, diminuindo a resistência à compressão axial. Somado a este efeito, a secagem, intensificada pela cura térmica, diminuiu água

necessária à desestruturação e recombinação do precursor, levando ao baixo desempenho mecânico.

O teste de Tukey [23] foi o método estatístico utilizado para comparar os resultados obtidos e identificar diferenças significativas, contribuindo para análise e interpretação dos dados. Assim, foi possível concluir que nas dosagens com MC-100% não há diferença significativa entre as argamassas ativadas com 6 mol/litro (cura ambiente, 60°C e 80°C) e com 8 mol/litro (cura ambiente). Ademais, também ficou evidente que a argamassa MC-100%-15-A não difere da MC-100%-12,5-60 e da MC-100%-12,5-80. A partir desses resultados, optou-se por conduzir os ensaios subsequentes com as dosagens de MC-100% ativadas com concentrações molares de 8, 10 e 12,5 mol/litro.

Figura 4 - Resistência à compressão axial das argamassas MC-100%.



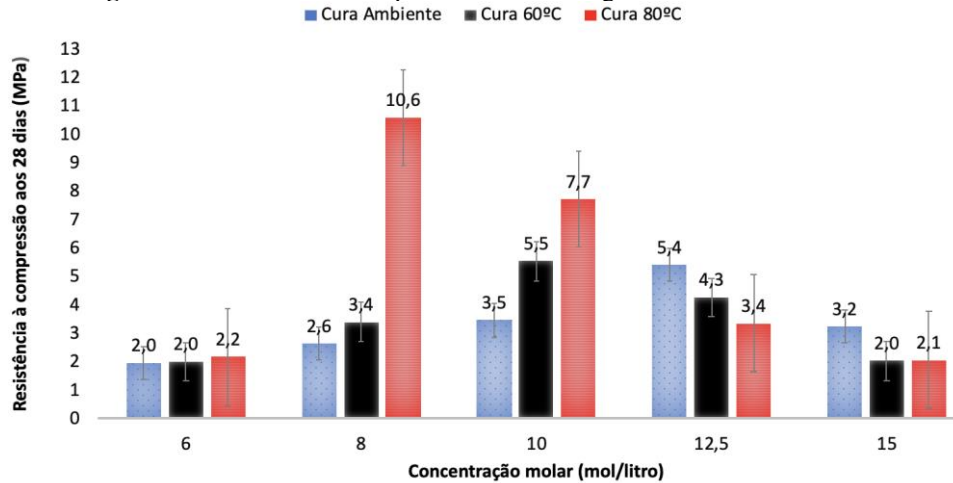
A Figura 5 mostra o resultado de compressão axial das argamassas com 50% de metacaulim e 50% de RTM como precursor. Pode-se observar que, para essas proporções, há um deslocamento da maior resistência mecânica para as argamassas com concentração molar de 8 e 10 mol/litro, principalmente nas temperaturas de cura a 80°C. Além disso, em 6 e 15 mol/litro são observadas as menores resistências, e esse comportamento está relacionado a motivos distintos. Em 6 mol/litro a baixa alcalinidade do meio não foi capaz de desestruturar o precursor, como sugere [24]. Já em 15 mol/litro, a elevada viscosidade ou baixa trabalhabilidade podem ter prejudicado a compactação dos corpos de prova e, conseqüentemente, ter aumentado a porosidade da matriz.

O aumento da temperatura de cura teve efeito benéfico nas argamassas com concentrações molares de 8 e 10 mol/litro. Em 12,5 e 15 mol/litro houve diminuição da resistência, todavia dentro das margens de erro. Assim, possivelmente, esse comportamento está relacionado ao efeito combinado entre a viscosidade da solução ativadora alcalina, que impede a álcali-ativação eficiente, e à perda de água de forma acelerada em função do aumento da temperatura.

As argamassas MC+RTM-50%-6-A e MC+RTM-50%-6-60 foram as que apresentaram as

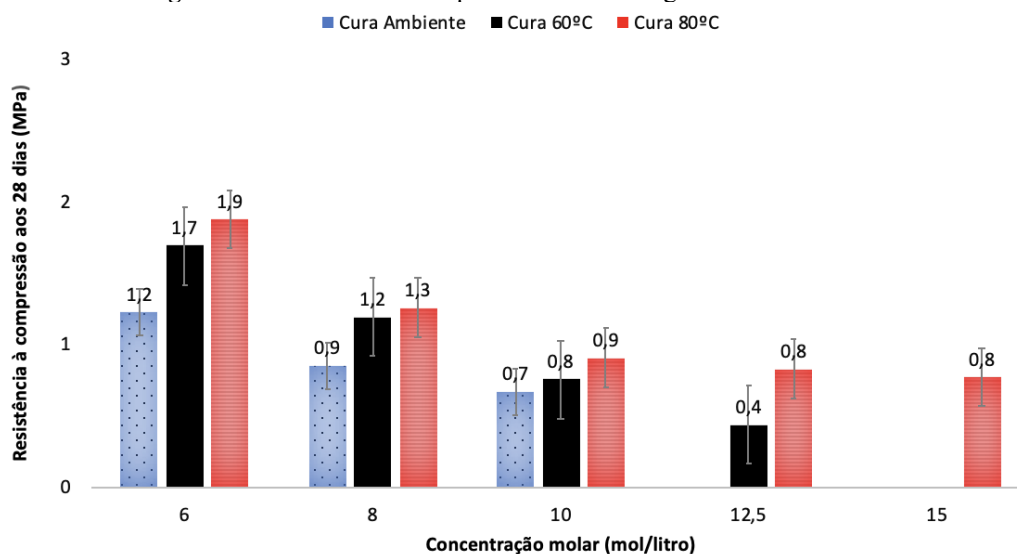
menores resistências à compressão, alcançando 2,0 MPa. Esse valor corresponde a 18,9% da maior resistência mecânica da argamassa MC+RTM-50%-8-80 (10,6 MPa).

Figura 5 - Resistência à compressão axial das argamassas MC+RTM-50%.



