UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Programa de Pós-Graduação em Ciências e Tecnologia de Materiais
Programa de Doutorado Interinstitucional (DINTER)- UNESP/UFAM

Luz Marina Andrade Maruoka

Estudo sobre impactos de microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno em tijolo de geopolímero baseado em caulim do Amazonas, tratado termicamente

Bauru-SP

2025

Luz Marina Andrade Maruoka

Estudo sobre impactos de microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno em tijolo de geopolímero baseado em caulim do Amazonas, tratado termicamente

Tese apresentada como requisito à obtenção do título de Doutor à Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, sob Orientação do Prof. Dr. Luis Vicente de Andrade Scalvi, Coorientadores: Prof. Dr. Deuber Lincon da Silva Agostini e Profª. Drª. Agda Eunice de Souza Albas

BAURU

2025

Maruoka, Luz Marina A.
Estudo sobre impacto de microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno em tijolos de geopolímero baseado em caulim do Amazonas, tratado termicamente/ Luz Marina Andrade Maruoka. – Bauru, 2025
155f. : il.

Tese (Doutorado)–Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências, Bauru
Orientador: Luis Vicente de Andrade Scalvi

1. Geopolímero 2. Tijolo 3. Poliestireno 4. Microfibras 5. Eletrofiação I. Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Ciências. II. Título.

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Bauru

Faculdade de Ciências

ATA DA DEFESA PÚBLICA DA TESE DE DOUTORADO DE LUZ MARINA ANDRADE MARUOKA, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, DA FACULDADE DE CIÊNCIAS - CÂMPUS DE BAURU.

Aos 21 dias do mês de maio do ano de 2025, às 14h30min, por meio de Videoconferência, realizou-se a defesa de TESE DE DOUTORADO de LUZ MARINA ANDRADE MARUOKA, intitulada **Estudo sobre impactos de microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno em tijolo de geopolímero baseado em caulim do Amazonas, tratado termicamente**. A Comissão Examinadora foi constituída pelos seguintes membros: Prof. Dr. LUIS VICENTE DE ANDRADE SCALVI (Orientador(a) - Participação Presencial) do(a) Departamento de Fisica / Faculdade de Ciências - Unesp/Câmpus de Bauru, Prof. Dr. JEAN CARLOS SILVA ANDRADE (Participação Virtual) do(a) Departamento de Engenharia de materiais / Universidade Federal do Amazonas, Prof. Dr. LAERTE MELO BARROS (Participação Virtual) do(a) Departamento Acadêmico de Infraestrutura – DAINFRA / Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia do Amazonas, Prof. Dr. LUIZ CARLOS DA SILVA FILHO (Participação Virtual) do(a) Departamento de Química / Faculdade de Ciências - Unesp/Câmpus de Bauru, Profa. Dra. MARGARIDA JURI SAEKI (Participação Presencial) do(a) Departamento de Ciências Químicas e Biológicas / Instituto de Biociências de Botucatu - Unesp. Após a exposição pela doutoranda e arguição pelos membros da Comissão Examinadora que participaram do ato, de forma presencial e/ou virtual, a discente recebeu o conceito final: APROVADA . Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelo(a) Presidente(a) da Comissão Examinadora.

gov.br Documento assinado digitalmente
LUIS VICENTE DE ANDRADE SCALVI
Data: 22/05/2025 10:44:58-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. LUIS VICENTE DE ANDRADE SCALVI

Dedico este trabalho a Deus,

aos meus pais Itiu e Socorro,

e ao meu filho Alessandro

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus por me permitir passar por esta jornada.

Agradeço ao Prof. Dr. Luis Vicente pela paciência, apoio, compreensão nos momentos difíceis, orientação, conhecimento e disponibilidade para me orientar.

Agradeço aos meus pais, ao meu filho e a toda a minha família pelo apoio incondicional, carinho, torcida e orações.

Agradeço ao Geralcy pelo apoio, paciência e carinho.

Aos meus coorientadores, Prof.ª Dr.ª Agda e Prof. Dr. Deuber, por disponibilizar tempo, dividir conhecimento e apoio.

Aos Prof. Dr. Silvio Rainha, Prof.ª Roseane e Prof. Dr. Carlos Alberto Grandini pelo apoio e oportunidade.

Aos meus amigos dos laboratórios de grupo LabElTec e LCGRS (Presidente Prudente), LFEO (Bauru) agradeço a amizade e apoio.

Aos meus amigos do IFAM, agradeço o apoio.

Agradeço ao Prof. Dr. André Guimarães pelas medidas de condutividade térmica, ao Fabrício pelas medidas de ângulos de contato, a Prof.ª Dr.ª Jaqueline da Central Analítica do IFAM pelo apoio.

Agradeço a Ivana, por me introduzir ao mundo do geopolímero.

Agradeço ao Joab (IFAM), a Sandra (IFAM), a Beatriz (LabElTec), ao Bruno (LabElTec), ao Lucas (LFEO) e ao Daniel (IFAM) pelo auxílio na parte experimental.

Agradeço ao Glaydson e Ray por auxiliarem na moldagem das amostras. Aos meus ex-alunos do IFAM, Hilderson, Isnailson, Renan e Sasahara, por ajudarem com os ensaios.

Aos meus colegas e amigos do DINTER, obrigada pelo convívio. Ao programa de pós-graduação POSMAT e UNESP pela oportunidade e apoio.

Agradeço à UFAM e ao IFAM.

Aos profissionais da área médica que me ajudaram durante esse período.

Nunca desista dos seus sonhos,
mesmo quando, às vezes, parecem impossíveis

MARUOKA, L.M. **Estudo sobre impactos das microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno em tijolo de geopolímero baseado em caulim do Amazonas, tratado termicamente.**2025 155f. . Tese (Doutor em Ciência e Tecnologia de Materiais) – UNESP, Faculdade de Ciências, Bauru, 2025.

RESUMO

Entre os vários e graves problemas ambientais atualmente, destacam-se as mudanças climáticas, emissão de dióxido de carbono e a produção de resíduos de plásticos. Os plásticos representam 12% do lixo gerado mundialmente. Aliado a isso, o setor da construção demanda por produtos que amenizem problemas ambientais. Reaproveitar os resíduos plásticos em produtos para construção é uma forma de contribuir para redução desses impactos. Dentro desse contexto, este estudo visa investigar os impactos da inserção de resíduos de poliestireno (PS) em forma de microfibras eletrofiadas nas microestruturas, nas propriedades mecânicas e na condutividade térmica dos tijolos de geopolímeros. Foram realizadas as seguintes etapas: tratamento térmico do caulim, produção de microfibras eletrofiadas a partir de resíduos de copos de poliestireno pós-consumo, e finalmente produção de tijolo de geopolímero com microfibras eletrofiadas. O tratamento térmico do caulim levou ao aumento da fração amorfa a 91,62% em 700° C, tornando a metacaulinita mais reativa e produzindo pasta geopolimérica com resistência à compressão de até 30 MPa. Para a produção de tijolo de geopolímero, foram misturados solo, metacaulinita, ativadores silicato sódio e hidróxido de sódio (12 mol/L) e microfibras de PS eletrofiadas (MPS). Para caracterização das matérias-primas e tijolos, foram realizadas as análises de DRX, com quantificação de fases pelo método de refinamento de Rietveld, FRX, TG/DTG, MEV, EDS, FTIR, granulometria a laser, ensaios de consistência do solo, análise granulométrica, resistência à compressão, resistência à flexão e condutividade térmica. A amostra com teor 0,45% de MPS atingiu 2,88 MPa de resistência à flexão, 19% superior que amostra sem microfibras. A amostra com 0,45% com teor de MPS obteve 8,04 MPa de resistência à compressão, 2% maior que amostra sem microfibra. A amostra com 1,8% de teor de MPS obteve 0,64 W/mK de condutividade térmica, 34,5% menor que a amostra de referência.

Palavras-Chave: Geopolímero, Tijolo, Poliestireno, Microfibras, Eletrofiação

MARUOKA, L.M. **Study on the impacts of electrospun microfibers from polystyrene waste in a geopolymer brick based on thermally annealed Amazonian kaolin.**2025 155f. Thesis (PhD in Materials Science and Technology) – UNESP, Faculty of Sciences, Bauru, 2025.

ABSTRACT

Among the many serious environmental problems currently facing the earth, climate change, carbon dioxide emissions and the production of plastic waste stand out. Plastics account for 12% of the waste generated worldwide. In addition, the construction sector demands products that relieve environmental problems. Reusing plastic waste in construction products is one way to help reduce these impacts. Within this context, the present study aims to investigate the impacts of the incorporation of polystyrene (PS) waste in the form of electrospun microfibers in the microstructure, the mechanical properties and thermal conductivity of geopolymer bricks. The following steps were carried out: thermal treatment of kaolin, production of electrospun microfibers from post-consumer polystyrene cup waste, and finally production of geopolymer brick with electrospun microfibers. The thermal annealing of kaolin led to an increase in the amorphous fraction to 91.62% at 700°C, making the metakaolinite more reactive, producing geopolymer paste with compressive strength of up to 30 MPa. For the production of geopolymer bricks, soil, metakaolinite, sodium silicate and sodium hydroxide activators (12 mol/L) and electrospun PS microfibers (MPS) were mixed. To characterize the raw materials and bricks, XRD analyses were performed, with phase quantification by the Rietveld method, along with XRF, TG/DTG, SEM, EDS, FTIR, laser granulometry, soil consistency tests, granulometric analysis, compressive strength, flexural strength and thermal conductivity. The sample with 0.45% of MPS proportion achieved 2.88 MPa of flexural strength, 19% higher than the sample without microfibers. The sample with 0.45% MPS content obtained 8.04 MPa of compressive strength, 2% higher than the sample without microfibers. The sample with 1.8% MPS content obtained 0.64 W/mK of thermal conductivity, 34.54% lower than the reference sample.

Keywords: Geopolymer, Brick, Polystyrene, Microfibers, Electrospinning

LISTAS DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura química do Poliestireno (carbono em vermelho e hidrogênio em cinza). 23

Figura 2: Esquema de sistema de eletrofiação: a) Pressão por grav idade; b) Pressão mecânica do motor; c) Detalhe do reservatório na vertical. 26

Figura 3: Micrografia de MEV de amostra de MPS de PS, barra de escala 10 µm. 30

Figura 4: Adobes moldados manualmente. 32

Figura 5: Unidades básicas octaédrica e tetraédrica das argilas. 40

Figura 6: Célula unitária de caulinita. 41

Figura 7: Afloramento de caulim localizado no km 45 da BR-174, próximo à ponte sobre o igarapé cabeça branca, no município de Manaus-AM. 45

Figura 8: Olaria Cerâmica Montmar, localizada no km 39 da estrada Manoel Urbano (AM-070), no município de Iranduba-am, nas proximidades de Manaus. 46

Figura 9: Fluxograma da produção das microfibras de PS 47

Figura 10: Sistema de eletrofiação vertical. 48

Figura 11: a) Peneiramento úmido do caulim *in natura*; b) Destorroamento do caulim beneficiado; c) Forno usado no tratamento térmico do caulim.. 49

Figura 12: Fluxograma da produção de solo ativado. 52

Figura 13: Fluxo da produção das amostras com MPS em manta. 53

Figura 14: FLuxo da fabricação das amostras com MPS em tira. 55

Figura 15: Resumo das caracterizações 58

Figura 16: a) Máquinas de ensaio de resistência à compressão; b) Máquinas de ensaio de resistência à flexão 61

F**igura 17**: a) Esquema do equipamento casagrande; b) Massa separada em duas partes. 61

Figura 18: Cilindro de solo para determinação de limite de plasticidade. 62

Figura 19: Ensaio para determinação de densidade real: a) Aquecimento da amostra; b) Banho maria da amostra 63

Figura 20: a) Aparelho dispersor; b) Medição com densímetro. 64

Figura 21: Local de corte para coleta da amostra. 66

Figura 22:TG/DTG de caulim beneficiado 67

Figura 23: Curvas de TG/DTG e DSC de amostras de PS: a) Copo; b) Processado em MPS por eletrofiação. 68

Figura 24: Difratogramas de Raios X: a) Caulim beneficiado (CAN BEN); b) META600; c) META650; d) META700; e) META750; f) META 800. 76

Figura 25: Difratograma de Raio X do solo. 79

Figura 26: Difratograma do solo, CAU BEN, META700, geopolímero em pasta. 80

Figura 27: Espectros de FTIR caulim *in natura.* 81

Figura 28: Espectros de FTIR de caulim beneficiado, META600, META650, META700, META750 e META800. 82

Figura 29: Espectros de FTIR do copo de poliestireno pós-uso. 84

Figura 30: Espectros de FTIR do copo de poliestireno e microfibra de resíduos de PS. 86

Figura 31: Espectros de FTIR da microfibra de PS, solo, META700 e CAU BEN. 87

Figura 32: Área de superfície específica (azul-esquerdo) e tamanho das partículas mediana (vermelho-direito) para diferentes amostras. 89

Figura 33: Curvas granulométricas de caulim tratado e não tratado termicamente. 91

Figura 34: Curva granulométrica do solo. 92

Figura 35: Imagens de MEV de amostras de caulim tratado e não tratado termicamente, em que a barra de escala é mostrada, sendo 20µm e 2µm (inserido em cada figura, mostrados detalhes localizados) a) e b) Caulim ; c) caulim beneficiado; d) META600; e) META650; f) META700; g) META750; h) META800. 95

Figura 36: Espectros e mapeamento de EDS de caulim tratado e não tratado termicamente: a) caulim *in natura* (CAU IN); b) caulim beneficiado (CAU BEN); c) META600; d) META650; e) meta700; f) META750; g) META800. 97

Figura 37: Micrografias de MEV de amostras de MPS obtidas de resíduos de PS pelo método de eletrofiação vertical a) manta de MPS, barra de escala de 2 µm; b) MPS inserida no tijolo de geopolímero. 101

Figura 38: Micrografias de MEV de amostras de MPS obtidas de resíduos de PS pelo método de eletrofiação vertical: a) Manta de MPS-01, barra de escala, 10 µm; b) Histograma da frequência do diâmetro de MPS-01; c) Manta de MPS-02, barra de escala, 20 µm; d) histograma da frequência do diâmetro de MPS-02. 102

Figura 39: Micrografia de MEV: a) META700; b) Microfibra MPS-01, barra de escala, 10 µm. 104

Figura 40: Resistência à compressão do geopolímero e temperatura de tratamento térmico do caulim. 105

Figura 41: Fotografia e imagem da gotícula de água sobre a superfície do: a) Copo de PS pós-uso; b) Manta de MPS produzida por eletrofiação; c) MPS em tiras misturadas com partículas de metacaulinita e solo. 106

Figura 42: Curva cinética do ângulo de contato em função do tempo do copo de PS pós-uso, MPS com e sem partículas de metacaulinita e solo 107

Figura 43:Micrografia de MEV da MPS em tiras com partículas de metacaulinita e solo: a) Sem ativadores hidróxido de sódio e silicato de sódio; b) Com ativadores hidróxido de sódio e silicato de sódio sem pressão de conformação. 109

Figura 44: Taxa de absorção de água em função do teor de MPS. 112

Figura 45: Porosidade aparente em função do teor de MPS. 114

Figura 46: Resultados de resistência à flexão: a) Amostras com e sem MPS em manta; b) Amostras com e sem MPS em tiras. 115

Figura 47: Imagens da superfície do corpo de prova e na fratura das amostras com : a) e b) MPS em manta com 5 camadas; c) e d) MPS em tira 0,45%; e) e f) sem MPS. 116

Figura 48: Resultados das médias de resistência à compressão da MPS: a) Em tiras distribuída ao longo da amostra; b) Mantas distribuídas em camadas. 120

Figura 49: a) Amostra em tira com 0,45% de MPS; b) Amostra com 10 camadas de MPS em manta. 122

Figura 50: Micrografia de MEV de amostra de MPS: a) e b) Em forma de manta com 5 camadas, barra de escala 100 µm; c) e d) Em forma de tira com teor de 0,45%, barra de escala 50 µm e 100 µm; e) e f) Em forma de tiras com 0,35%, barra de escala 10 µm e 100 µm; g) Em tira com teor de 0,45%, barra de escala 10 µm; h) Em tira com teor de 0,15%, barra de escala 2 µm. 123

Figura 51: Desenho esquemático das amostras com MPS: a) Em manta; b) Em tira 126

Figura 52: Formação de fissura na amostra com MPS manta. 128

Figura 53: Condutividade térmica das amostras com MPS-01 e MPS-02. 129

Figura 54: Condutividade térmica das amostras com MPS-01 em tira. 130

LISTAS DE TABELAS

Tabela 1: Parâmetros de processo, de solução e ambientais. 27
Tabela **2**:Classificação do solo conforme as dimensões. 43
Tabela **3**:Código de amostra. 50
Tabela **4:** Proporções dos componentes. 52
Tabela 5: Características das amostras para medições de resistências. 56
Tabela 6: Características das amostras para medições de condutividade térmica. 57
Tabela 7: Composição química em teores de óxidos do caulim tratado e não tratado termicamente, obtidos por FRX. 71
Tabela 8:Composição química em teores de óxidos do caulim tratado e não tratado termicamente e solo, obtidos por FRX. 72
Tabela 9: Composição dos elementos químicos de Si e Al do caulim tratado e não tratado termicamente e razão molar de SI/AL. 73
Tabela 10: Quantificação de fase do caulim tratado termicamente e não tratado. 77
Tabela 11: Número de onda e intensidade para algumas absorções características do poliestireno 85
Tabela 12: Limites de consistência e massa específica do solo. 93
Tabela 13: Análise composicional por EDS caulim tratado e não tratado termicamente. 100
Tabela 14: Densidade aparente das amostras de resistência à compressão. 109
Tabela 15: Densidade aparente das amostras de resistência à flexão. 110
Tabela 16: Resultados do índice de absorção de água. 111
Tabela 17: Resultados da porosidade aparente. 113
Tabela 18: Condutividade térmica das amostras de tijolo de geopolímero. 127

ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

Alumina = Al_2O_3

C. Manta. 10C = Compressão Manta 10 camadas

C. Manta. 5C = Compressão Manta 5 camadas

C. Tira.0,15 = Compressão Tira 0,15 %

C.MPS-01.M.0,53 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Manta, espessura 0,53 mm

C.MPS-01.M.1,60 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Manta, espessura 1,60 mm

C.MPS-01.M.3,21 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Manta, espessura 3,21 mm

C.MPS-01.T.0,45 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Tira, teor 0,45%

C.MPS-01.T.0,90 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Tira, teor 0,90%

C.MPS-01.T.1,80 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 01, Tira, teor 1,80%

C.MPS-02.M.0,53 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 02, Manta, espessura 0,53 mm

C.MPS-02.M.1,60 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 02, Manta, espessura 1,60 mm

C.MPS-02.M.3,21 = Condutividade, Microfibras Poliestireno 02, Manta, espessura 3,21 mm

C.REF = Compressão Referência

C.Tira.0,25 = Compressão Tira 0,25 %

C.Tira.0,35 = Compressão Tira 0,35 %

C.Tira.0,35 = Flexão Manta 0,35%

C.Tira.0,45 = Compressão Tira 0,45 %

C.Tira.0,45 = Flexão Manta 0,45%

CA = Acetato de celulose

CAU BEN= Caulim sem tratamento térmico, mas beneficiado por peneiramento

CAU IN = Caulim *in natura* sem tratamento térmico e sem peneiramento

D = Densidade real do solo

DBSA-PPy.DBSA = ácido dodecilbenzeno sulfônico

DCM = Diclorometano

DCM = Diclorametano

DEMA = Laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar

DINTER - Programa de Doutorado Interinstitucional

DMAc = dimetilacetamida

DMF = N.N-Dimetilformamida

DRX = Difração de raios X

DSC = Calorimetria de varredura diferencial

DTG = Termogravimetria derivada

EDS = Espectroscopia de energia de dispersão

EPS = Poliestireno expandido

F. Manta.2C = Flexão Manta 2 camadas

F. Manta.4C = Flexão Manta 4 camadas

F. Manta.5C = Flexão Manta 5 camadas

F.REF = Flexão referência

FRP = Polímero reforçado com fibra de vidro

FRX = Fluorescência de raios X

FTIR = Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier

GJ = Gigajoules

GPPS = Poliestireno de uso geral (G*eneral Purpose Polystyrene)*

HDPE = Polietileno de alta densidade

HIPS = Polestireno de alto impacto

ICSD = Banco de Dados de Estrutura Cristalina Inorgânica (Inorganic Crystal Structure Database)

IFAM/CMC = Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia do Amazonas Campus Manaus Centro

IFAM/CMDI = Instituto Federal de Educação, Ciências e Tecnologia do Amazonas Campus Manaus Distrito Industrial

INPA = Instituto Nacional de Pesquisas Amazônia

IP = Índice de plasticidade

kV = quilovolt

LabEItec = Laboratório de Eletrofiação e Tecnologia de Nanofibras

LaCOM = Laboratório de Catálise Organometálica e Materiais

LAMIN = Laboratório de Análises Minerais dos Serviços Geológicos do Brasil

LCGRS = Laboratório de caracterização e Gestão de Resíduos Sólidos

LDPE = Polietileno de baixa densidade

LL= Limite de Liquidez

LP = Limite de Plasticidade

LTGS = Tijolo de geopolímero de baixa temperatura

MET = Microscopia eletrônica de transmissão

META600 = Metacaulinita tratada a temperatura de 600 °C

META650 = Metacaulinita tratada a temperatura de 650 °C

META700 = Metacaulinita tratada a temperatura de 700 °C

META750 = Metacaulinita tratada a temperatura de 750 °C

META800 = Metacaulinita tratada a temperatura de 800 °C

MEV = Microscópio Eletrônico de Varredura

MPa = Mega Pascal

MPS (C.O) = Microfibra Poliestireno Condutividade sem fibra

MPS = Microfibra de poliestireno

MPS-01 = Microfibra de poliestireno na temperatura 40 ± 3

MPS-02 = Microfibra de poliestireno na temperatura 57 ± 3

Na_2SiO_3 = Silicato de sódio

NaOH = Hidróxido de sódio

NBR = Norma Brasileira

P1 = Massa do picnômetro vazio e seco em g;

P2 = Massa do picnômetro mais amostra em g

P3 = Massa picnômetro mais amostras e mais água após banho maria em g;

P4 = Massa picnômetro mais água após banho maria em g

PA = Poliamida

PA- 4,6 = Nylon – 4,6

PA -6,6 = Nylon - 6.6

PAN = Poliacrilonitrila

PBI = Polibenzimidazol

PC = Policarbonato

PEG = polietilenoglicol

PEI = polieterimida

PEO = óxido de polietileno

PET = Tereftalato de polietileno

PEVA = polietileno acetato vinila

PIM = Polo Industrial de Manaus

PLA = Ácido poliláctico

PMMA = polimetacrilato de metila

PPy = Polipirrol

PS=Poliestireno

PSAI = Poliestireno de alto impacto

PSM = Máscaras cirúrgicas processadas

PU = Poliuretano

PVA = Poli (álcool vinílico)

PVC = Cloreto de polivinil

PVDF = Fluoreto de vinilideno)

PVK = Polivinilcarbazol

PVP = Polivinilpirrolidona)

SiO_2 = Sílica

$S_{y=}$ qui-quadrado esperado

TG ou TGA = Termogravimetria

THF = Tetrahidrofurano

TPU = Poliuretano termoplástico

UFAM = Universidade Federal do Amazonas

UFPA = Universidade Federal do Pará

UFSCar = Universidade Federal de São Carlos

UNESP = Universidade Estadual Paulista

W/mK = Watt por metro-kelvin

$Y_{cal\ =}$ padrão de difração calculado

$Y_{obs\ =}$ padrão de difração observado (amostras)

θ = Ângulo de Bragg

λ = Comprimento de onda

SUMÁRIO

1.INTRODUÇÃO 20
2. OBJETIVOS 22
3. REVISÃO DA LITERATURA 23
3.1 Poliestireno.....23
3.2 Microfibras eletrofiadas.....24
3.3 Tijolos de Geopolímeros.....31
3.3.1 Tijolo de terra crua/adobe..... 31
3.3.2 Geopolímeros 36
3.3.3 Caulim 39
3.3.4 Metacaulinita 41
3.4 Solo.....43
4. MATERIAIS E MÉTODO 44
4.1 Materiais.....44
4.1.1 Metacaulinita 45
4.1.2 Solo..... 45
4.1.3 Ativadores alcalinos 45
4.1.4 Poliestireno 46
4.1.5 Solventes..... 46
4.2 Método.....46
4.2.1 Produção de Microfibras Eletrofiadas de PS..... 47
4.2.2 Caulim e metacaulinita..... 49
4.2.3 Produção do Tijolo de Geopolímero 51
4.2.4 Produção das amostras para medições de resistência à flexão e resistência à compressão 53
4.2.5 Produção das amostras para medições de condutividade térmica 56
4.3 Técnicas de Caracterizações.....58
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES 66
5.1 Caracterização dos Materiais Precursores.....66
5.1.1 Análise Térmica (TG/DTG) 66
5.1.2 Análise química por FRX 70
5.1.3 Análise de composição estrutural e química 75
5.1.4 Análise Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)80

5.1.5 Análise da área de superfície 89
5.1.6 Análise Granulométrica 91
5.1.7 Análise do limite de consistência e massa específica do solo 93
5.1.8 Análise microestrutural 94
5.1.9 Análise das propriedades mecânicas do geopolímero 104
5.1.10 Análise do ângulo de contato 106
5.2 Análise das Propriedades Tecnológicas do Tijolo de Geopolímero 109
5.2.1 Densidade Aparente, Absorção e Porosidade 109
5.2.2 Ensaio de Resistência à flexão 114
5.2.3 Ensaio Resistência à Compressão 119
5.2.4 Análise morfológica e estrutural 122
5.2.5 Análise da Condutividade Térmica 125
6. CONCLUSÕES 131
TRABALHOS FUTUROS 133
TRABALHOS PRODUZIDOS 134
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 135
APÊNDICE A 152
APÊNDICE B 153
APÊNDICE C 154
APÊNDICE D 155

1.INTRODUÇÃO

Entre os vários e graves problemas ambientais atualmente, destacam-se as mudanças climáticas em função do aumento de emissão de gases do efeito estufa, especialmente o dióxido de carbono, e a produção de resíduos de plásticos.

Os plásticos representam 12% do lixo gerado mundialmente, totalizando 396 milhões de toneladas em 2019 (SILVA *et al.,* 2022), mas apenas 9% são destinados ao aterro sanitário (LAMBA *et al.,* 2022). Em geral, os copos descartáveis pós-consumo são enviados aos aterros sanitários ou destinados aos rios e mares. Por outro lado, existem técnicas de reciclagem para os copos descartáveis de poliestireno para ser reintegrado ao ciclo produtivo (THAKUR *et al*., 2018), e os plásticos reciclados podem ser transformados em produtos de valor agregado (BAG *et al.,* 2021). A ausência de informações sobre a disponibilidade de plásticos reciclados, sua qualidade e adequação para aplicações específicas pode ser um desestimulo ao uso de materiais recicláveis (KULKARNI, 2018). Somam-se a isso os custos baixos de aquisição dos copos descartáveis de poliestireno, que incentivam o descarte em aterros ou outros locais, que levarão centenas de anos para serem assimilados pela natureza (GIL-JASSO *et al*., 2019).

Outro setor que causa grandes impactos ambientais é a construção civil, em que apresenta grande consumo de cimento, que por sua vez causa o efeito estufa, emissões de gases e alto consumo de energia. Segundo Wu *et al.* (2019), em torno de 3,2 GJ de energia por tonelada são consumidos ao longo do processo de produção do cimento. Outro produto com elevado consumo pela construção civil é tijolo cerâmico. Durante a produção de tijolo ou bloco cerâmico ocorrem impactos ao meio ambiente causados pela retirada de argila e pelo consumo energético na fabricação, devido às altas temperaturas necessárias para queima do tijolo.

Segundo Lamba *et al.* (2022), devido ao aumento de resíduos plásticos, pesquisadores buscam novas formas de reciclagem e reutilização desses resíduos como material de construção. Na literatura encontram-se várias pesquisas que investigaram o uso de resíduos de plásticos para serem usados como constituintes dos produtos de construção. Entre os exemplos, destacam-se os seguintes produtos: bloco de terra compactada com resíduos de tereftalato de polietileno (PET) (AKINWUMI *et al.,* 2019); concreto para pavimentação com cimento, agregados, resíduos de polipropileno (PP) e polietileno de alta densidade (PEAD) (DALHAT *et al.,* 2016); concreto de pavimentação

de resíduos de PET com cimento e agregados (HAM EED *et al.*, 2019); tijolo de solo com PEAD e PET (LIMAMI *et al.*, 2020); tijolo de polietileno de baixa densidade (LDPE) com areia (KUMI-LARBI *et al.*, 2018); tijolo com policarbonato (PC), poliestireno (PS), areia cinza volante e cimento (MONDAL *et al.*, 2019); concreto leve com poliestireno de alto impacto (HIPS), LDPE, cimento e areia (OLOFINNADE *et al.*, 2020); e telha com areia e PEAD (SEGHIRI *et al.*, 2017).

No entanto, pesquisas voltadas à reutilização de copos descartáveis de poliestireno (PS) pós-uso são muito raras e pesquisas sobre aplicação de fibras eletrofiadas de resíduos de PS em tijolos de argilas são ainda mais escassas, configurando uma laguna devido pouca exploração deste assunto.

Por outro lado, a inserção do copo de PS em tijolos cerâmicos como forma de mitigar o impacto ambiental encontra barreiras. O processo de fabricação do tijolo cerâmico que em seu processo convencional de sinterização térmica, em geral, é realizado em altas temperaturas (em torno de 950 ºC) e o ponto de fusão do poliestireno ser em torno de 230 ºC são incompatíveis para o polímero (GUO *et al*., 2016). Uma alternativa seria não queimar o tijolo, ou seja, usar tijolo de terra crua que não necessita de temperatura elevada para adquirir resistência compatível ao seu uso.

Outro aspecto a ser considerado é interação entre partículas de argila e de resíduos de copos de PS, os quais são incompatíveis quimicamente: argila é inorgânica/hidrofílica e copo de PS é orgânico/hidrofóbico. Essas interações impactam diretamente no desempenho das propriedades mecânicas (MACHADO, 2016).

Tijolo de terra crua pode ser constituído por solo e geopolímero. Este, por sua vez, é um aglutinante e pode substituir o cimento Portland, sendo composto por precursores (metacaulinita) e ativadores alcalinos (silicato de sódio e hidróxido de sódio) (KAMSEU *et al*., 2021). O presente estudo propõe um tijolo composto de terra crua (solo) e ligante geopolímero com resíduos de copos descartáveis em forma de microfibras eletrofiadas.

A opção pelo uso de microfibras de PS em tijolos de geopolímeros justifica-se, primeiramente, pelo fato de que o tijolo de terra crua, ou adobe, por si só apresenta baixa resistência mecânica, baixa resistência à água e problema de retração por secagem (FERREIRA, 2012; BOUTH, 2005; DONKOR, 2014). Segundo Binici *et al.* (2007), tijolo de solo (terra crua) reforçados com fibras plásticas apresentaram desempenho técnico adequado para o isolamento térmico e propriedade mecânicas. Os esquemas de reforço de fibras são implantados para mitigar algumas das desvantagens produtos à base

de terra crua (BURBANO-GARCIA *et al.*,2022). Por outro lado, o geopolímero apresenta alta resistência à compressão (DAVIDOVITS, 1991). No entanto, a estrutura reticulada do geopolímero o torna frágil, propenso as fissuras e deformações (DOLLENTE *et al.*, 2023). Estudos apontam que a incorporação de fibras no geopolímero melhora a resistência à compressão, à flexão e à tração (DHASMANA *et al.*, 2023).

O uso de microfibras de PS eletrofiadas, abordada neste trabalho, justifica-se por ser uma forma dar uma destinação adequada aos copos descartáveis de PS que iriam para aterros ou lixões, minimizando o impacto ambiental. A escolha da técnica de eletrofiação justifica-se porque as fibras obtidas apresentam elevada área superficial e possibilitam variadas morfologias (Mercante *et al.*, 2021). Essas características podem impactar, positiva ou negativamente na condutividade térmica e nas propriedades mecânicas. No entanto, essa temática ainda é pouco explorada na literatura.