A Figura 6 mostra a resistência à compressão axial dos corpos de prova das argamassas com 100% de RTM como precursor. Seguindo a tendência de deslocamento do pico de resistência para concentrações molares menores, com a substituição completa de MC por RTM, o pico foi deslocado para 6 mol/litro. Observa-se ainda que, em concentrações molares mais altas, a resistência dos corpos de prova caiu drasticamente, de modo que não puderam ser aferidas as dosagens RTM-100%-12,5-A, RTM-100%-15-60 e RTM-100%-15-80, pois as argamassas não endureceram.

Figura 6 - Resistência à compressão axial das argamassas RTM-100%.



O aumento de temperatura influenciou positivamente a resistência mecânica das argamassas, permitindo, inclusive, a ruptura daquelas com maiores concentrações molares de ativador alcalino que

não puderam ser desmoldadas quando curadas à temperatura ambiente.

Dentre todas as argamassas produzidas, a mais resistente foi a MC-100%-12,5-80, que atingiu 34,5 MPa. Esse valor representa 86,5 vezes a menor resistência (0,4 MPa), que foi da argamassa RTM-100%-12,5-60. Além disso, vale ressaltar que a solução ativadora alcalina em ambas argamassas foi de 12,5 mol/litro de NaOH.

Ao comparar a resistência à compressão axial (Figuras 4 a 6) com a análise visual qualitativa, observa-se que as dosagens com MC-100% e MC+RTM-50% mostraram que maiores quantidades de ativador alcalino resultaram em maior formação de eflorescência. Todavia, a dosagem com RTM-100% como precursor apresentou maior formação de eflorescência e resistências à compressão mais altas em concentrações molares mais baixas. A baixa reatividade do RTM pode explicar este comportamento (Figura 1), pois em concentrações molares mais altas de ativador alcalino não foi obtido um estado totalmente sólido, o que impediu a migração dos cristais de NaOH pelas microfissuras e poros no estado endurecido.

Com relação à análise estatística pelo método de Tukey [23], nas argamassas com RTM-100% a resistência à compressão não apresentou diferença significativa entre RTM-100%-10-80, RTM-100%-12,5-80 e RTM-100%-15-80. Assim, a primeira argamassa foi escolhida para realização dos ensaios subsequentes. Além disso, optou-se também por avaliar a argamassa com 6 mol/litro, uma vez que esta apresentou as maiores diferenças significativas em relação às demais.

Apesar do teste de Tukey ter sido empregado na análise dos resultados da resistência à compressão axial das argamassas MC+RTM-50%, suas conclusões não serão discutidas, pois conforme já mencionado, a regra das misturas pôde ser verificada e os valores serão intermediários aos MC-100% e RTM-100%. Dessa forma, foi possível diminuir as quantidades de dados sob análise e direcionar as conclusões no que foi definido como objetivo deste trabalho.

É fundamental ressaltar, então, que os ensaios discutidos agora em diante contemplaram apenas os das argamassas MC-100% e RTM-100% que apresentaram diferenças significativas. Esta metodologia foi aplicada visando diminuir a quantidade de dados e técnicas empregadas para se atingir conclusões adequadas.

3.2.3 Absorção de água por capilaridade

A Tabela 3 mostra a absorção de água por capilaridade em 10 minutos (A10) e em 90 minutos (A90), além do coeficiente de capilaridade (C) das argamassas com 100% de metacaulim. Pode-se notar que, para o mesmo tipo de cura, tanto a absorção de água por capilaridade quanto o coeficiente de capilaridade diminuem com o aumento da molaridade da solução ativadora. Os dois ambientes de cura proporcionaram resultados relativamente semelhantes, com exceção do MC-100%-15-80, que

possui valores muito próximos aos da argamassa com concentração molar igual a 12,5 mol/litro.

[25] atingiu a saturação em geopolímeros de metacaulim ativados com NaOH e KOH quando curados a 50°C entre 60 minutos e 90 minutos. A absorção por capilaridade ficou em torno de 2,5 g/cm² e não diferiu significativamente. Já no presente estudo, aos 60 minutos de ensaio, as argamassas MC-100%-8-A, MC-100%-8-80, MC-100%-10-A, MC-100%-10-80 atingiram a saturação. As argamassas com maior concentração molar de ativador alcalino (Figuras 7 e 8) alcançaram a saturação por volta de 270 minutos. Vale ressaltar que as argamassas ativadas com 12,5 e 15 mol/litro absorveram por capilaridade, aos 90 minutos, cerca de 19% da água em relação às argamassas que foram ativadas com 8 e 10 mol/litro.

Tabela 3 - Resultados do ensaio de absorção de água por capilaridade, conforme NBR 15259 [18].

Precursor	Cura	mol/l	A10 (g/cm ²)	A9 (g/cm ²)	C (d/dm ²) ^{1/2}
MC-100%	Ambiente	8,0	0,52	1,05	16,88
		10,0	0,34	0,85	13,58
		12,5	0,06	0,20	3,17
		15,0	0,00	0,01	0,20
	80°C	8,0	0,75	1,10	17,59
		10,0	0,34	0,78	12,43
		12,5	0,07	0,20	3,19
		15,0	0,07	0,22	0,47

[26] e [27] ressaltam que a absorção por capilaridade é um dos principais mecanismos de transporte e entrada de agentes agressivos nos poros das argamassas e, por isso, apresenta grande importância para a durabilidade das estruturas. Assim, a absorção de água por capilaridade também está relacionada à formação de eflorescência, de forma que ambos os parâmetros devem ser analisados conjuntamente. Ciclos de molhagem e secagem tendem a carrear de forma mais intensa o NaOH, que é solúvel em água, para o exterior da matriz. Esse mecanismo pode trazer danos e colocar em risco a integridade do material a longo prazo.

Figura 7 - Curvas massa água absorvida *versus* tempo para as argamassas com 100% de metacaulim curadas à temperatura ambiente.