Dentro desse contexto, a questão fundamental da pesquisa aqui proposta é a inserção de microfibras eletrofiadas de resíduos de copos de PS, em tijolo de terra crua e a verificação de como impactam nas propriedades mecânicas e microestrutura.

2. OBJETIVOS

Objetivo Geral: Investigar os impactos de resíduos de poliestireno em forma de microfibras eletrofiadas nas propriedades mecânicas, na condutividade térmica e na microestrutura de tijolos de geopolímero.

Objetivos Específicos:

1) Investigar o efeito do tratamento térmico do caulim para identificar seu potencial no desempenho mecânico do geopolímero;

2) Efetuar a eletrofiação de resíduos de copos de poliestireno pós-consumo com intuito de verificar a possibilidade de transformar copos de PS em microfibra, assim como, identificar seus parâmetros de produção e morfologia das fibras;

3) Produzir tijolos de geopolímero para verificar viabilidade da inserção de microfibras de PS;

4) Avaliar as propriedades mecânicas e condutividade térmica de tijolos de geopolímero contendo microfibras de resíduos de PS.

3. REVISÃO DA LITERATURA

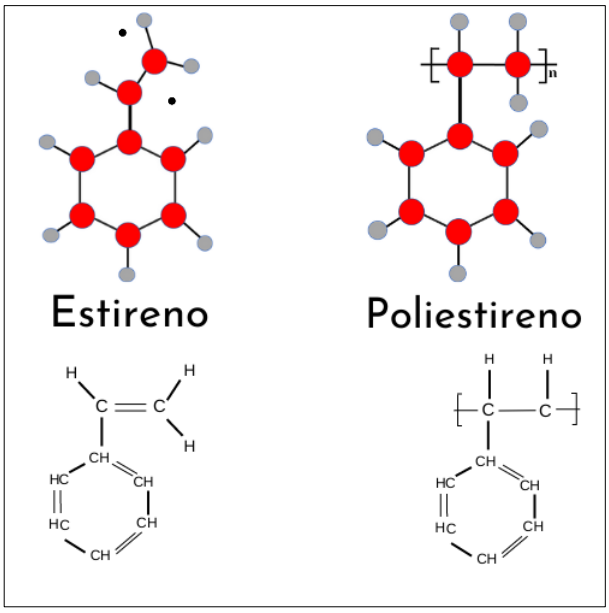
Nesta seção, são abordados os conceitos necessários para embasar o entendimento e discussões sobre microfibras de resíduos de PS e tijolos de geopolímero. Nesse sentido, estão apresentados conceitos e características do poliestireno, microfibras, tijolo de terra crua, geopolímero, caulim, metacaulinita e solo.

3.1 Poliestireno

Polímeros são macromoléculas com cadeias longas compostas por unidades menores repetidas de estrutura idêntica, denominada de *meros*, podendo ser de origem natural ou sintética. O processo de polimerização é responsável pela formação dessas cadeias, no qual as unidades de repetição, reagem e se unem para a formação do material (BORELLY, 2002; RUDIN *et al.*, 2014).

O polímero poliestireno é sintetizado a partir do monômero estireno, conhecido também como vinil benzeno, sendo um hidrocarboneto aromático insaturado (Figura 1) (BORELLY, 2002; MALERE, 2011).

Figura 1: Estrutura química do poliestireno (carbono em vermelho e hidrogênio em cinza).



Fonte : Adaptado de IStock by Getty Image (2017).

O poliestireno é homopolímero e termoplástico. Homopolímero é quando as unidades repetidas são do mesmo tipo de polímero ao longo da cadeia (CALLISTER, 2012). Termoplástico é referente a capacidade de amolecer e fluir quando ocorre aumento de pressão e temperatura, tornando-se sólido quando são retirados a pressão e temperatura (CANEVAROLO, 2002).

Poliestireno é comercializado em três principais formas: poliestireno expandido (EPS), usualmente utilizado como embalagem protetora e isolante térmico; poliestireno de alto impacto (PSAI) utilizado em segmentos da indústria automotiva, revestimento internos de refrigeradores e utensílios domésticos; poliestireno cristal ou standard (PS ou GPPS- *General Purpose Polystyrene*) de uso geral, usado principalmente como copos de plástico descartáveis (MALERE, 2011).

As principais características do poliestireno são: resistência à tração próxima a 550 kg/cm², alto índice de refração, facilmente moldado por injeção, insípido, inodoro e atóxico, massa específica entre 1,04 e 1,07 g/cm³, baixo custo e massas molares variando de 20.000 a 150.000 g/mol em média, quimicamente resistente a alguns ácidos forte e álcalis (BORELLY, 2002; MALERE, 2011).

Segundo Borrelly (2002), no poliestireno comercial, em geral, o número de unidades de repetição do monômero pode ser de 1000 ou mais. Considerando que massa molar da unidade repetitiva é de 104 g/mol, isso resulta em uma média de massa molar de 104.000 g/mol.

A dissolução do polímero é uma etapa importante para obtenção de microfibras. Nesse sentido, a dissolução do polímero é um processo físico reversível, o qual não altera a estrutura química da cadeia polimérica, diferentemente da degradação do polímero que é um processo irreversível. Para ocorrer a solubilização, deve existir similaridade química e estrutural entre o polímero e o solvente. (CANEVAROLO, 2002).

3.2 Microfibras eletrofiadas

As nanofibras e microfibras podem ser produzidas por várias técnicas, sendo as mais correntes: eletrofiação, automontagem, polimerização, síntese sonoquímica. Entre as sínteses emergentes pode-se citar o plasma induzido, a fiação por sopro de solução entre outros (KENRY *et al.*, 2017). Ressalta-se que este estudo é centrado na produção de microfibras, que foi a dimensão que mais se adaptou à produção de amostras de resíduos de poliestireno.

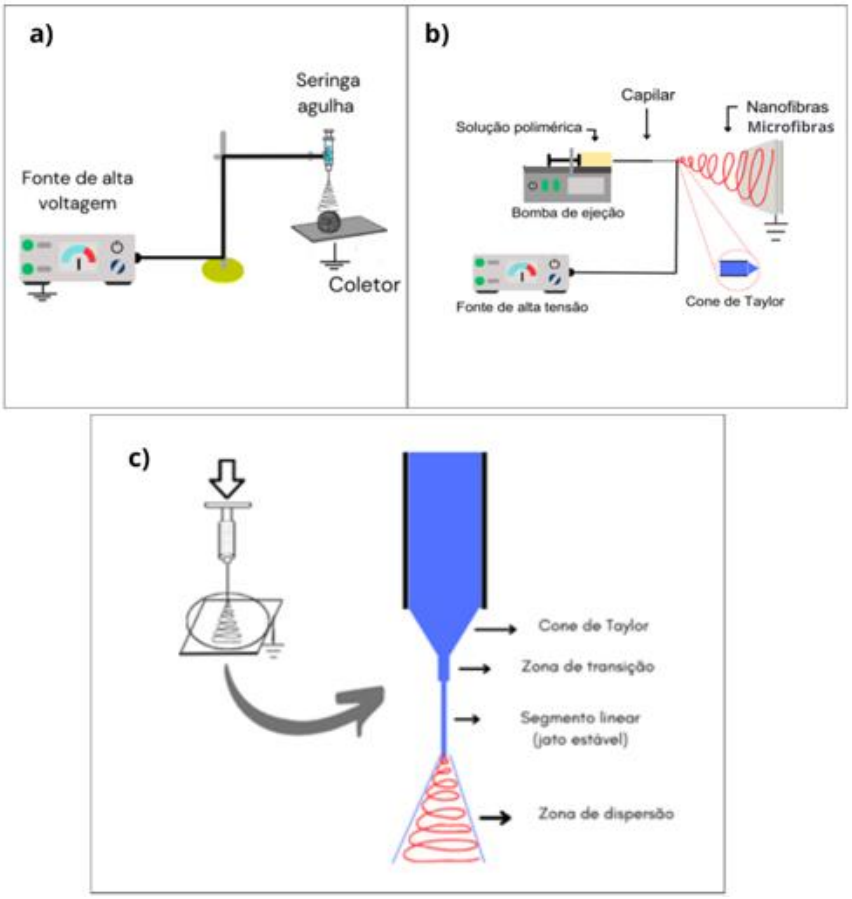
A técnica de eletrofiação foi utilizada pela primeira vez por Rayleigh, em 1997, e patenteada por Formhals em 1934 (GOIS, 2020; Lu *et al.*, 2009). As fibras eletrofiadas obtidas pela técnica de eletrofiação apresentam combinação de elevada razão área superficial/volume, diâmetro na escala micrométrica e nanométrica (50 nm-50 µm), porosidade, flexibilidade, variedade de formas e tamanhos, simplicidade de processamento, propriedades físicas e mecânicas únicas e custo relativamente baixo (EATEMADI *et al.,* 2014; LOMBARD *et al.,* 2023). A técnica de eletrofiação abrange uma variedade de compostos como polímeros naturais e sintéticos, copolímeros, misturas de polímeros e até alguns materiais inorgânicos (LOMBARD *et al.,* 2023). Essas qualidades possibilitam variedade de aplicações biomédicas, ambientais e outras tecnologias, tais como sistemas de filtração de água, catálise, sensores, engenharia de tecido, membrana de supercapacitores, armazenamento de energia e administração de medicamentos (KENRY *et al.*, 2017; EATEMADI *et al.,* 2014; FAITA *et al.,* 2022; LOMBARD *et al.*, 2023).

Em geral, a técnica de eletrofiação utiliza uma fonte de alta tensão (10-100 kV), seringa com solução polimérica (reservatório), capilar metálico (agulha) e coletor metálico aterrado estacionário (GOIS, 2020). A seringa ou o reservatório da solução pode ser posicionado na horizontal ou na vertical. Na posição vertical, denominada de eletrofiação vertical, a pressão é controlada pela ação da gravidade. Na horizontal, a pressão é controlada por via mecânica proveniente de uma bomba de injeção, conforme mostram as Figura 2(a), Figura 2(b) e Figura 2(c) (MERCANTE *et al.,* 2021).

O processo de eletrofiação ocorre quando a pressão, seja mecânica ou por gravidade, força a solução polimérica a passar pelo capilar metálico, formando uma gota. Essa permanece na ponta do capilar metálico devido à força da tensão superficial. Um eletrodo conecta a fonte de alta tensão (10 a 100 kV) ao tubo capilar metálico (agulha), tornando a gota altamente eletrificada e fazendo que essa gota se alongue, formando um cone denominada cone de Taylor. Quando as forças do campo elétrico forem maiores que as forças relativas à tensão crítica, as forças eletrostáticas superam a tensão superficial da gota, fazendo com que o jato com solução polimérica seja projetado. À medida que esse jato se movimenta da ponta do capilar metálico até o coletor, as moléculas do polímero são solidificadas e o solvente evapora, produzindo as fibras. (DAYAL *et al.*, 2007, LOMBARD *et al.*, 2023).

.

Figura 2: Esquema de sistema de eletrofiação: a) Pressão por gravidade; b) Pressão mecânica do motor; c) Detalhe do reservatório na vertical.



Fonte: a) Adaptada de Lu *et al.* (2009); b) Adaptada de Dognani *et al.* (2020); c) Adaptada Li *et al.* (2004).

Alguns parâmetros são determinantes na produção e nas propriedades das nanofibras e microfibras, pois quaisquer pequenas variações nas soluções poliméricas e/ou parâmetros experimentais de eletrofiação podem resultar em variações significativas na morfologia final das microfibras (UYAR *et al.*, 2008). Dessa forma, os parâmetros de processo abrangem a tensão elétrica aplicada, a taxa de fluxo e tipo de coletor (GOIS *et al.*, 2021). Os parâmetros ambientais são a umidade e temperatura (KENRY *et al.*, 2017). Os diâmetros e morfologia das fibras eletrofiadas são altamente impactados pelos parâmetros da solução, de processo e ambientais (KENRY *et al.*, 2017).

Entre os parâmetros de solução, o mais importante é a viscosidade. Para obter microfibras uniformes e sem contas (aglomerado polimérico), é preciso ter um grau de emaranhamento de cadeias na solução polimérica, o que depende de um valor da

concentração mínima (viscoelasticidade). Se a concentração for muito baixa, consequentemente o grau de emaranhamento é baixo, dessa forma, não sendo o suficiente para formação ou manutenção do jato. Assim, haverá tendência à pulverização e à formação de microfibras com defeitos. Por outro lado, o aumento de concentração/viscosidade pode levar formação de fibras mais espessas (MERCANTE *et al.*, 2021; COSTA *et al*; 2012). A Tabela 1 apresenta resumo dos parâmetros e os impactos na produção de microfibras.

Tabela 1: Parâmetros de processo, de solução e ambientais.

Parâmetros		Observação
Solução	Massa molecular	Impacta na formação das nanofibras mais homogêneas. Baixa massa molecular pode acarretar a não formação de fibras
	Concentração/Viscosidade	Se for muito elevada pode não haver cargas elétricas suficientes para formação de jato, formando *beats*. Viscosidade baixa favorece a formação de fibras mais finas e homogêneas, se aumentar a viscosidade, a fibra fica espessa
	Condutividade	A elevação da condutividade favorece alongamento do jato e a produção de nanofibras com diâmetros menores e sem defeitos
Processo	Voltagem aplicada	O aumento da voltagem possibilita formação de fibras com menores diâmetros. Porém, se a voltagem for elevada, pode formar fibras mais espessas e com defeitos. A voltagem baixa pode dificultar a produção de fibras.
	Vazão da solução	Influencia na formação da gota e velocidade do jato. O aumento da vazão pode formar fibras com maiores diâmetros e defeitos. Vazão muita baixa forma fibras não uniformes.
	Distância de trabalho (distância entre a ponta da agulha e coletor)	Impacta no alongamento do jato e evaporação do solvente. Maiores distâncias favorecem a formação de fibras com menores diâmetros. Distância menor pode prejudicar o alongamento da fibra, resultando no aumento do diâmetro ou formação de fibras achatadas.
Ambientais	Temperatura	A temperatura afeta a viscosidade da solução e o processo de evaporação do solvente. Temperaturas mais elevadas favorecem a formação de fibras com menores diâmetros
	Umidade relativa	Afeta o processo de evaporação do solvente. Uma maior umidade relativa tende a induzir a formação de poros na superfície das fibras

Fonte: Adaptado de Mercante *et al.* (2021).

Há extensa variedade de polímeros sintéticos que a técnica de eletrofiação pode ser empregada para formação de nanofibras ou microfibras, entre quais pode-se citar: Nylon-6,6 (PA-6,6), poliacrilonitrila (PAN), poliuretano (PU), policarbonato (PC), polibenzimidazol PBI), álcool polivinílico (PVA), ácido poliláctico (PLA), polietileno co-vinil acetato (PEVA), polimetacrilato (PMMA), óxido de polietileno (PEO), polivinilcarbazol (PVK), tereftalato de polietileno (PET), poliestireno (PS), poliamida (PA), acetato de celulose (CA), polivinilpirrolidona (PVP), cloreto de polivinil (PVC), fluoreto de vinilideno (PVDF), poliéter imida (PEI), polietileno glicol (PEG), nylon-4,6 (PA-4, 6) entre outros. Além desses, vários estudos sobre eletrofiação com nanomateriais compostos têm sido reportados (LU *et al.*, 2009; MERCANTE *et al.*, 2021).

O poliestireno pode ser usado na eletrofiação por apresentar boa capacidade de fiação e propriedades de formação de fibras (SU *et al.*, 2022). É possível obter fibras de PS com diferentes micro ou nanoestruturas, ajustando as propriedades da solução de PS e os parâmetros de fiação. A morfologia das fibras também pode ser regulada ajustando a proporção de N.N. dimetilformamida (DMF) na concentração da solução.

Neste sentido, a seguir são apresentados alguns estudos sobre a produção de microfibras a partir de PS eletrofiado.

Com o intuito de produzir fibras eletrofiadas uniformes e isentas de esferas, Uyar *et al*. (2008) dissolveram resíduos poliestireno expandido de (EPS) em DMF à temperatura ambiente e submeteram a solução a agitação por 5 horas. A concentração do polímero variou de 10% (p/v) até 30% (p/v). A vazão da solução polimérica variou de 0,5 a 2 mL/h, a tensão aplicada de 10 a 20 kV, a distância entre a ponta do eletrodo e o coletor de 5 a 20 cm. Os diâmetros obtidos variaram de 250 nm (para 10% de PS) a 4250 nm (para 30% de PS), em função da concentração de PS. Os autores concluíram que quaisquer pequenas alterações na condutividade da solução resultam em variações morfológicas nas nanofibras de PS.

Akanbi *et al.* (2021) investigaram a produção de mantas eletrofiadas de misturas poliméricas de PS e de poliuretano termoplástico (PU), em diferentes proporções de massa, visando possíveis aplicações na sorção de óleo. As fibras compostas de PS/PU com diferentes proporções de massa (10:0, 9:1, 8:2, 7:3 e 6:4) foram fabricadas dissolvendo os pellets de polímero em DMF/THF (4:1). O processo de eletrofiação foi realizado com distância de trabalho de 15 cm, tensão aplicada de 15 kV e taxa de fluxo da solução precursora de 3 ml/h. Para a composição de PS/PU na proporção de 10:0, foi

obtido um diâmetro médio de fibra de 3,02 µm, enquanto para a proporção de 6:4, o diâmetro médio alcançado foi de 3,86 µm.

Nitanan *et al.* (2011) produziram fibras utilizando solventes simples, como DMF, dimetilacetamida (DMAc) e tetrahidrofurano (THF), com soluções de poliestireno (PS) nas concentrações de 10%, 15% e 20%. Para os solventes mistos DMF/THF e DMAc/THF, as soluções de PS foram preparadas nas proporções de DMF/THF em 100/0, 75/25, 67/33, 50/50, 33/67, 25/75 e 0/100 %. Foi utilizada uma bomba com uma taxa de alimentação da solução de PS de 0,4 mL/h, aplicando-se uma tensão de 15 kV e mantendo distância de trabalho de 15 cm. Os resultados indicaram que, com o aumento da concentração de PS, a condutividade dos solventes diminuiu, enquanto a viscosidade aumentou. Os solventes DMF e DMAc geraram fibras de PS eletrofiadas uniformes e sem a presença de esferas, enquanto a utilização de THF na solução de PS causou entupimento da agulha. A morfologia das fibras foi alterada ao utilizar as proporções de solvente DMF/THF de 33/67, 25/75 e 0/100, resultando na formação de esferas a partir da solução de 10% de PS. A mistura dessas mesmas proporções de solvente com soluções de 10% a 15% de PS gerou fibras enrugadas. O menor diâmetro obtido foi de 927 nm para a proporção DMF/THF de 75/25 com a solução de PS a 15%. Quando eletrofiadas em um ambiente de alta umidade, o interior dessas fibras foi considerado altamente poroso, apesar da aparência lisa e não porosa das superfícies das fibras.

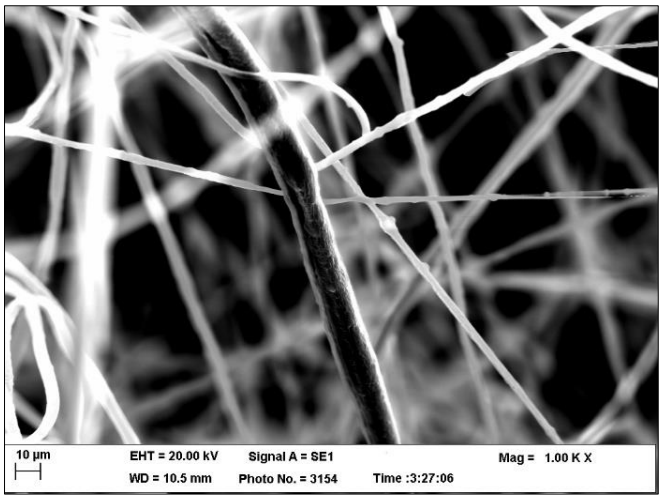
Jalal *et al.* (2020) desenvolveram membranas de PS eletrofiadas e quimicamente modificadas por meio de reação de sulfonação utilizando ácido sulfúrico (H_2SO_4) diluído. Para este propósito, os resíduos de embalagens de poliestireno expandido (EPS) foram usados para preparar uma solução de poliestireno na concentração de 25% em DMF, aquecida a 100 °C durante 25 min. Os parâmetros usados na eletrofiação incluíram vazão de 1,0 ml/h, distância de trabalho de 12 cm, tensão de 18 kV. O diâmetro médio das fibras eletrofiadas de PS puro foi de 0,6 µm.

Ishii *et al.* (2022) desenvolveram mantas de microfibra de PS eletrofiadas multissensoriais, dopadas com corante sensíveis a gases. Poliestireno atático (aPS) foi dissolvido em DMF a uma concentração de 30% em massa, seguido pela adição de bromocresol, variando a porcentagem entre 0, 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 30, 40 ou 50%. Os parâmetros usados na eletrofiação foram: tensão de 5 kV, temperatura variando entre 28 e 30°C, umidade de 21 a 25% e uma distância de trabalho de 12 cm. As microfibras obtidas apresentaram diâmetros médios de 3,74 µm.

Pai *et al*. (2009) pesquisaram a morfologia de fibras porosas e enrugadas de PS eletrofiadas com o solvente DMF. Prepararam uma solução com 30% em massa de PS, dissolvido em DMF sob agitação por 24 horas a 50 °C. Os parâmetros adotados foram: vazão de 0,1 mL/min, distância de trabalho de 34 cm e voltagem de 30 kV. Algumas amostras de fibras foram submetidas a tratamento térmico a 110 °C por 2 horas. Como resultado, para umidades de 43% e 11%, os diâmetros alcançaram 3,93 µm e 0,90 µm, respectivamente. As fibras com tratamento térmico apresentaram diâmetros de 2,77 µm (43% de umidade) e 0,94 µm (11% de umidade). Percebe-se que os diâmetros aumentam em função da umidade. Os autores concluíram que estruturas porosas interior das fibras foram observadas em um sistema eletrofiadas de PS/DMF em ambiente úmido. As estruturas porosas se devem à umidade no ambiente, que atua como um não solvente. Devido à miscibilidade da água com DMF, ocorre a separação de fases induzida pelo líquido antecede a solidificação, em razão da lenta taxa de evaporação do DMF. Isso leva à separação de fases líquido-líquido antes da solidificação do jato.

Como mencionado anteriormente, as características das fibras eletrofiadas são influenciadas pelos aspectos morfológicos que incluem diâmetro e sua distribuição, orientação e rugosidade. Essas características apenas podem ser avaliadas pelas técnicas microscópicas como Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) ou Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) (MERCANTE *et al.*, 2021). A Figura 3 mostra microfibras produzidas a partir de copos descartáveis de PS com solvente DMF desenvolvida por Carvalho *et al.* (2023).

Figura 3: Micrografia de MEV de amostra de microfibra de PS, barra de escala 10 µm.



Fonte: Carvalho *et al.* (2023).

Percebe-se que a maioria dos estudos apresentados usa como solvente DMF para eletrofiação de PS, adotando o sistema horizontal com bomba, associado ao uso de PS puro. Essas pesquisas apontam que a umidade influência o diâmetro das fibras eletrofiadas. Porém, são raras as pesquisas que adotam eletrofiação vertical e produzem microfibras a partir de resíduos de copos de PS.

3.3 Tijolos de Geopolímeros

3.3.1 Tijolo de terra crua/adobe

De modo geral, o objetivo da pesquisa aqui proposta é investigar a incorporação de microfibras de resíduos de PS nas propriedades de tijolos crua. Como mencionado anteriormente, o tijolo a ser desenvolvido não pode ser calcinado devido à incorporação de partículas residuais de PS, o que levou à proposta de utilizar tijolos não queimados que não fossem produzidos com cimento. Deparou-se com várias denominações: tijolos ecológicos, tijolo de terra crua, tijolos não queimados, tijolo de geopolímero de baixa temperatura (LTGS), blocos comprimidos, adobes prensado manualmente, entre outros.

Ferreira (2012) afirma que tijolos ou produtos de terra crua são aqueles que contêm a terra como matéria-prima e não precisam da queima para adquirir as propriedades mecânicas necessárias para seu bom desempenho. Isso ocorre sem que a matéria-prima sofra alteração nas suas características mineralógicas, diferente do tijolo cerâmico tradicional. Ressalta-se, que a princípio, a matéria-prima para os produtos de terra pode provir de qualquer jazida, no entanto, os mais indicados são solos com teor de 50% a 70% de areia (TORGAL *el al.*, 2009).

O adobe manual é uma técnica milenar, produzido com solo e consiste em moldar ou esculpir manualmente os adobes concebidos em terra plástica, e posteriormente secos ao sol (Figura 4).

O adobe apresenta vantagens quando comparado com outros materiais (concreto, tijolo cerâmico), a saber: durabilidade de centenas de anos; isolamento térmico; geração mínima de poluição, e baixo consumo energético na produção, visto que não necessita de calcinação; processo totalmente reciclável; boa resistência ao fogo; matéria-prima abundante; baixo custo; facilidade de fabricação (FERREIRA, 2012; BOUTH, 2005).

Figura 4: Adobes moldados manualmente.



Fonte: KAREN (2009).

Em contraponto, apresenta as seguintes desvantagens: matéria-prima pouco homogênea devido a sua composição geológica variável e clima da região, o que torna imprescindível a realização de ensaios de laboratório, tais como limite de consistência, análise granulométrica e compactação de proctor; baixa resistência à água, precisando a adição de estabilizantes como cimento e betumes; apresenta grande retração, o que pode provocar deformações significativas durante a secagem, gerando fissuras e trincas, apresentando baixa resistência à compressão e à flexão; apresenta baixa resistência à erosão e à abrasão superficial; elevada variação dimensional; e falta de padronização devido aos diferentes tipos de solo (FERREIRA, 2012; BOUTH,2005; GRANDE, 2003; CORRÊA *et al.*, 2006; DONKOR, 2014).

Para combater as trincas, as fissuras e o baixo desempenho do adobe, é necessário estabilizá-lo. Segundo Barbosa e Ghavami (2007), vários meios têm sido aplicados para a estabilização da terra, que podem ser classificados em:

- ação mecânica capaz de densificar a terra, bloqueando os poros e canais capilares, como exemplo os tijolos de terra prensados com pressão de conformação variando entre 0,2 a 35 MPa (AHMARI *et al.*, 2012):
- uso de produtos químicos para eliminação da absorção e adsorção de água por parte dos grãos de solo;
- envolvimento dos grãos de terra por uma fina camada de material impermeabilizante;
- formação de ligações químicas entre os cristais de argila com uso de estabilizantes químicos que atuam como ligante (cal) ou de catalisador unido as lamelas de argila;

- criação de um esqueleto sólido inerte que se opõe ao movimento dos grãos, com uso do cimento capaz de unir os grãos e preencher os vazios;
- criação de uma armadura unidirecional capaz de reduzir os movimentos dos grãos de solo entre si, usando fibras que, embora não aumentem significativamente a resistência mecânica nem melhorem o comportamento à ação da água, conduzem a notável melhoria de ductilidade;
- uso de produtos alcalinos, como hidróxido de sódio e hidróxido de potássio, para ativar e estabilizar o solo.

Como visto, as opções de estabilização de adobe são variadas, porém há algumas restrições, como por exemplo, ao uso de cal, cimento ou asfalto devido ao impacto ambiental. A seguir são relacionados alguns estudos com estabilização do adobe com uso de reforço com fibras, areia, compactação mecânica, ligantes e produtos alcalinos.

Corrêa (2003) avaliou as propriedades físicas e mecânicas do adobe (tijolo de terra crua) com tamanho 23x11x5,5 cm. A estabilização foi realizada com areia média (0,25-0,5mm) nos solos argilosos, uso de "maromba", proporcionando adobes com menor contração. A resistência à compressão variou de 0,5 MPa a 18 MPa.

Ahmari *et al.* (2012) estudaram os efeitos de quatro fatores principais sobre as propriedades físicas e mecânicas de tijolos de geopolímero à base de rejeitos de mineração de cobre:1) concentração da solução de hidróxido de sódio (NaOH) (10 e 15 mol/L); 2) teor de água (8–18%); 3) pressão de formação (0–35 MPa); e 4) temperatura de cura (60-120° C). Concluíram que maior pressão aumenta o grau de compactação e maior resistência se nenhuma água for espremida durante o processo de moldagem. Quando a pressão de formação é muito alta, NaOH são perdidos e a resistência diminui.

Khater *et al.* (2016) demonstraram várias formas de produzir tipos de tijolos de geopolímero a baixo custo. Foram produzidos tijolos com várias proporções, usando areia (15% a 50%), pó de forno de cimento (25 a 75%), hidróxido e silicato de sódio, metacaulinita e escória de alto forno. Como resultado, foi observado que: a variação na proporção de areia e metacaulinita/escória para o tijolo de geopolímero resulta na formação de uma estrutura densa bem compactada, apesar do aumento da proporção de areia até 25%. O resultado da resistência à compressão excedeu 75 MPa.

Davidovits (2003) testou várias misturas de aglutinante geopolímero (5 a 10% em massa) e terra crua, aquecidas em temperaturas que variaram entre 85º C a 450 ºC, e obteve a resistência à compressão de 6 a 60 MPa. O geopolímero foi composto por

metacaulinita e ativador NaOH. Esse tipo de tijolo foi patenteado por Davidovits (2003) e denominado de reticulação geopolimérica de baixa temperatura (*réticulation géopolymérique a basse température)* ou *low temperature geopolymer setting* - LTGS)

‘ Limami *et al.* (2020) pesquisaram o desempenho de tijolos de terra crua com aditivos poliméricos, HDPE e PET, com a finalidade de atender aos padrões de técnicos marroquinos da construção civil. Três tamanhos diferentes de grãos (δ<1mm, 1<δ<3mm, 3mm<δ<6mm) de polímeros e com diferentes percentagens (0%, 1%, 3%, 7%, 15% e 20%) em massa foram investigados. Como resultado, obtiveram baixa porosidade (4%) com 1% de aditivo de grão polimérico ($\delta \leq$1mm) de HDPE, o que resultou na melhoria do desempenho da amostra de tijolo. Quanto à densidade aparente, os tijolos de terra crua foram classificados como tijolos leves. Além disso, o coeficiente de absorção de água e a resistência à compressão também aumentaram cerca de 17% e 28%, respectivamente. As amostras com 1% de HDPE e tamanho de $\delta \leq$1mm obtiveram resistência à compressão de 5,04 MPa.

A literatura apresenta vários trabalhos sobre adobe incorporado com fibras naturais ou sintéticas, contendo aglutinantes ou não. Como por exemplo, a pesquisa de Riedel *et al.* (2020) que estudaram sobre as propriedades mecânicas do bloco de adobe com algumas fibras, entre as quais se destacam: fibra vegetal (juta) e industrial (microfibra de polipropileno). Os resultados obtidos foram: para 0,25% de microfibra de polipropileno com 12 mm de comprimento, a resistência à compressão foi de 1,85 MPa e a resistência de flexão de 1,20 MPa; para 2% de fibra de juta com 30 mm de comprimento, a resistência à compressão foi de 2 MPa e resistência de flexão foi de 1,75 MPa.

Donkor *et al.* (2015) produziram bloco com solo compactado e fibras de polipropileno de comprimento 54 cm. Foram produzidos blocos usando diferentes teores de fibras (0,2, 0,4, 0,8 e 1,0%) misturadas com solo e cimento, compactado com pressão de 1,6 MPa. Como resultado obtiveram resistência à compressão com 0% de fibra, 4,19 MPa e com 0,4 % de fibra alcançaram resistência de 5, 15 MPa. Para a resistência à flexão alcançaram 0,68 MPa e 0,83 MPa para os teores 0% e 0,4% respectivamente. Para teores maiores que 0,4%, as resistências diminuíram.

Gandia *et al.* (2019) desenvolveram o trabalho sobre condutividade térmica do adobe tradicional e do adobe com diferentes teores de resíduos de polímero reforçado com fibra de vidro (FRP). Foram introduzidos 0%, 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10,0% do FRP em relação à massa seca do solo. A inserção de 10% de resíduos FRP apresentou os

melhores resultados quando comparado ao adobe sem aditivos. Foram obtidos: redução de encolhimento de 239%, uma vez que 0% e 10% de FRP resultaram em 2,71 cm e 0,8 cm de encolhimento linear; redução da densidade aparente em 6%; redução da condutividade térmica em 21%; e aumento da resistência à compressão em 45%, resultando no maior resultado de 2,05 MPa.