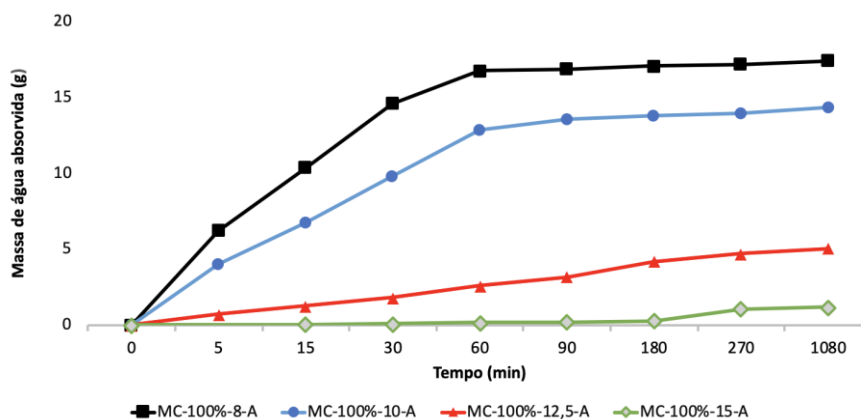
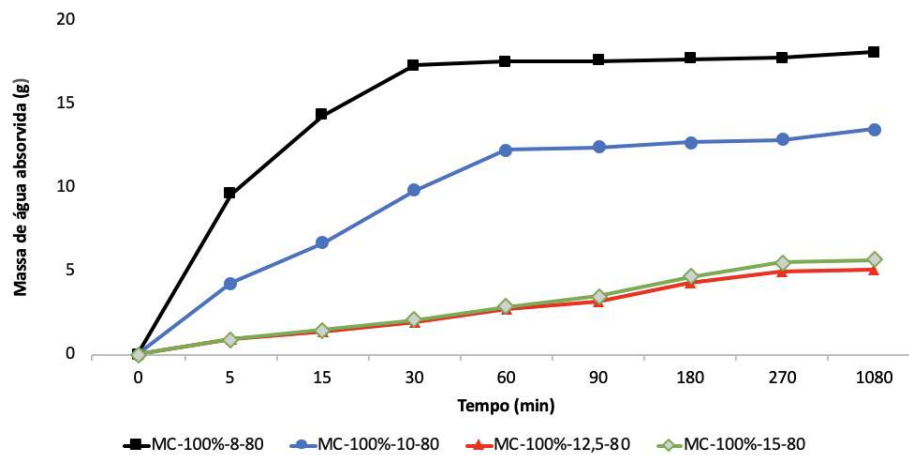


Figura 8 - Curvas massa água absorvida *versus* tempo para as argamassas com 100% de metacaulim curadas a 80°C.

De acordo com a Tabela 4, as argamassas foram classificadas como C6, C4 ou C1. Vale ressaltar que o modelo de ensaio foi adaptado, não seguindo todas as prescrições das normas técnicas brasileiras [18, 28]. Todavia, uma aproximação satisfatória pôde ser feita, devido às semelhanças entre os métodos utilizados, quer seja pela dosagem, quer seja pelo método de ensaio, sendo, portanto, inconsistente a comparação dos resultados obtidos no presente estudo com outros da literatura.

Tabela 4 - Classificação das argamassas conforme ABNT NBR 13281 [28].

Argamassa	C (g/dm ² .min ^{1/2})	Classificação
MC-100%-8-A	16,88	C6
MC-100%-8-80	17,59	C6
MC-100%-10-A	13,58	C6
MC-100%-10-80	12,43	C6
MC-100%-12,5-A	3,17	C4
MC-100%-12,5-80	3,19	C4
MC-100%-15-A	0,20	C1
MC-100%-15-80	0,47	C1

Segundo [29], argamassas classificadas como C6 indicam elevada permeabilidade. Essa característica não é adequada para argamassas de revestimento, pois a permeabilidade está relacionada à suscetibilidade dos materiais à degradação. Um material permeável é mais poroso, mas vale ressaltar que para o material ser permeável é necessário que haja interconexão entre os poros.

As argamassas com RTM-100%, tanto em cura ambiente quanto a 80°C, apresentaram perda de massa quando imersas em água. Parte da argamassa foi carregada pela água. Essa perda de massa foi causada pela desagregação da argamassa no meio líquido (Figura 9). Esse comportamento provocou imprecisão nos valores de coeficiente de capilaridade e de absorção de água por capilaridade. Vale destacar que as maiores perdas de massa foram observadas nas argamassas com menores resistências à compressão axial. Este comportamento foi associado à baixa resistência das argamassas e à lixiviação

de seus constituintes. Este comportamento é mostrado na Figura 7.

Figura 9 - Perda de massa das argamassas à base de RTM.



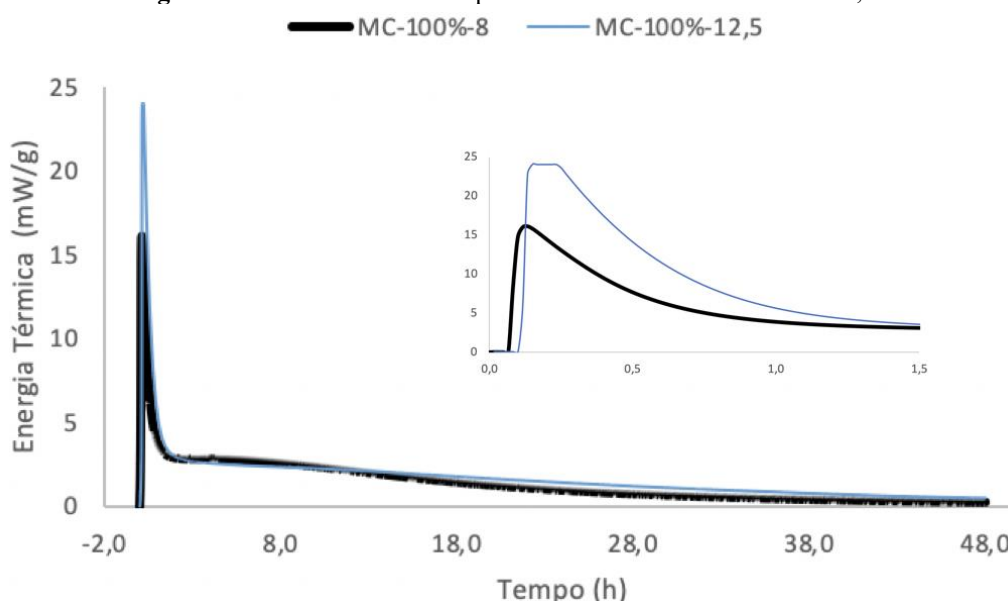
3.3 TÉCNICAS ANALÍTICAS

3.3.1 Estudo calorimétrico

Após a análise dos resultados das propriedades físicas e mecânicas, quatro pastas alcali-ativadas foram analisadas por meio da técnica de calorimetria isotérmica, sendo elas: MC-100%-8, MC-100%-12,5, RTM-100%-6 e RTM-100%-10. Cabe ressaltar que o tempo de ensaio das amostras à base de metacaulim (2 dias) foi diferente das amostras com resíduo de tijolo moído (7 dias), uma vez que estas últimas precisaram de maior tempo para desmoldagem.

A Figura 10 exibe o fluxo de calor das pastas MC-100%-8 e MC-100%-12,5 em um ambiente controlado a 23°C durante 48 horas. Nota-se que o pico é alcançado após 12 minutos de ensaio e que até duas horas há um aumento da energia térmica liberada com o aumento da concentração da solução ativadora.

Figura 10 - Fluxo de calor das pastas MC-100%-8 e MC-100%-12,5.



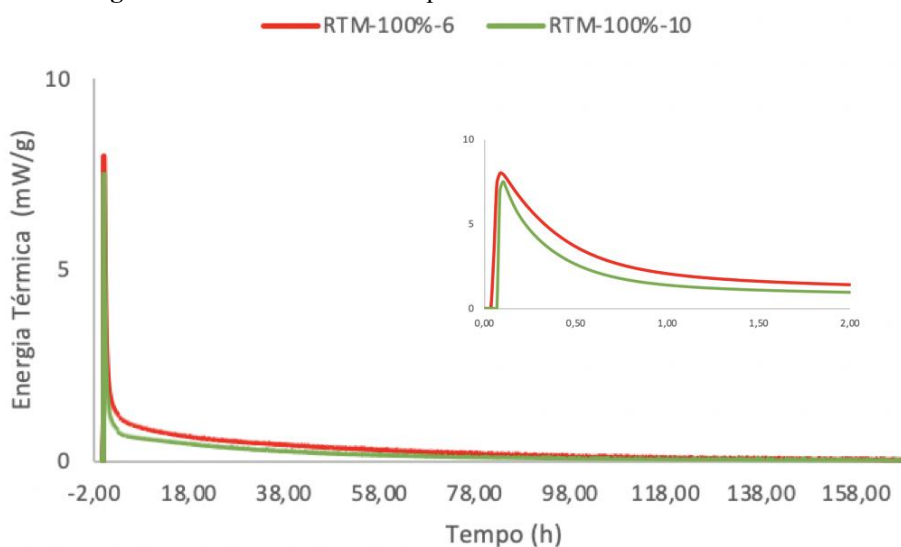
O ganho de resistência mecânica em pastas álcali-ativadas se dá por reações de geopolimerização, pois nas primeiras horas as ligações de siloxano (Si–O–Si) são quebradas em silanol (–Si–OH) e/ou sialato (–Si–O–) e são catalisadas pelas hidroxilas OH^- do ativador alcalino. Num primeiro momento há intensa reação exotérmica, observada no pico em 12 minutos após a mistura das matérias-primas. À medida que a molaridade do ativador alcalino aumenta, maior é a quantidade de hidroxilas OH^- disponíveis, desestabilizando as ligações de siloxano e aumentando o calor liberado [30].

Segundo [24], os aglomerados de monômeros e dímeros são gerados na polimerização, formando tetraedros de $(\text{HO-})_3\text{Si-OH}$ que crescem, expandem e geram coloides. O alumínio também é responsável por parcela da energia liberada, pois as ligações Al–O–Si são quebradas e se ligam às hidroxilas, formando $\text{Al}(\text{OH})_4^-$.

Esse comportamento explica a expressiva diferença entre os valores de energia térmica da pasta MC-100%-12,5 (25 mW/g) e MC-100%-8 (18 mW/g) aos 12 minutos, assim como os valores de resistência mecânica em cura ambiente aos 28 dias (Figura 4). Este comportamento também foi observado por [31].

Nas pastas à base de RTM (Figura 11) observa-se que as curvas são semelhantes, quase que sobrepondo-se. O pico de energia térmica liberada em ambas as amostras foi de aproximadamente 8 mW/g para um tempo igual a 6 minutos após a mistura. Além disso, nota-se que a pasta com menor concentração molar de ativador alcalino liberou um pouco mais de energia. Esse resultado está associado à maior formação de produtos estáveis, visto que as argamassas com esta concentração molar também atingiram maior resistência à compressão axial em relação à argamassa com 10 mol/litro. Esta análise da correção entre pasta e argamassa se faz possível, devida à natureza não reativa e da estabilidade química da areia.

Figura 11 - Fluxo de calor das pastas RTM-100%-6 e RTM-100%-10.



Com o aumento da formação de produtos estáveis, a mobilidade iônica diminui, pois a água é perdida por secagem ou fica imobilizada no interior da matriz. A diminuição da energia térmica liberada, observada nas Figuras 10 e 11, corrobora essas afirmações, visto que após 24 horas os valores são consideravelmente menores. O desenvolvimento da resistência logo nas primeiras idades está de acordo com os trabalhos de [14, 30, 32, 33].

Analisando as maiores resistências à compressão axial para baixas molaridades da solução ativadora nas argamassas com RTM (Figura 6), a pequena banda amorfa vista no DRX do RTM (Figura 1) e o baixo fluxo de calor das argamassas (Figura 11) pode-se concluir que esse precursor tem características cristalinas e que a molaridade do ativador alcalino não é suficiente para quebrar as fortes ligações dos constituintes do precursor. Assim, grande parte do precursor se mantém inerte, contribuindo para a acentuada lixiviação observada no ensaio de absorção de água por capilaridade.

Quando se compara as pastas com diferentes precursores (MC e RTM), observa-se diferença significativa no calor de reação em valores absolutos. Analisando o calor de reação ao final de cada um dos ensaios, a pasta RTM-100%-6 libera 32% menos calor de reação do que a MC-100%-12,5. Já quando analisadas estas mesmas amostras em um tempo igual a 48h, pode-se notar que a pasta de RTM-100%-6 libera 72% menos calor que a MC-100%-12,5. Esses valores estão coerentes com as proposições feitas anteriormente.

3.3.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Amostras foram retiradas do interior dos corpos de prova, na região central, tanto da altura quanto do diâmetro. Vale ressaltar que as amostras não eram da região de fratura dos corpos de prova. Estas áreas não apresentaram sinais de eflorescência visível no momento da extração das amostras.