Thoudam *et al.* (2023) estudaram tijolos ativados por álcalis sintetizados com cinza de casca de arroz, escória de alto-forno granulada moída, areia e silicato de sódio (30%). Incorporaram aos tijolos máscaras cirúrgicas processadas (PSM) nas proporções de 0%, 1%, 2%, 3% e 4% em volume da mistura. A resistência à compressão máxima atingiu 6,85 MPa na inclusão de 4% de PSM, o que significa um aumento de 22,10%, e a densidade foi de 1,54 g/cm^3.Os resultados da microestrutura revelaram o efeito de ponte das partículas de máscara fibrosa, o que significa a transferência de carga na matriz polimérica, reduzindo a falha de tração frágil nos tijolos.

Akinwumi *et al.* (2019) incorporaram resíduos triturados de PET em tijolos de terra comprimida (CEB). As proporções de PET testadas foram 0,1 e 7,0%. As partículas de resíduos obtidas por meio de triturador industrial apresentaram-se em dois intervalos granulométricos: menores que 6,3 mm e maiores que 9,6 mm. O solo foi classificado como areia argilosa. A maior resistência à compressão obtida (1,50 MPa) correspondeu ao CEB contendo 1% de PET em tamanhos menores 6,3 mm, representando um aumento de 244% em relação à amostra de referência. Os autores ressaltam que as superfícies externas das paredes produzidas com o CEB precisam estar protegidas da erosão.

Datsyuk *et al.* (2019) realizaram um dos raros trabalhos sobre tijolos de geopolímero reforçados com fibras eletrofiadas, produzindo tijolos extrusados incorporados com nanofibras. Estas foram eletrofiadas com resíduos EPS (15% em massa) e solvente DMF e DMF com diclorometano (DCM). As folhas de nanofibras incorporadas no tijolo de geopolímero tinham dimensões de 1600 x 2000 mm e espessuras de 1mm, 2 mm e 3 mm. Os diâmetros das fibras variaram entre 250 e 500 nm. A investigação obteve condutividade térmica de 0,28 W/mK para a amostra com folha de nanofibras com espessura 1mm.

Os estudos citados acima demonstraram que o uso de polímeros em forma de fibras (12 mm e 54 cm) e grãos ($\delta<1$ mm, $1<\delta<3$ mm, 3 mm$<\delta<6$ mm) nos tijolos adobe estabilizado, promove resultados satisfatórios em relação às propriedades mecânicas.

Também apontaram influência favorável do uso de ligante geopolímero do tijolo como estabilizante do adobe.

Nesse sentido, o presente estudo propõe a produção de tijolo com solo estabilizado por compactação mecânica, contendo microfibras eletrofiadas de resíduos de copos de PS e geopolímero baseado em metacaulinita.

3.3.2 Geopolímeros

Os geopolímeros foram patenteados por Davidovits (1991) e são ligantes inorgânicos produzidos por ativação alcalina e matérias-primas reativas com alto teor de Si, Al e O, que estão presentes na forma de aluminossilicato (WU *et al.*, 2019; KALAI, 2006). A produção de geopolímero demanda baixo consumo de energia, e a emissão de CO_2 durante a fabricação do geopolímero é menor quando comparado à produção de cimento Portland (ZHANG *et al.*, 2018; WU *et al.*, 2019). Além disso, o uso de geopolímero possibilita o aproveitamento de resíduos sólidos (NAJAR *et al*.,2021), os quais constituem grande preocupação atualmente.

O geopolímero é aplicado em diversas áreas como geologia, mineralogia, ciência coloidal, físico-química e na engenharia (WU *et al.*, 2019). Especificamente na construção civil, o geopolímero pode ser utilizado em concreto (ZHANG *et al.*, 2018), argamassas, revestimentos (MOSER *et al.*, 2013), pavimentação, tijolos (DAVIDOVITS,1991), pastas para impressão 3D (ZHANG *et al.*, 2018), material de restauração (DUAN *et al.*, 2016), isolamento térmico (ZHANG *et al.*, 2015) entre outros.

Essa grande gama de aplicações está relacionada às propriedades dos geopolímeros, como resistência a altas temperaturas (DAVIDOVITS,1991), alta resistência a ácidos e soluções salinas (DUXSON *et al.*, 2007), durabilidade (DAVIDOVITS,1991), baixa retração e condutividade térmica (DUXSON *et al.*, 2007), alta resistência à compressão (DAVIDOVITS,1991).

Existe uma variedade de precursores para a produção de geopolímeros, dentre os quais estão os resíduos industriais e os minerais naturais ou suas misturas (WU *et al.*, 2019). Diferentes tipos de precursores podem ser obtidos a partir de subprodutos industriais e materiais naturais, tais como: cinza volante, subproduto da geração de energia térmica, escória de alto-forno, subproduto da siderurgia, lama vermelha, cinza da

casca de arroz, além da metacaulinita (NAWAZ *et al.*, 2020; TCHADJIÉ *et al.*, 2018), que é obtida a partir do caulim.

O mecanismo de reação do geopolímero, segundo Duxson *et al.* (2007), ocorre em duas fases consecutivas: na primeira fase ocorre a nucleação ou dissolução do material fonte de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3) e formação de espécies poliméricas; na segunda fase sucede o crescimento dos núcleos que se organizam e iniciam a formação de cristais. Esses processos de reorganização estrutural determinam a microestrutura e a distribuição dos poros do material a ser produzido, os quais são impactantes na definição das propriedades físicas e mecânicas dos geopolímeros (DUXTON, 2007).

Para Kamseu *et al.* (2021), a síntese do geopolímero depende da capacidade do aluminossilicato sólido de ser dissolvido (parcial ou completamente) e polimerizar/condensar em géis à base de sialato (-Si-O-Al-). Ressalta-se que sialato ou polisialato são termos criados por Davidovits (1991) para se referir a geopolímeros e descrever o encadeamento de tetraedros de SiO_4 e AlO_4.

Durante a geopolimerização é liberada água, a qual influencia na trabalhabilidade do geopolímero (SINGH *et al.*, 2015). Ressalta-se que a trabalhabilidade está relacionada à menor ou maior facilidade do geopolímero de ser misturado e moldado.

No entanto, após a moldagem é necessário permeabilizar o geopolímero para evitar a perda rápida de água. Segundo Kamseu *et al.* (2021), no contato do sólido poroso (precursor) com a solução alcalina, os pós absorvem a solução para promover a hidrólise e dissolução. Nessa etapa, a quantidade de água e a umidade devem estar no máximo, a fim de evitar a perda excessiva de água de moldagem e não ocorrer o autoressecamento. Em situações de temperatura elevada pode ocorrer evaporação de água na superfície da pasta, o que leva à retração e surgimento de deformações de tração em idades precoces e fissuras (KAMSEU *et al.*, 2021; KHALIFA *et al.*, 2020). Em geral, após a moldagem, a prática comum nos estudos é cobrir com o plástico o corpo de prova por um período. Vale ressaltar que, no caso de adição elevada de água, pode ocorrer o risco de formação de poros e fissuras em virtude do excesso de água não ligada ao O-Si-O e O-Al-O (KHALIFA *et al.*, 2020).

Outro fator que afeta as propriedades do geopolímero é o processo de cura. Esse processo, segundo Kamseu *et al.* (2021), ocorre quando o geopolímero é mantido em umidade e temperatura adequada por um período após a moldagem, de modo a atingir as propriedades desejadas. A cura do geopolímero pode ocorrer em temperatura ambiente

ou em temperatura um pouco elevada. Nesta última, geralmente, a cura acontece em fornos elétricos (KHALIFA *et al.,* 2020). Existem possibilidades, como a cura sob pressão e temperatura em autoclave, bem como a cura submersa em água, especialmente para concretos geopoliméricos (LIEW *et al.,* 2017).

A temperatura de cura influencia a taxa de reação, acelerando a geopolimerização e desempenha papel fundamental no seu endurecimento. Além disso, afeta as propriedades mecânicas, assim como o volume e a distribuição de tamanhos de poros. (KHALIFA *et al.,* 2020).

A cura do geopolímero pode ocorrer em baixas temperaturas, na faixas de 40° C e 85° C (SINGH *et al.,* 2015). Ribeiro *et al.* (2017), em uma revisão sobre compósitos geopoliméricos à base de metacaulinita reforçados com partículas e fibras, identificaram variações de temperatura de cura de geopolímero entre 20° C a 80° C, bem como tempos de cura variando de 2 h a 168 h para pastas e argamassas de geopolímero.

Ravnanik (2010) pesquisou o efeito da temperatura em um geopolímero à base de metacaulinita. Constatou que a cura em temperatura ambiente e elevada geraram o endurecimento da argamassa em 4 h. Além disso, verificou que as temperaturas de cura mais altas aumentam as resistências à compressão e à flexão já para as primeiras idades, sendo que a resistência à compressão chegou a 50 MPa no 3º dia após a moldagem, sob temperatura de 60 º C.

Outro fator importante que afeta as propriedades das pastas de geopolímero é a razão molar, principalmente SiO_2/Al_2O_3. Seiffarth *et al.* (2013) afirmam que à medida que a quantidade de Si aumenta e as proporções das ligações de Al diminuem, resultando no fortalecimento da estrutura do geopolímero. Para o sistema como um todo (precursor e ativadores alcalinos), a razão molar Si:Al impacta na formação de fases e nas propriedades mecânicas (SEIFFARTH *et al.,* 2013). Segundo Duxon *et al.* (2007), nos geopolímeros ativados por Na^+, o módulo de Young diminui para uma baixa relação Si/Al e aumenta para uma alta relação Si/Al. As matrizes geopoliméricas podem ter suas propriedades mecânicas e estabilidades melhoradas quando a razão molar Si/Al for superior a 2,0 (DUXSON *et al.*, 2007; KAMSEU *et al.,* 2021). No entanto, as metacaulinitas geralmente resultam em uma razão molar Si/Al aproximadamente igual a 1. Essa razão molar Si/Al pode ser aumentada, adicionando-se algum silicato alcalino, como silicato de sódio ou silicato de potássio, à solução ativadora (SEIFFARTH *et al.*, 2013).

Em geral, os cátions de metais alcalinos mais usados nas soluções ativadoras são Na^+ e K^+ para produção de materiais alcalinos ativados. KHALIFA *et al.* (2020) estabeleceram uma faixa ideal de 8 a 12 mol/L para a concentração de cátions de metal alcalino na solução de ativação.

3.3.3 Caulim

O caulim é um tipo de argila, sendo também denominada como argilomineral, o qual é constituído principalmente de materiais de grão fino, com diâmetro inferior a 2 ou 4 μm. É um material que confere plasticidade, ou seja, torna fácil para ser moldado, não se rompendo em determinada quantidade de água, e sendo rígido quando secos ou aquecidos. (BERGAYA e LAGALY, 2013; SINGH *et al.,* 2022). Os argilominerais são constituídos por aluminossilicatos hidratados, podendo conter algumas impurezas.

Os argilominerais contêm em sua superfície íons trocáveis, tais como: Ca^{2+}, Mg^{2+}, H^+, K^+, NH_4^+, Na^+, SO_4^{2-}, Cl^-, PO_4^{3-}e NO_3^-. Pode ocorrer a troca desses íons sem afetar a estrutura dos argilominerais (RAFATULLAH *et al*., 2010).

Os argilominerais pertencem aos grupos das filossilicatos ou dissilicatos e são construídas por lamelas ou folhas ou camadas empilhadas (SINGH *et al.,* 2022). Em geral, apresentam orientação aproximadamente paralela aos planos (001), característica responsável por sua estrutura laminada (LIMA, 2015)

A estrutura cristalina dos argilominerais é constituída por unidade tetraédrica e octaédrica. Os tetraédricos são constituídos por um átomo de silício, coordenado por quatro átomos de oxigênio. Esses são compartilhados com outros três tetraedros formando um arranjo hexagonal em duas dimensões (Figura 5). O Si^{4+} do tetraedro pode ser substituído por Al^{3+} (PINTO, 2006; MURRAY, 2006).

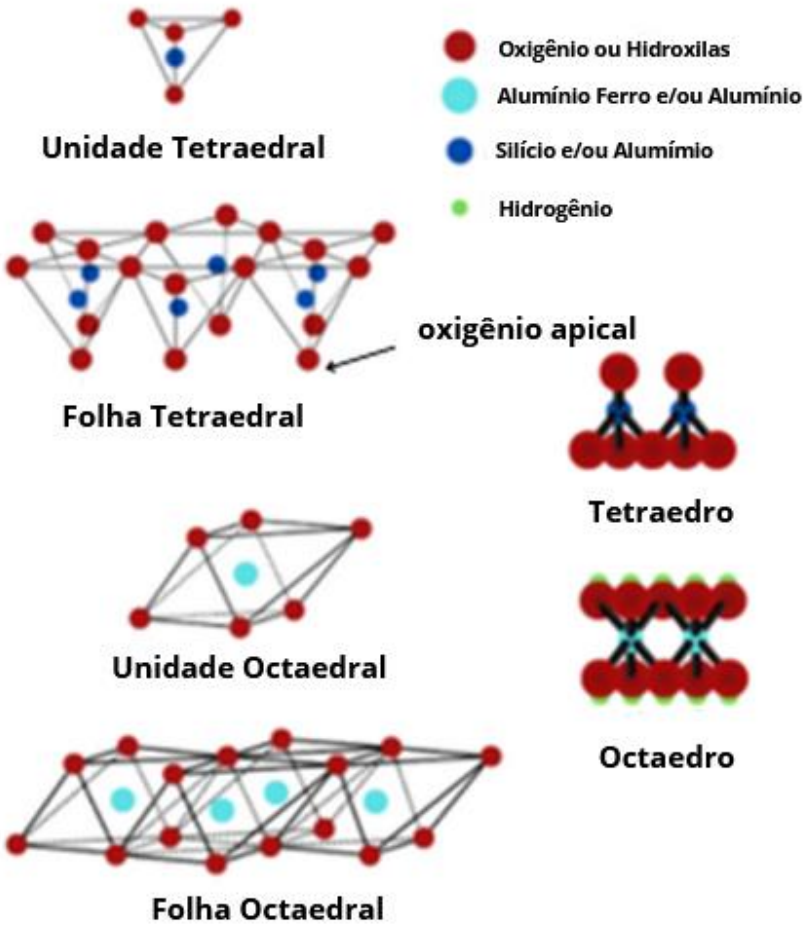
A unidade octaédrica é composta pelo cátion Al^{3+}, coordenado por seis átomos de oxigênio e hidroxila (Figura 5). Os quatro átomos de oxigênio apicais tetraédricos formam a folha octaédrica. Nesta unidade pode ocorrer a substituição do Al^{3+} por Fe^{3+} ou Fe^{2+}ou Mg^{2+} (PINTO, 2006; MURRAY, 2006; KHALIFA *et al.,* 2020).

As unidades tetraédricas e octaédricas podem formar os seguintes arranjos estruturais:

- 1:1 é composto por uma folha octaédrica e uma folha tetraédrica;
- 2:1 é constituído por uma folha octaédrica entre duas folhas tetraédricas

O argilomineral caulim é amplamente encontrado na crosta terrestre (NERGIS *et al.*, 2018). A caulinita é a fonte da metacaulinita e o principal componente do caulim (40-70%), os outros minerais são quartzo, micas tipo moscovita e rutilo (WHITE *et al.*, 2010).

Figura 5: Unidades básicas octaédrica e tetraédrica das argilas.

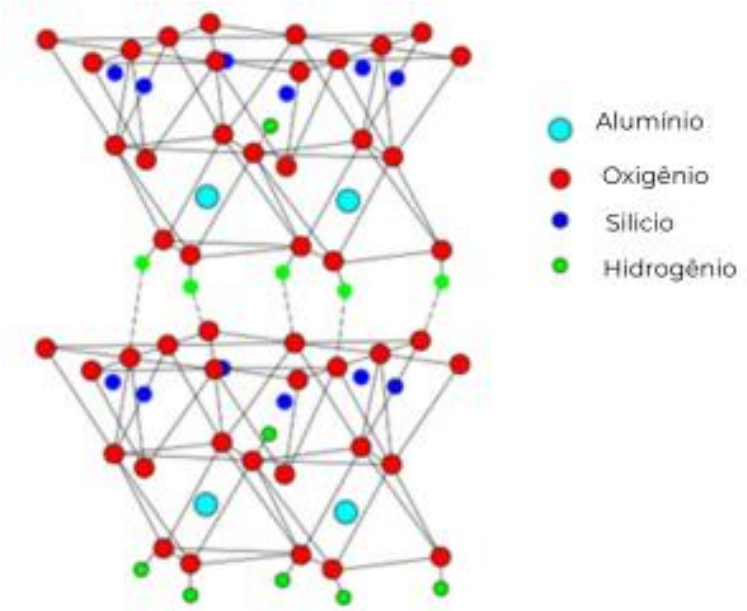


Fonte: adaptado de MURRAY (1991).

A fórmula da célula unitária da caulinita é $Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$, sendo eletricamente neutra (RASHAD *et al.*, 2013). A caulinita é do tipo filossilicato 1:1. Ou seja, uma folha composta por octaedros de Al^{3+} ligados a grupos OH^- e outra folha composta por tetraedros de Si^{4+} ligados a íons O^{2-}. Essas folhas de octaedros e tetraedros estão ligadas entre si por ligações covalentes formando camadas (FUKAMACHI *et al.*, 2007), conforme mostrado na Figura 6. Segundo Couceiro *et al.* (1999), a caulinita tem um lado da folha ou lamela de alumínio recoberto com grupamentos OH^- e o outro lado por íons de O^{2-} (Figura 6), por causa disso apresenta um caráter hidrofílico.

A estrutura da caulinita orienta preferencialmente o crescimento de microcristais na forma de placas com perfil hexagonal resultantes dos arranjos de oxigênio nas folhas de silicato e hidróxido (KHALIFA *et al.,* 2020). A caulinita apresenta dois tipos de empilhamento das folhas. No primeiro, as folhas se empilham simetricamente umas sobre as outras na direção do eixo cristalográfico *c*, e neste caso, a caulinita é considerada bem cristalizada (SILVA *et al.,* 2013). No segundo tipo de empilhamento, a caulinita é considerada mal cristalizada, devido ao empilhamento ao acaso. O tipo de empilhamento impacta na reatividade da metacaulinita.

Figura 6: Célula unitária de caulinita.



Fonte: Adaptado de Silva *et al.* (2013).

3.3.4 Metacaulinita

A metacaulinita é obtida a partir da transformação da estrutura cristalina do caulim em amorfa entre 650 e 800 ^{o} C (KAMSEU *et al.,* 2021; ALBIDAH *et al.,* 2021), mas depende das propriedades da argila de origem. Este processo tende a aumentar o tamanho da partícula e diminuir a área superficial específica (RASHAD *et al.,* 2013). A transformação de caulim em metacaulinita é descrito pela seguinte reação (SILVA *et al.,* 2013):

$$Al_2[Si_2O_5](OH)_4 \longrightarrow Al_2O_3.2SiO_2+2H_2O \qquad (1)$$

A calcinação a temperaturas mais altas produz novas fases cristalinas de espinélio e mulita (SPERINCK *et al.,* 2011).

A reatividade da metacaulinita é inversamente proporcional à cristalinidade do caulim. Dessa forma, o caulim com alto grau de ordem estrutural é transformado em metacaulinita menos reativo, enquanto o caulim de menor cristalinidade pode ser altamente reativa (KAKALI *et al.,* 2001; RASHAD *et al.,* 2013). Com relação à pureza, quanto maior a fração de caulinita, maior será a fase metacaulinita amorfa e maior a possibilidade de dissolução em meio alcalino, podendo produzir excelentes ligantes (KAMSEU *et al.,* 2021).

A atividade química da metacaulinita aumenta com o conteúdo amorfo (SHVARZMAN *et al.,* 2003) e quanto maior a fração amorfa, mais reativa é metacaulinita. O processo de desidroxilação, que significa perda de grupos hidroxila, pode ocasionar a redução do número de coordenação do átomo de Al de 6 para 5 e 4 (RASHAD *et al.,* 2013; SHVARZMAN *et al.,* 2003; SPERINCK *et al.,* 2011) na camada octaédrica da caulinita. Esse fenômeno pode ocorrer devido à retirada de moléculas de água das camadas octaédricas, tornando os sítios mais tensos (KHALIFA *et al.,* 2020). Para aliviar essa tensão, os átomos de Al se rearranjam, mudando de posição, o que pode levar à flambagem (encurvamento) das camadas de alumínio e sílica (KHALIFA *et al.,* 2020), perdendo a ordem de longo alcance (WHITE *et al.,* 2010). Resultados de simulação indicam que no processo de desidroxilação, a reflexão do plano (001) desaparece na direção “c”, destruindo a camada octaédrica, produzindo assim a estrutura amorfa (MASSIOT *et al.,*1995).

A temperatura de desidroxilação e tempo de retenção na calcinação variam conforme o tipo de argila (KHALIFA *et al.,* 2020). Esses dois fatores aliados a taxa de aquecimento, taxa de resfriamento e atmosfera impactam no resultado do processo de desidroxilação (SEIFFARTH *et al.,*2013; TCHADJIÉ *et al.,*2018)

O tamanho das partículas, a cristalinidade e a pureza da caulinita impactam na produção do geopolímero (PROVIS *et al.,* 2009), uma vez que partículas finas afetam nas propriedades finais do produto geopolímero. Assi *et al.* (2018) estudaram o efeito da distribuição do tamanho de partícula em concreto de geopolímero de cinza volante e

concluíram que partículas finas aumentaram a resistência à compressão e reduziram vazios e microfissuras.

3.4 Solo

O solo é a matéria-prima que compõe a maior parte do tijolo, tornando-se, portanto, bastante relevante para o presente estudo.

Segundo a NBR 6502:2022, solo é um sistema trifásico (sólido, líquido e gasoso) formado como resultado do clima, material de origem, relevo e organismos ao longo do tempo. Ainda segundo esta norma, a denominação do solo varia conforme as dimensões de seus constituintes, como apresentado na Tabela 2. Ressalta-se que tais dimensões são determinantes nos comportamentos mecânicos do solo.

Tabela 2:Classificação do solo conforme as dimensões.

Nomenclatura	Dimensões (mm)
Bloco de rocha	Fragmentos de rocha com diâmetro superior a 1000
Matação	Fragmentos de rocha com dimensão entre 200 a 1000
Pedregulho/Seixo	partículas de rochas com diâmetro entre 2,00 a 60
Areia grossa	partículas com diâmetro entre 0,60 a 2,0
Areia média	partículas com diâmetro entre 0,20 a 0,60
Areia fina	partículas com diâmetro entre 0,06 a 0,20
Silte	partículas com dimensões entre 0,002 a 0,06
Argila	partículas com dimensões menores que 0,002

Fonte: Norma NBR 6502:2022.

Segundo a NBR 6502:2022, adotam-se as seguintes definições: as areias são partículas não coesivas e não plásticas; as argilas são partículas que apresentam coesão e plasticidade; e os siltes são partículas que apresentam baixa ou nenhuma plasticidade.

Segundo Pinto (2006), os grãos de silte e argila são considerados a fração de finos do solo, enquanto a areia e o pedregulho são chamados de fração grossa do solo.

Para a produção de adobe é importante caracterizar as dimensões das partículas, uma vez que os solos usados para adobes, de preferência, são tipos arenosos e argilosos. Segundo Ferreira (2012), o solo mais arenoso é mais adequado na proporção aproximada

de 30% de argila e 70% de areia. Se o solo for muito argiloso, pode acarretar fissuras por retração na secagem. Por outro lado, se for pouco argiloso, não apresenta características aglutinantes necessárias para manter a forma desejada.

Para identificar os tamanhos dos grãos de um solo, realiza-se análise granulométrica. Tais análises são normatizadas pela NBR 7181:2016, e são realizadas de duas formas: peneiramento e sedimentação. A análise granulométrica do solo permite compreender a distribuição das partículas e definir ajustes necessários para atingir a máxima densidade de empacotamento. Essa ocorre quando os vazios maiores são preenchidos com partículas menores, que por sua vez tem seus vazios ocupados por partículas ainda menores sucessivamente, resultando em empacotamento denso (GONÇALVES, 2022)

Além da análise granulométrica, é necessária a avaliação do comportamento do solo diante da presença de água. Segundo Pinto (2006), a fração fina dos solos argilosos apresenta comportamento diferenciado, devido à sua superfície específica elevada.

O solo argiloso, quando muito úmido, comporta-se como líquido; à proporção que perde a sua água, torna-se plástico; quando mais seco, torna-se quebradiço (PINTO,2006).

As mudanças de estado do solo são determinadas pelos ensaios de Limite de Liquidez (LL) e Limite de Plasticidade (LP). A diferença entre esses os dois valores indica que a faixa em que o solo é plástico.

4. MATERIAIS E MÉTODO

Nesta seção são apresentados os materiais, a obtenção e os princípios das técnicas de caracterização das amostras.

4.1 Materiais

As amostras de tijolos desenvolvidas são constituídas por solo, geopolímero e microfibras de resíduos de PS (MPS). A partir daqui, será adotada a sigla MPS para se referir às microfibras de poliestireno. Para obtenção do geopolímero, foram utilizados: metacaulinita, solo, silicato de sódio, hidróxido de sódio e poliestireno, os quais são apresentados a seguir.

4.1.1 Metacaulinita

A metacaulinita, precursor do geopolímero, é obtida a partir do caulim bruto, que foi coletado no afloramento localizado no km 45, BR 174, próximo à ponte Igarapé Cabeça Branca, localização 2.586253, 60.03628 (2° 35’10.5"S 60°01'58.4"W), Manaus, Amazonas (Figura 7). Em seguida, foi seco em temperatura ambiente por uma semana sobre uma lona.

Figura 7: Afloramento de caulim localizado no km 45 da BR-174, próximo à ponte sobre o Igarapé Cabeça Branca, no município de Manaus-AM.



Fonte: Elaborado pela autora.

4.1.2 Solo

O solo foi coletado na olaria Cerâmica Montmar (Figura 8), no munícipio de Iranduba, estrada Manoel Urbano, km 39, nas proximidades de Manaus. Após a coleta, realizou-se a secagem em temperatura ambiente por uma semana. Em seguida, colocou-se na estufa a 100° C por 24 h, destorroou-se e o produto resultante foi armazenado em sacos plásticos.

4.1.3 Ativadores alcalinos

Os ativadores alcalinos usados foram hidróxido de sódio (NaOH) e silicato de sódio (Na_2SiO_3). O hidróxido de sódio adquirido estava na forma de pérola, fabricante

Dinâmica, com 98% de pureza. O silicato de sódio (Na_2SiO_3) comercial foi composto por 14% de NaO, 31,5 % de SiO_2 e 54,5 de H_2O, fabricante QuimisulSC.

Figura 8: Olaria Cerâmica Montmar, localizada no km 39 da estrada Manoel Urbano (AM-070), no município de Iranduba-AM, nas proximidades de Manaus.



Fonte: Elaborado pela autora.

4.1.4 Poliestireno

A matéria-prima para a produção de MPS foi obtida a partir de copos descartáveis de poliestireno pós-consumo. Esses copos, do fabricante Cristalcopo, foram coletados em diferentes locais, como nas fábricas do Polo Industrial de Manaus (PIM), sala dos professores e nos laboratórios da UNESP em Bauru e Presidente Prudente. Os copos foram higienizados com detergente e seco a temperatura ambiente.

4.1.5 Solventes

Para produção das MPS foi usado o solvente o N.N-Dimetilformamida P.A (DMF), Synth.

4.2 Método

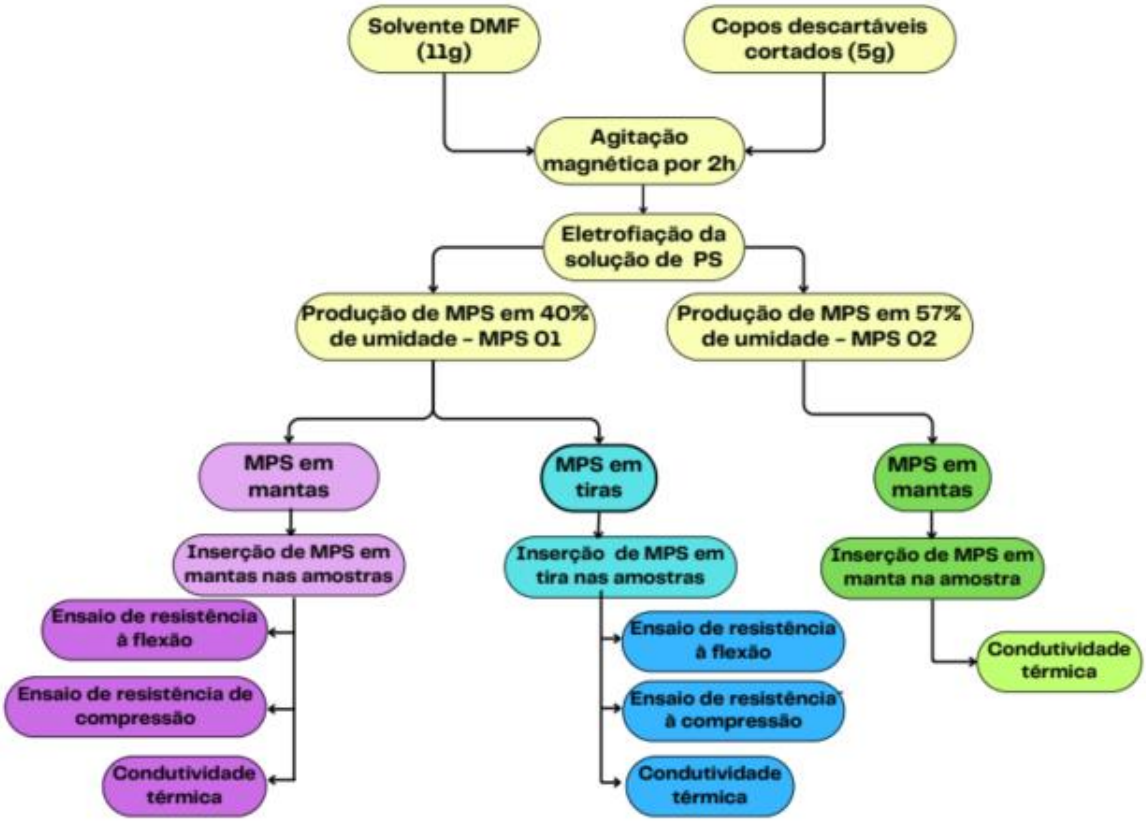
A produção das amostras dos tijolos com MPS transcorreu de acordo com as seguintes etapas: preparo das MPS; beneficiamento do caulim e produção de metacaulinita; caracterização das matérias-primas; determinação da dosagem do

geopolímero; preparo do geopolímero; produção das amostras para ensaios de resistência flexão e compressão.

4.2.1Produção de Microfibras Eletrofiadas de PS

A solução de PS para eletrofiação foi obtida a partir de copos de PS descartável pós-consumo. Os copos foram higienizados, secos e cortados em pedaços menores. Preparou-se a solução PS e DMF na concentração de 30%. Misturou-se 5g fragmentos de copos de PS e 11,0 g de solvente DMF e foi colocada em agitação magnética por 2 h para obter mistura homogênea. Ressalta-se que a determinação da concentração, dos parâmetros e a eletrofiação iniciais foram realizadas pelo grupo de pesquisa do Prof. Dr. Deuber Agostini. Os estudos preliminares para determinação dos parâmetros estão detalhados no apêndice A. A Figura 9 mostra o fluxograma da produção e aplicação das microfibras eletrofiadas de PS nas amostras, para melhor entendimento do processo.