Pode-se destacar que o tempo entre a preparação das amostras e a realização dos ensaios por ter tido efeito dominante sobre micrografias, sobretudo a presença de eflorescências. Neste trabalho, devido a problemas com equipamentos, o tempo foi longo, favorecendo a migração dos íons Na^+ para a superfície das amostras.

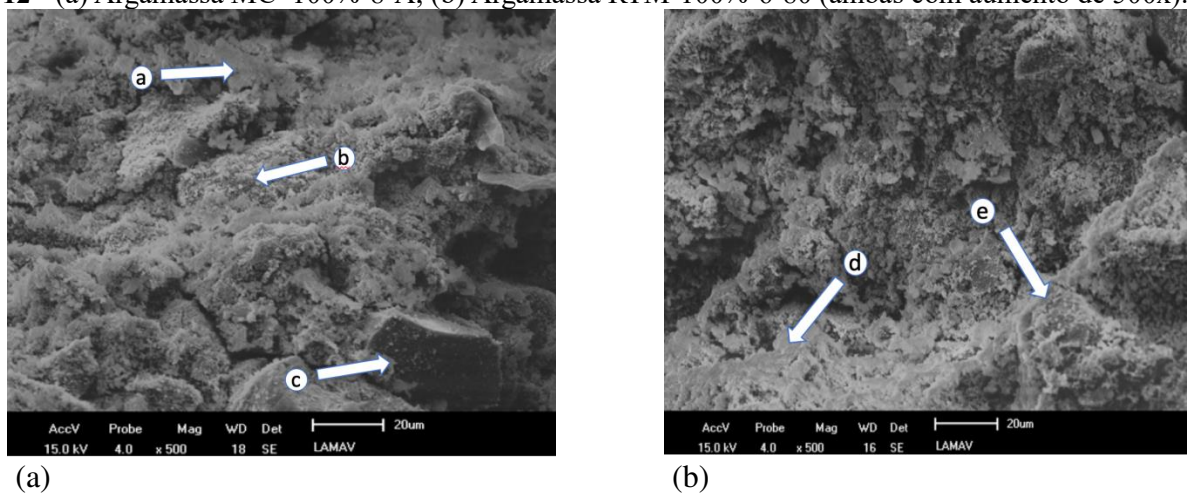
Na Figura 12 são exibidas as micrografias das argamassas MC-100%-8-A e RTM-100%-6-80 com aumento de 500x. Observa-se que há a deposição de uma camada sobre a superfície da amostra, possivelmente eflorescência. Conforme já discutido anteriormente, as argamassas álcali-ativadas com hidróxido de sódio costumam apresentar esse fenômeno quando há um desequilíbrio entre os materiais constituintes.

Em aumento semelhante, [14, 20, 34] relataram a presença de matrizes homogêneas, porosas, com fissuras e interface matriz-agregado miúdo bem definida. No entanto, devido à presença de elevada quantidade de eflorescência, o presente trabalho não apresentou essas características.

Diferentemente de [20, 21], o único ativador alcalino aqui utilizado foi o NaOH, enquanto aqueles utilizaram silicato de sódio ou combinações deste com hidróxido de sódio. Logo, o tipo de ativador alcalino é de extrema importância para a formação ou não de eflorescência.

A matriz compacta de N-A-S-H (Figura 12) mostrada em (a) e (e) é a fase responsável pela resistência da argamassa álcali-ativada. O N-A-S-H forma grandes redes densas e resistentes e está relacionado à quebra da estrutura molecular do precursor pela ação do ativador alcalino. Pode ser notado o grão de agregado em (c) e a abundância de eflorescência formada em (b) e (d).

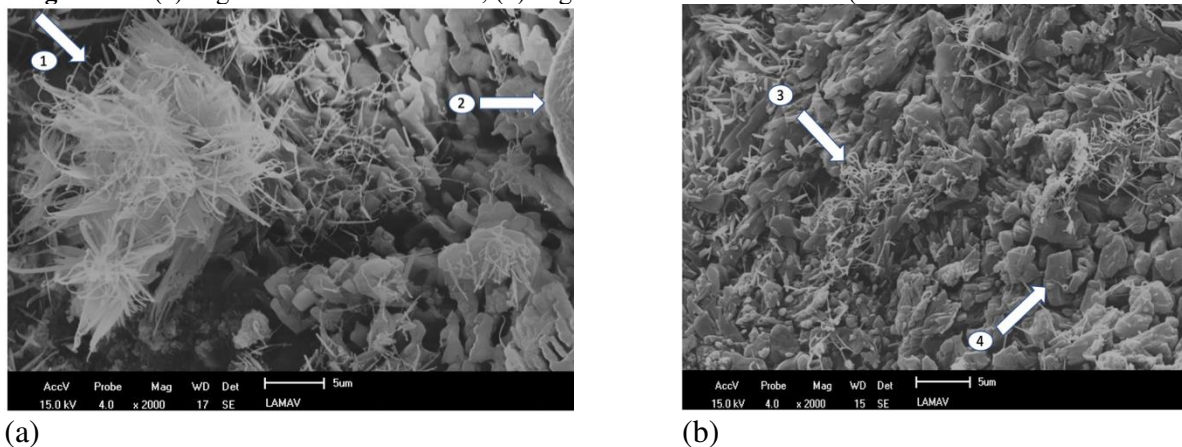
Figura 12 - (a) Argamassa MC-100%-8-A; (b) Argamassa RTM-100%-6-80 (ambas com aumento de 500x).



Para aumento igual a 2000x, pôde ser visualizada na amostra MC-100%-12,5-A (Figura 13) estruturas alongadas no formato de agulhas (morfologia acicular) na forma de novelos, possivelmente eflorescência. Estruturas assim também foram observadas por [35]. No entanto, apenas de maneira localizada. A Figura 13a mostra uma parte do agregado miúdo. Além disso, notam-se também lamelas de matriz compacta (Figura 13b), como descrito por [36].

A reorganização molecular envolve a capacidade do ativador alcalino de desestabilizar o precursor. Nas micrografias das argamassas com 100% de RTM foram identificados diversos grãos não reagidos (pontos 2 e 4) e elevada taxa de formação de eflorescência (pontos 1 e 3). Esse comportamento revelou a incapacidade do ativador de decompor a estrutura do RTM para formar novas fases. Dessa forma, além do NaOH ficar livre, a resistência à compressão é baixa quando comparada às argamassas com metacaulim.

As micrografias corroboram os resultados obtidos nos ensaios de calorimetria (curvas de calor de reação), pois as argamassas com maior quantidade de grãos não reagidos, no caso com RTM, têm menor intensidade de calor de reação. Como a reação para a formação de N-A-S-H é exotérmica, menos grãos reagidos levam à menor liberação de calor.

Figura 13 - (a) Argamassa MC-100%-8-A; (b) Argamassa RTM-100%-6-80 (ambas com aumento de 2000x).

3.3.3 Difração de raios X (DRX)

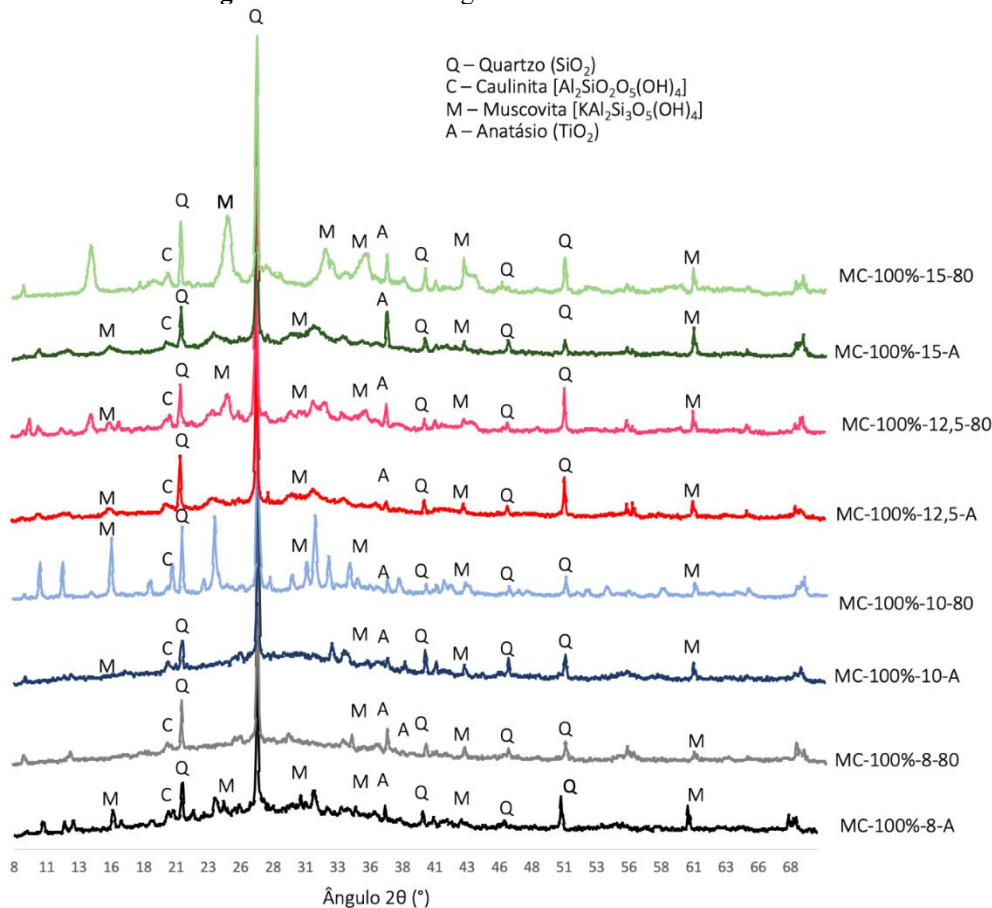
As principais fases cristalinas encontradas na DRX foram quartzo (SiO_2), caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), muscovita [$\text{KAl}_2\text{Si}_3\text{O}_5(\text{OH})_4$] e anatásio (TiO_2), como mostra a Figura 14.

No que tange às bandas de halos amorfos, fez-se inicialmente a análise de amostras submetidas a um mesmo tipo de cura. Observou-se que na amostra com menor concentração molar de solução ativadora (MC-100%-8-A), o halo está entre 16° e 38° . Esse ângulo cresce gradativamente com o aumento da molaridade da solução ativadora (até 15 mol/litro).

Nas amostras curadas a 80°C a intensidade do halo amorfo é maior, quando comparada às argamassas submetidas à cura ambiente. Além disso, percebe-se também nesse grupo que a porção final desse halo ocorre a aproximadamente 44° . Esse deslocamento da banda amorfa também foi identificado por [20, 36], que o atribuíram à formação do gel aluminossilicato hidratado (N,K)-A-S-H com ordenamento atômico aleatório, de curto alcance, rígido e de elevada resistência mecânica, formado após o contato do metacaulim com a solução ativadora alcalina.

Esses resultados estão de acordo com a resistência à compressão axial (Figura 4), pois maiores valores de resistência mecânica foram encontrados para as argamassas com concentrações molares mais elevadas, indicando, portanto, maior quantidade de N-A-S-H formado, visto que o ativador alcalino utilizado no presente estudo era monocomponente (NaOH).

Figura 14 - DRX das argamassas à base de metacaulim.