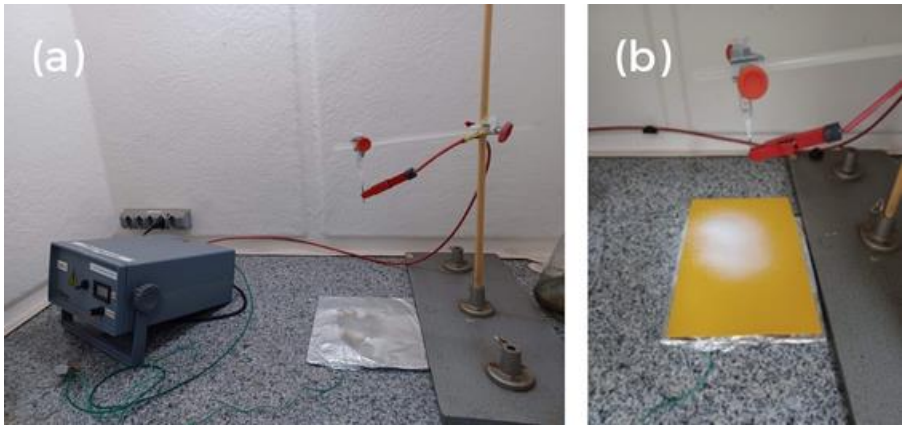
Figura 9: Fluxograma da produção das microfibras de PS.



Fonte: Elaborada pela autora.

As MPS foram produzidas pela técnica eletrofiação vertical, em equipamento montado no laboratório de Eletrofiação e Tecnologia de Nanofibras LabElTec, na UNESP, Presidente Prudente. Utilizou-se a fonte de alta voltagem SpellmanBertan Série 22, tensão de 15 kV, seringa (3 ml) plástica com solução com 30% de polímero, agulha metálica calibre 23, distância de trabalho de 17,5 cm, coletor de alumínio aterrado, como mostram as Figuras 10(a) e 10 (b). É importante destacar que, foi considerado na escolha dos parâmetros de eletrofiação, a necessidade de eletrofiar grande quantidade de MPS em tempo curto e que após vários testes com parâmetros diferentes, obteve-se uma produção de 0,2 g de MPS em 10 min com os parâmetros acima descritos.

Figura 10: Sistema de eletrofiação vertical.



Fonte: Elaborado pela autora.

Destaca-se que o controle dos parâmetros ambientais, ou seja, umidade e temperatura, foi fundamental, pois influenciou na produção e na morfologia da MPS. A temperatura ambiente foi de 23 ± 2 °C e a umidade de 40 ±3%, foram padronizadas para produção da MPS.

Para avaliar o impacto da forma geométrica da MPS nas propriedades mecânica tijolos de geopolímero, foram cortadas MPS em três diferentes formas: em tiras com dimensões 2x15 mm; em manta com seção retangular de 30x80 mm; e manta seção circular com diâmetro de 20 mm. Destaca-se que uma unidade de tira ou manta é composta por várias fibras. Importante ressaltar que todas as mantas e tiras usadas nas amostras dos ensaios de resistência à compressão e de resistência à flexão foram eletrofiadas na umidade de 40 ±3%.

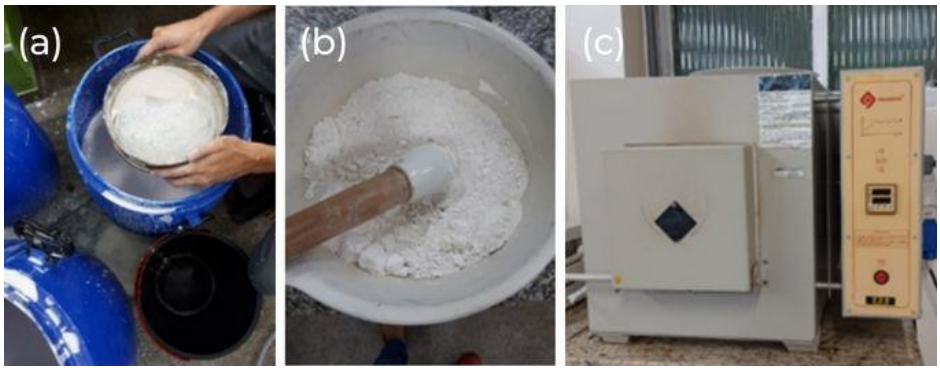
Somente para avaliação da condutividade térmica dos tijolos de geopolímero, as MPS foram eletrofiadas em dois valores de umidade distintos, com codificação específica: a primeira, já citada, foi de 40 ±3% e temperatura 23 ± 2 °C, MPS-01; segunda umidade foi 57±3% com temperatura de 23±2 ºC, denominada MPS-02. Ressalta-se que a umidade maior que 62% provocou entupimento da agulha e baixa produção de MPS.

4.2.2 Caulim e metacaulinita

O geopolímero é fundamental para o tipo de tijolo estudado aqui porque atua como aglutinante das partículas e MPS. Neste contexto, um estudo prévio foi conduzido sobre o tratamento térmico do caulim e a sua influência na resistência de compressão do geopolímero. O estudo também visou de determinar a temperatura de calcinação para a produção da metacaulinita, que atua como precursor do geopolímero.

O caulim passou por tratamento prévio, denominado de beneficiamento do caulim (amostra será denominada aqui de CAUBEN). Dessa forma, o caulim *in natura* (CAU IN) foi processado por peneiramento úmido em peneiras nº 200 mesh e nº 325 mesh (Figura 11a) com intuito de retirar a areia (quartzo). Após, foi seco por 24 h a 100 °C em estufa (Figura 11c) e posteriormente destorroado (Figura 11b).

Figura 11:a) Peneiramento úmido do caulim *in natura*; b) Destorroamento do caulim beneficiado; c) Forno usado no tratamento térmico do caulim.



Fonte: Elaborada pela autora.

A metacaulinita foi obtida a partir do tratamento térmico do caulim beneficiado em forno elétrico Quimis, com rampa de 6 °C/min até atingir a temperatura desejada.

Com intuito de obter a metaucalinita mais reativa e com maior fração amorfa, foi realizado tratamento térmico do caulim nas seguintes temperaturas: 600 °C, 650 °C, 700

°C, 750 °C e 800 °C durante 1 h. Em seguida, as amostras foram resfriadas por 1 h na estufa e depois em temperatura ambiente. Posteriormente colocadas em dessecador com sílica gel. A Tabela 3 mostra a codificação das amostras.

Tabela 3:Código de amostra.

Mineral	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Amostra
Caulim *in natura* sem tratamento térmico e sem peneiramento	Ambiente	-	CAU IN
Caulim sem tratamento térmico, mas beneficiado por peneiramento	Ambiente	-	CAU BEN
Metacaulinita	600	1	META600
Metacaulinita	650	1	META650
Metacaulinita	700	1	META700
Metacaulinita	750	1	META750
Metacaulinita	800	1	META800

Fonte: Elaborada pela autora.

Foram caracterizados o caulim e as amostras de metacaulinita quanto à composição de fases, componentes químicos via espectroscopia por transformada de Fourier no infravermelho (FTIR) (de acordo com uma análise qualitativa de ligações químicas de componentes distintos que compõem o caulim), e uma análise semi-quantitativa usando espectrometria de dispersão de energia por fluorescência de Raios-X (FRX), quantificação de fases e fração amorfa via difratometria de Raios-X (DRX) com análise de refinamento estrutural (Método de Rietveld), granulometria a laser, análise térmica, área de superfície específica e a morfologia.

Um estudo preliminar foi realizado sobre o desempenho do geopolímero a base de metacaulinita. Dessa forma, foram produzidas amostras de geopolímero com metacaulinita calcinada em 600 °C, 650 °C, 700 °C, 750 °C 800 °C. A solução alcalina foi adicionada à metacaulinita e misturada mecanicamente por 5 min e colocada em moldes plásticos cilíndricos com 21,5 mm de diâmetro e comprimento de 42 mm. Para remover os vazios, utilizou-se mesa vibratória por 15 min. Em seguida, as amostras foram seladas com filme plástico e curadas em temperatura ambiente por 7 dias. Para todas as amostras, a proporção de água, hidróxido de sódio, silicato de sódio e amostras de metacaulinita foi de 1:3,35:4,18:6,70 (peso:peso:peso:peso), nas formulações de pasta

geopolimérica. Portanto, as mesmas quantidades de componentes da pasta geopolimérica foram utilizadas, o que significa: 2,72 g de água, 11,38 g de silicato de sódio, 9,11 g de hidróxido de sódio 12 mol/L e 18,22 g de metacaulinita.

Ressalta-se que temperatura de 800 °C para calcinar o caulim seria a melhor opção na produção dos tijolos de geopolímero, visto que foi alcançado o maior valor para a resistência à compressão (33,30 MPa), conforme mostra Figura 40 (seção de Resultados). No entanto, tendo em vista a economia de consumo de energia, optou-se por metacaulinita produzida a 700°C. Toda a discussão sobre o desempenho da metacaulinita como precursor do geopolímeros será feita na seção de resultados.

Ressalta-se também que foram realizadas as caracterizações do solo para verificar sua adequação à produção de tijolos. Para tal, foram efetuados ensaios de consistência para determinar a mínima quantidade de água para torná-lo (solo) moldável, melhorando a sua trabalhabilidade na moldagem. Além disso, realizou-se a classificação granulométrica do solo para determinar a quantidade de silte, areia e argila. Também foram caracterizadas por medidas de DRX e FRX.

4.2.3 Produção do Tijolo de Geopolímero

Uma etapa preliminar à produção definitiva dos tijolos de geopolímero, foi realizada extensivamente. Nesses estudos, foram testados percentuais de geopolímero, solo e água, além de aplicação ou não de pressão mecânica na moldagem. Também foi investigado o uso de microfibra fabricada por eletrofiação horizontal ou vertical. A aplicação do uso de microfibra produzida por via horizontal não se mostrou viável, pois provocava separação das amostras, conforme descrito nos Apêndices B e C.

Antes da produção do geopolímero, estabeleceram-se as quantidades dos componentes: metacaulinita calcinada (700 ºC), hidróxido de sódio (12 mol/L), silicato de sódio e água. A determinação das quantidades de matérias-primas foi baseada em cálculos estequiométricos dos compostos químicos, resultando nas razões molares do sistema SiO_2/Al_2O_3= 2,51 e Na_2O/Al_2O_3 = 1,05. Essas razões molares estão parcialmente dentro dos parâmetros de Davidovits (2003): SiO_2/Al_2O_3 (3,3-4,5) e Na_2O/Al_2O_3 (0,8-1,6). Trabalhos recentes de OLIVEIRA (2025) e Soares *et al.* (2022) adotaram os parâmetros de Davidovit como norteador das quantidades dos componentes do geopolímero.

A Tabela 4 mostra as proporções das matérias-primas adotadas na produção do geopolímero.

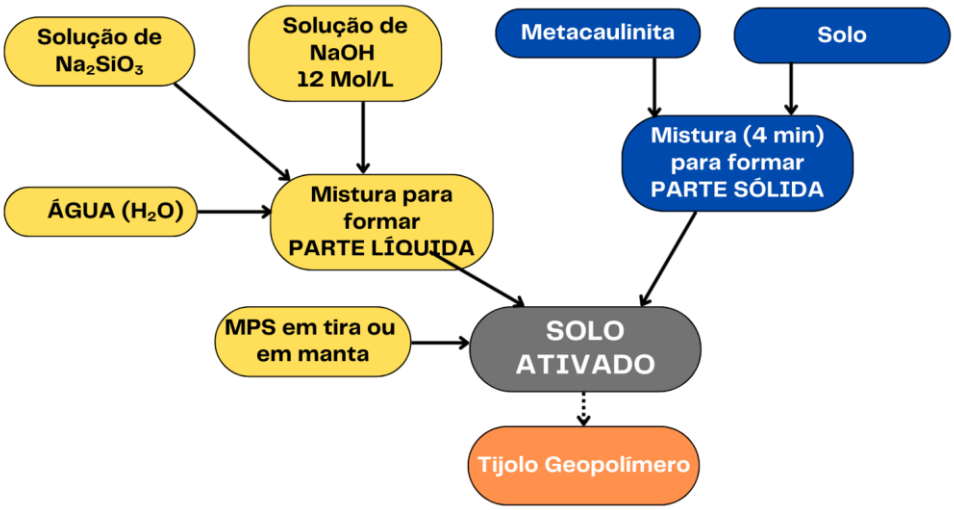
Tabela 4: Proporções dos componentes.

Solo (%)	Metacaulinita (%)	Hidróxido de Sódio (%)	Silicato de sódio (%)	Água (%)
100	7	3,5	4,35	16

Fonte: Elabora pela autora.

A primeira etapa da produção do tijolo de geopolímero foi a ativação do solo. O procedimento de ativação do solo foi baseado nos trabalhos de, Felix (2016), Sore *et al.* (2018) e Donkor (2014), a saber: preparou-se previamente a solução de NaOH a 12 mol/L; misturou-se a solução de NaOH com a solução de Na_2SiO_3 24h antes da moldagem, devido à reação exotérmica, formando a solução de ativadores; adicionou-se água à solução de ativadores, formando a parte líquida; pesaram-se a metacaulinita e o solo conforme a proporção descrita na Tabela 4, e estes foram misturados, constituindo a parte seca da mistura do tijolo de geopolímero; a parte seca foi misturada manualmente por 4 min a fim de obter a homogeneização uniforme; misturou-se a parte sólida e a parte líquida por mais 4 min. A proporção de geopolímero em relação ao solo foi de 15%. A Figura 12 apresenta o fluxograma da produção do solo ativado.

Figura 12:Fluxograma da produção de solo ativado.

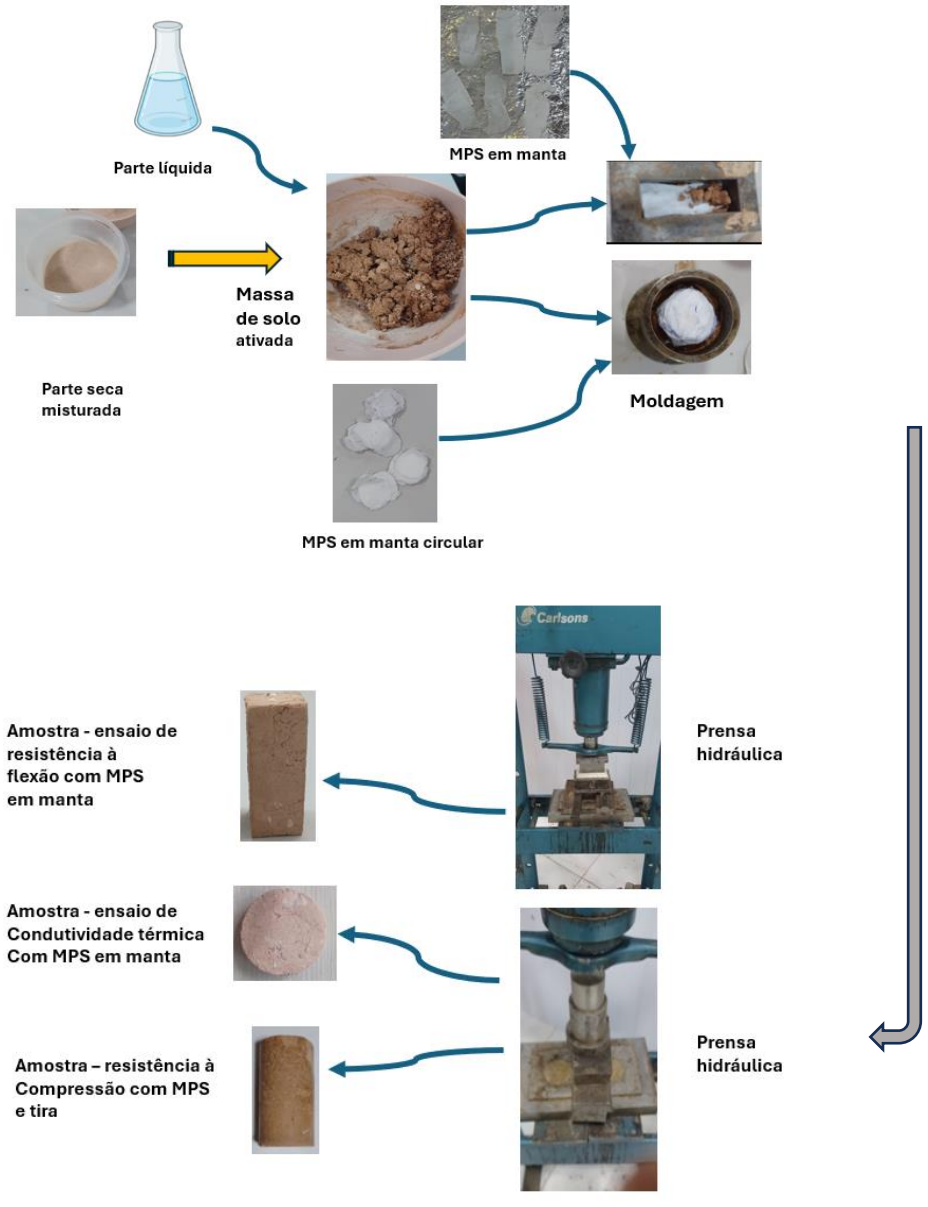


Fonte: Elaborada pela autora.