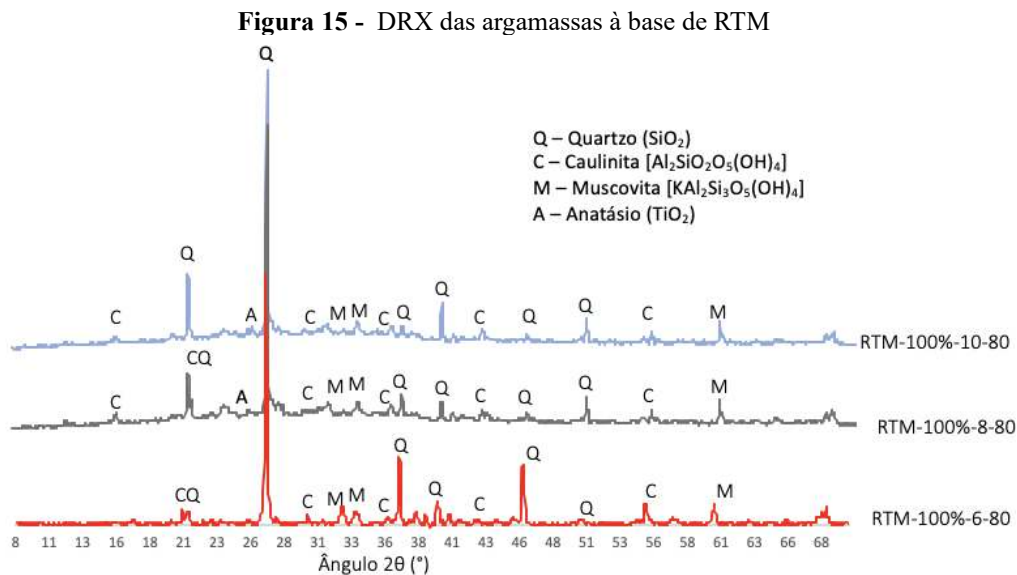
A Figura 15 mostra as análises de DRX das argamassas com RTM como precursor. Nota-se que a quantidade de amostras ensaiadas não foi a mesma das demais técnicas analíticas, pois este ensaio exige que a amostra seja destorroada e colocada em um porta-amostra metálico na forma de pó seco. Entretanto, as amostras com concentrações molares mais elevadas se comportaram de forma plástica, não possibilitando a preparação. A alternativa seria secar em estufa, mas pela natureza termoativa desses materiais álcali-ativados, os resultados poderiam não representar a realidade. Sendo assim, apenas as amostras RTM-100%-6-80, RTM-100%-8-80 e RTM-100%-10-80 foram analisadas.

Conforme descrito anteriormente, o RTM tem natureza cristalina e o processo de beneficiamento não foi suficiente para criar uma matéria-prima com boa reatividade. Sendo assim, somente pequena porção de material amorfo reagiu com a solução ativadora alcalina, de forma que a maioria dos picos encontrados na análise do RTM *in natura* (Figura 1) também pôde ser observada no produto final. De fato, houve a formação de matriz do tipo N-A-S-H, visto que há características de um corpo sólido com resistência mecânica.

Conclui-se que o precursor não foi dissolvido totalmente devido às baixas resistências à compressão obtidas e à lixiviação, constatada no ensaio de absorção por capilaridade.

Pode-se notar, da análise da Figura 15, que a intensidade dos picos, na maioria dos ângulos,

diminui para molaridades menores. Ressalta-se que, foi na menor molaridade (6 mol/litro) que a maior resistência mecânica foi alcançada. Sendo assim, o aumento da resistência à compressão axial tem relação direta com a intensidade dos picos cristalinos e, conseqüentemente, com a formação de N-A-S-H.



4 CONCLUSÕES

Foram produzidas 45 argamassas, variando-se o precursor (MC-100%, RTM-100% e MC+RTM-50%), a temperatura de cura (ambiente, 60°C e 80°C) e a molaridade dos ativadores alcalinos (6, 8, 10, 12,5 e 15 mol/litro). Da análise dos resultados físicos, químicos e mecânicos foi possível concluir:

- o ganho de resistência à compressão axial das argamassas de RTM foi no sentido das menores molaridades; já das com MC foi em direção contrária, até 12,5 mol/litro;
- foi identificada, na concentração molar do ativador alcalino de 12,5 mol/litro, uma diferença 86,5 vezes na resistência à compressão axial entre as argamassas MC-100%-12,5-80 e RTM-100%-12,5-60. Esta ordem de grandeza mostra a superioridade do metacaulim como precursor quando comparado ao RTM no que tange à formação de N-A-S-H (fase densa e resistente);
- foi identificada a formação de eflorescência em 100% das argamassas, sendo esta uma patologia relevante quando se trata de materiais álcali-ativados;
- os menores coeficientes de absorção de água por capilaridade foram observados em molaridades mais altas para as argamassas de MC;
- as argamassas com RTM sofreram perda de massa por lixiviação quando em contato com a água. Esta característica está associada ao baixo desempenho mecânico e à cristalinidade

do precursor. Este comportamento inviabilizou o ensaio de absorção de água por capilaridade nestas argamassas;

- a liberação de calor corroborou os resultados de resistência à compressão axial, ou seja, as pastas com maiores resistências liberaram mais calor;
- nas argamassas com RTM, a baixa resistência à compressão axial, o baixo calor de reação, juntamente com os resultados de DRX indicaram elevada cristalinidade deste precursor;
- com relação à aplicabilidade, a argamassa mais viável foi a MC-100%-12,5-60, pois não apresentou diferença significativa da MC-100%-12,5-80. Vale ressaltar que, variando-se a molaridade das soluções ativadoras alcalinas, têm-se ganhos significativos de resistência à compressão axial sem a utilização de cura térmica (ganho de 17,5 MPa da argamassa MC-100%-10-A em relação à MC-100%-12,5-A);
- no que tange à absorção por capilaridade, a argamassa mais viável foi a MC-100%-15-A, que não diferiu significativamente da MC-100%-15-80.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi financiado pela Universidade Estadual Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF), no Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil (PPGEC), e pela Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ).

REFERÊNCIAS

- T. Jiang, Z. Liu, X. Tian, J. Wu, L. Wang, Review on the impact of metakaolin-based geopolymer's reaction chemistry, nanostructure and factors on its properties, *Construction and Building Materials*, 412 (2024).
- Z. Gao, Y. Li, H. Qian, M. Wei, Environmental, economic, and social sustainability assessment: a case of using contaminated tailings stabilized by waste-based geopolymer as road base, *Sci. Total Environ*, 888 (2023).
- Q. Munir, M. Abdulkareem, M. Horttanainen, T. Karki, A comparative cradle-to-gate life cycle assessment of geopolymer concrete produced from industrial side streams in comparison with traditional concrete. *Sci. Total Environ*, 865 (2023).
- M. Gómez-Casero, L. Pérez-Villarejo, E. Castro, D. Eliche-Quesada, Reinforcement of alkali-activated cements based matrices using olive pruning fibres as an alternative to traditional fibres, *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 37 (2024).
- J. Provis, J. Van Deventer, *Geopolymers: Structures, Processing, Properties and Industrial Applications*. 1. ed. Cambridge, London: Woodhead Publishing, 2009, pp 464
- J. Davidovits, *Geopolymer Chemistry and Properties*. Anais da 1ª Conferência Internacional sobre Geopolímero, Compiègne, v. 1, p. 25-48, (1988).
- P. V. Krivenko, G.Y. Kovalchuk, Directed synthesis of alkaline aluminosilicate minerals in a geocement matrix. *J. Mater. Sci.*, 42:2944-2952, (2007).
- F. Pacheco-Torgal, J. Labrincha, C. Leonelli, A. Palomo, *Handbook of alkali-activated cements, mortars and concretes*. 1. ed. Cambridge, London: Woodhead Publishing, 830p, (2014).
- J. Davidovits, Geopolymers - Inorganic polymeric new materials. *Journal of Thermal Analysis* 37(8): 1633-1656, (1991).
- J. Davidovits, *Properties of Geopolymeric Cements*. Proceedings of the First International Conference on Alkaline Cements and Concretes. Kiev, Ukraine, v. 1, p. 131-149, (1994).
- A. Fernández-Jiménez, A. Palomo, New Cementitious Materials Based on Alkali-Activated Fly Ash: Performance at High Temperatures. *J. Am. Ceram. Soc.*, 91:3308-3314, (2008).
- P Duxson, *The structure and thermal evolution of metakaolin geopolymers*. Tese de PhD, Universidade de Melbourne, Melbourne, Austrália, 2006.
- F.L. Murta, *Produção de argamassas a partir da ativação alcalina de metacaulim e de resíduo de tijolo moído por cales virgem e hidratada*. Dissertação de MSc, UENF, Campos dos Goytacazes, RJ, 2008.
- J.C. Soares, *Avaliação das propriedades físicas, mecânicas e características microestruturais de resinas geopoliméricas para recuperação de estruturas de concreto*. Tese de DSc, UENF, Campos dos Goytacazes, RJ, 2020.
- B. Sabir, S. Wild, J. Bai, Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review, *Cem. Concr. Compos.* 23 (2001).

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2015) Areia normal para ensaio de cimento - Especificação: NBR 7214. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. NBR 7215. Rio de Janeiro, 1996.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade: NBR 15259. Rio de Janeiro, 2005.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Preparo da mistura e determinação do índice de consistência: NBR 13276. Rio de Janeiro, 2016.

D.P. Dias, F.A. Silva, Effect of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ and $\text{K}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ mass ratios on the compressive strength of non-silicate metakaolin geopolymeric mortars. *Materials Research Express*. MRX-113803.R1, (2019).

P. Duxson, J.L. Provis, LUKEY G.C., VAN DEVENTER J.S.J. ^{39}K NMR of free potassium in geopolymers. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 45: 9208-9210, (2006).

M.A. Longhi, B. Walkley, E.D. Rodríguez, A.P. Kirchheim, Z. Zhang, H. Wang, New selective dissolution process to quantify reaction extent and product stability in metakaolin-based geopolymers. *Composites Part B: Engineering*. 176: 107172, (2019).

J.W. Tukey, Comparing Individual Means in the Analysis of Variance. *Biometrics*, 5:99-114, (1949).

C. Shi, A. Fernández-Jiménez, A. Palomo, New cements for the 21st century: The pursuit of an alternative to Portland cement. *Cement and Concrete Research*, 41:750-763, (2011).

LONGHI M.A., RODRÍGUEZ E. D., WALKLEY B., ZHANG Z., KIRCHHEIM A. P. Metakaolin-based geopolymers: Relation between formulation, physicochemical properties and efflorescence formation. *Composites Part B: Engineering*. 182: 107671, (2020).

N.T. Pandini, Influência da Relação Mássica CaO/SiO_2 nas Propriedades Tecnológicas de Argamassas à base de Cinza Volante Álcali-ativada com Cal Virgem. Dissertação de MSc, UENF, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil, 2019.

M. Marvila, J. Alexandre, A.A.G. Rangel, E. Zanelato, S.N. Monteiro, G. Delaqua, L. Amaral, Estudo da Capilaridade para Argamassas de Múltiplo uso. *Anais do Congresso Anual da ABM*, v. 72, n. 1, (2017).

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Requisitos: NBR 13281. Rio de Janeiro, 2005.

H.S. Gonçalves, Argamassa de cinza volante álcali-ativada com resíduo da indústria de papel e celulose (Dregs, Grits e Lama de Cal. Dissertação de MSc, UENF, Campos dos Goytacazes, RJ, Brasil, 2021.

G. Macioski, Estudo da Álcali-ativação de Pó de Blocos Cerâmicos com Cal Hidratada. Dissertação de MSc, UTFPR, Curitiba, PR, Brasil, 2017.

Y. Cui, D. Wang, Y. Wang, R. Sun, Y. Rui, Effects of the n(H₂O: Na₂O_{eq}) ratio on the geopolymerization process and T microstructures of fly ash-based geopolymers. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 511:19-28, (2019).

W. Li, P.N. Lemougna, K. Wang, Y. He, Z. Tong, X. Cui, Effect of vacuum dehydration on gel structure and properties of metakaolin-based geopolymers. *Ceramics International*. 43: 14360-14-246, (2017).

S. Riahi, A. Nemati, A.R. Khodabandeh, S. Baghshahi, The effect of mixing molar ratios and sand particles on microstructure and mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Materials Chemistry and Physics*. 240:122223 (2020).

S.O. Sore, A. Messan, E. Prud'Homme, G. Escadeillas, F. Tsobnang, Synthesis and characterization of geopolymer binders based on local materials from Burkina Faso – Metakaolin and rice husk ash. *Construction and Building Materials* 124 (2016) 301–311 (2016).

X. Lv, Y. Qin, Z. Lin, T. Tian, X. Cui. Inhibition of Efflorescence in Na-Based Geopolymer Inorganic Coating. *ACS Omega*. 5(24):14822-14830, (2020).

T.S. Rocha, D.P. Dias, F.C.C. França, R.R.S. Guerra, L.R.C.O Marques, Metakaolin-based geopolymer mortars with different alkaline activators (Na⁺ and K⁺). *Construction and Building Materials*, 1784:53–461, (2018).