4.2.4 Produção das amostras para medições de resistência à flexão e resistência à compressão

Para avaliar o impacto das MPS nas propriedades físicas e mecânicas do tijolo de geopolímero, foram produzidas amostras para ensaios de resistência à compressão, à flexão e condutividade térmica com MPS tanto em tira como em manta. Destaca-se que todas as mantas e tiras usadas nas amostras dos ensaios de resistência à compressão e de resistência à flexão foram eletrofiadas em atmosfera com umidade de 40 ±3%. A Figura 13 apresenta o fluxo da produção das amostras com MPS em manta.

Figura 13: Fluxo da produção das amostras com MPS em manta.



Fonte: Elaborado pela autora.

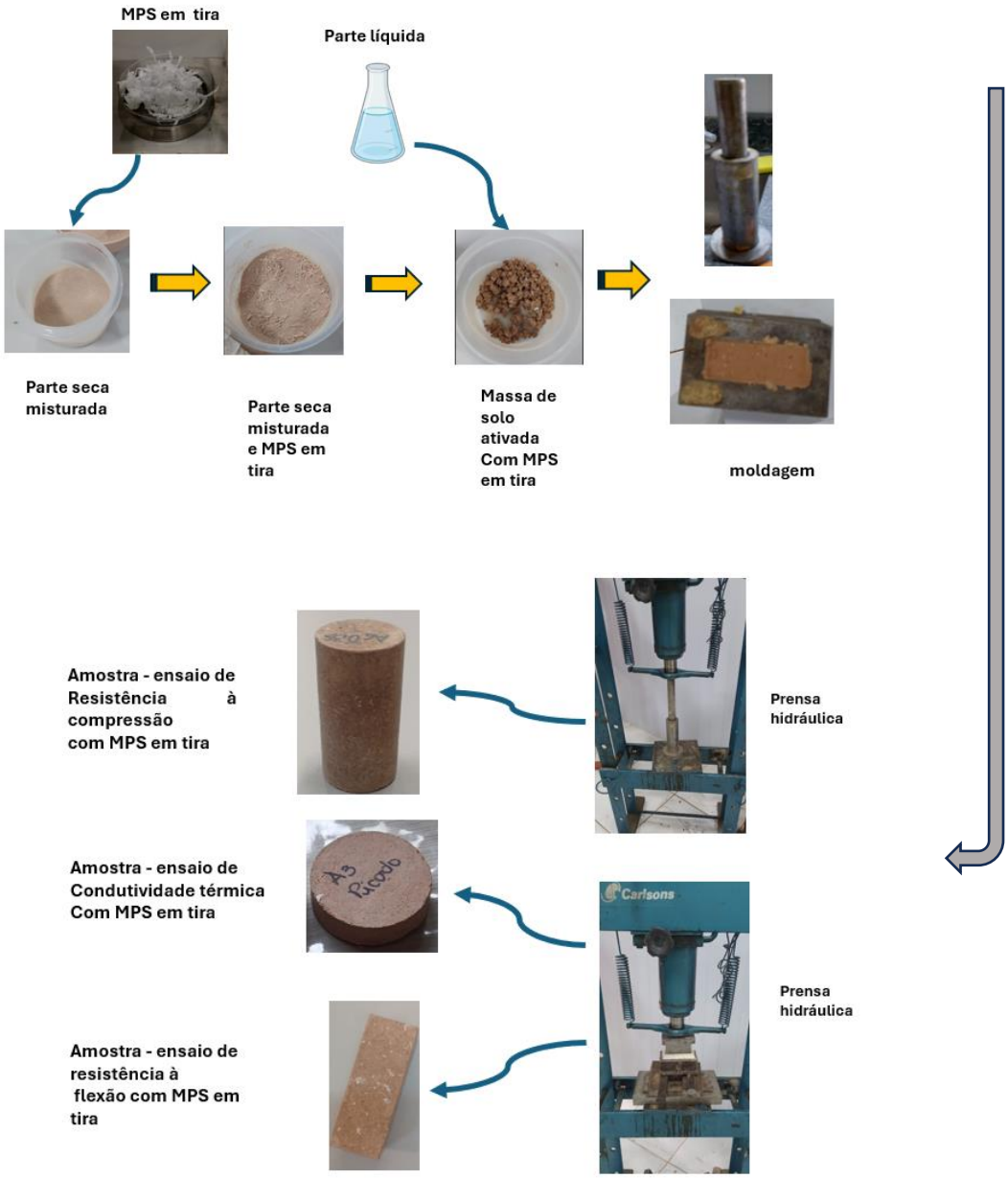
Para produção das amostras com incorporação de MPS na forma de manta, a MPS foi cortada, a massa do solo ativado foi preparada conforme descrito anteriormente, e foram depositados no molde de aço. Durante a moldagem, ocorreu a intercalação de camada de massa de solo ativado e MPS em manta cortadas. Com a finalidade de eliminar o ar, as amostras foram submetidas a uma força de 0,5 t por meio de prensa hidráulica manual conforme mostra a Figura 13. Todo este procedimento (Figura 13) foi repetido para fabricação das amostras para os ensaios de resistência à flexão, resistência à compressão e condutividade térmica.

As amostras foram produzidas com manta de MPS distribuídas em camadas nas seguintes dimensões e formatos: em forma de prisma, com 3,0 x 3,2 x 8,0 cm, para ensaio de resistência à flexão; em forma cilíndrica, com 3,0 cm (diâmetro) x 6,0 cm, para ensaio de resistência à compressão; em forma cilíndrica, com 4,70 cm (diâmetro) x 2,40 cm, para medidas de condutividade térmica. As dimensões das amostras geradas com esses moldes justificam-se devido a inexistência de norma técnica específica para fabricação de tijolo de geopolímero. Além disso, Salih *el al.* (2020) identificaram uma variedade de tamanho de amostras na revisão sobre tijolos adobe reforçado com fibra. Por outro lado, as dimensões do molde cilíndrico para compressão atendem o critério da NBR 5738:2015.

A produção das amostras com a inserção de MPS em tiras ocorreu da seguinte forma (Figura 14): primeiramente, a MPS foi cortada em forma de tiras; em seguida, foi adicionada à parte sólida (solo e metacaulinita) e misturados por 4 min; depois adicionou-se uma solução composta por silicato de sódio, hidróxido de sódio e a água (parte líquida) e foi misturado por mais 4 min. A massa do solo ativado com MPS em tiras foi depositado no molde de aço; e as amostras foram submetidas a uma carga de 0,5 t por meio de prensa hidráulica manual. Este procedimento foi repetido para confecção das amostras destinadas aos ensaios de resistência à flexão, de resistência à compressão e condutividade térmica nas seguintes dimensões e formatos: em forma de prisma com 3,0 x 3,2 x 8,0 cm; em formato cilíndrico com 3,0 (diâmetro) x 6,0 cm; em forma cilíndrica com 4,7(diâmetro) x 1.5 cm.

Todas as amostras moldadas foram envolvidas por filme plástico por 20 h e depois colocados em estufa a 60 °C por 20 h. O rompimento ocorreu no 3º dia após a moldagem. A prensa hidráulica usada foi da marca Carlsons de 15 t. Ressalta-se que para avaliação do comportamento mecânico foram introduzidas as amostras MPS produzidas na umidade 40±3%.

Figura 14: Fluxo da fabricação das amostras com MPS em tira.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 5 apresenta informações sobre amostras quanto ao comportamento mecânico, representação esquemática do formato das amostras, formato e distribuição das MPS, teor de MPS inserida na amostra, número de repetições e código das amostras

Na Tabela 5 está mostrado o código das amostras composto por X.YY.ZZ: em que X indica o tipo de ensaio, F é resistência à flexão e C indica a resistência à compressão; Y é referente à aplicação de tira ou manta; e por último, Z indica a quantidade em camadas (C) ou teor de MPS.

Tabela 5: Características das amostras para medições das resistências.

Medidas do comportamento mecânica	Representação esquemática das amostras	Formato das MPS	Quantidade de MPS em tira (%) ou números de camadas	Número .de repetições	Código das amostras
Resistência à compressão	 3,0 (diâmetro) x 6 cm	**Tira** 	Referência	4	C.REF
			0,15%	4	C. Tira.0,15
			0,25%	4	C.Tira.0,25
			0,35%	4	C.Tira.0,35
			0,45%	4	C.Tira.0,45
	 3,0 (diâmetro) x 6 cm	**Manta Circular** 	5 camadas	3	C. Manta. 5C
			10 camadas	3	C. Manta. 10C
Resistência à flexão	 3,0x3,2x8cm	**Manta retangular** 	Referência sem fibra	3	F.REF
			2 camadas	3	F.Manta.2C
			4 camadas	3	F.Manta.4C
			5 camadas	3	F.Manta.5C
	 3,0x3,2x8cm	**Tiras** 	0,35%	3	C.Tira.0,35
			0,45%	3	C.Tira.0,45

Fonte: Elaborado pela autora.

4.2.5 Produção das amostras para medições de condutividade térmica

Com a finalidade de melhor compreender o comportamento dos tijolos de geopolímero quanto à condutividade térmica, foram avaliadas o impacto da morfologia de MPS, as quantidades, a forma geométrica e a distribuição da MPS na condutividade térmica. Para verificação do efeito da variação da morfologia da MPS, foram introduzidas a MPS-01 e MPS-02, produzidas nas umidades 40±3% e 57±3 respectivamente.

Para avaliar o efeito da quantidade de MPS, foram inseridas MPS-01em tira com teores 0,45%, 0,90% e 1,80%. Além disso, as MPS-01 e MPS-02 em manta nas espessuras 0,53, 1,6 e 3,21 mm também foram testadas. Na medição das espessuras total das mantas foi usada o micrômetro digital Digimess, e efetuaram-se quatro repetições das medidas.

Observa-se que nas medidas de condutividade térmica usou-se diferentes MPS como mostra Tabela 6. O código é composto por C.MPS-XX.Y.ZZZ: C é referente à medida de condutividade térmica; XX indica o tipo de MPS-01(umidade 40±3%) ou MPS-02 (umidade 57±3%); Y é para marcar o tipo de formato M(manta) ou T(tira); Z indica a quantidade de MPS em espessura (mm) ou massa (g).

Em função do processo de moldagem, foram adotadas duas dimensões dos corpos de prova, a saber: primeiro foi 4,70 (diâmetro) x2,40 cm, nos quais foram inseridas MPS em manta; o segundo corpo de prova foi de 4,70 (diâmetro) x1,50 cm. Neste segundo tipo, a MPS em tira foi distribuída ao longo da amostra.

A fim de facilitar a compreensão sobre as características das amostras, a Tabela 6 apresenta esquema das características das amostras para as medidas de condutividade térmica.

Tabela 6: Características das amostras para medições de condutividade térmica.

Espessura da manta (mm)	**Teor de MPS em tira (%)**	**MPS-01**	**MPS-02**	**MPS-01**
0,53±0,03	-	 C.MPS-01.M.0,53	 C. MPS-02.T.0,53	
1,60±0,03	-	 C.MPS-01.M.1,60	 C. MPS-02.T.1,60	
3,21±0,03	-	 C. MPS-01.M.3,21	 C. MPS-02.T.3,21	
-	0,45			 C.MPS-01.T.0,45
-	0,90			 C.MPS-01.T.0,90
-	1,80			 C.MPS-01.T.1,80
Amostra sem MPS (C.0)				

Fonte: Elaborado pela autora.

Destaca-se que as MPS foram produzidas no Laboratório de Eletrofiação e Tecnologia –nanofibras LabElTec, UNESP, Campus Presidente Prudente. A produção das amostras do tijolo de geopolímero foi realizada no Laboratório de Caracterização e

Gestão de Resíduos Sólidos (LCGRS), UNESP Campus Presidente Prudente e no Laboratório Materiais do IFAM/CMC.

4.3 Técnicas de Caracterizações

As caracterizações dos materiais investigados, incluindo as MPS, bem como dos demais materiais constituintes e dos corpos de prova, foram realizadas de acordo as técnicas sumarizadas na Figura 15 e detalhadas na sequência.

Figura 15: Resumo das caracterizações.



Fonte: Elaborado pela autora.

A análise da composição estrutural foi realizada por meio da técnica de difração de Raios X (DRX) visando identificar as fases cristalinas. Foi utilizado difratômetro Shimadzu, modelo XRD-7000 Maximax, com radiação Kα do Cu (1,541874 Å), tensão de 40,0 kV e corrente de 30,0 mA, localizado na Central Analítica do IFAM/CMC. A faixa de varredura foi de 10 ° a 80 ° (2θ), com velocidade do goniômetro de 0,01 ° /passo para identificação das fases do caulim e metacaulinita. Para as demais matérias-primas a velocidade adotada foi de 0,02°/passo. As estruturas cristalinas foram identificadas com base nos padrões *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD). Para o caulim e metacaulinita foi realizada análise quantitativa das fases e fração amorfa por meio da análise de refinamento estrutural (Método de Rietveld), de acordo com o software Fullprof, versão julho/agosto de 2022. Algumas medidas de DRX foram realizadas no

Laboratório de Caracterização e Gestão de Resíduos Sólidos (LCGRS), UNESP Campus Presidente Prudente.

O comportamento térmico das matérias-primas foi estudado por termogravimetria (TGA) e termogravimetria derivada (DTG), utilizando uma balança Thermobalance Shimadzu, modelo DTG-60H, em cadinho de platina, com taxa de aquecimento de 10ºC/min, 4,88 g de caulim em atmosfera de gases, faixa de temperatura 25-900 ºC, na vazão de 50 ml/min, com equipamento pertencente ao Laboratório de Óleo da Universidade Federal do Pará (UFPA). Algumas medidas de análises térmicas foram obtidas no equipamento TA Instruments, modelo SDT-600, localizado no laboratório LCGRS, UNESP Campus Presidente Prudente.

As ligações químicas foram identificadas por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) utilizando equipamento da marca Agilent, modelo Cary 630 FTIR, com dispositivo ATR (Refletância total atenuada), com média de 128 varreduras, resolução de 8 cm^{-1}, faixa de varredura: 4000 a 650 $cm^{-1,}$, localizado no IFAM/CMDI. Algumas medidas foram obtidas no espectrofotômetro da marca Perkin Elmer modelo Frontier, equipado com módulo ATR de diamante. As medidas foram feitas no intervalo de 200 a 4000 cm^{-1} com resolução de +/- 1 cm^{-1} e média de 120 varreduras. Este equipamento pertence ao Laboratório de Catálise Organometálica e Materiais (LaCOM) da Faculdade de Ciências e Tecnologia/FCT – UNESP, Campus Presidente Prudente.

A composição química da amostra foi realizada por meio de análise semi-quantitativa usando espectrometria de fluorescência de Raios X (FRX) por dispersão de energia. O espectrômetro EDX-720 usado, pertence ao Laboratório do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA) da UFSCar. Alguns dados de FRX foram obtidas no Laboratório de Caracterização e Gestão de Resíduos Sólidos (LCGRS), UNESP, Campus Presidente Prudente, no equipamento Shimatzu, modelo EDX-700, atmosfera vácuo, colimador de 10mm.

Para a análise morfológica, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo VEG3, Tescan , acoplado à microanálise por espectroscopia de dispersão de energia de Raios-X (EDS), pertencente ao Instituto Nacional de Pesquisas Amazônia (INPA). As amostras foram revestidas com ouro usando um dispositivo BAL-TEC SputterCoater, modelo SCD-050, sendo depositadas duas camadas para a metalização em ouro. Além disso, uma análise quantitativa da composição química foi realizada por EDS,

modelo X-ACT, da Oxford Instruments. Algumas imagens também foram obtidas no MEV Carl Zeiss, modelo EVO LS15, pertencente ao Laboratório LabMMEV– FCT da UNESP, Campus Presidente Prudente.

As análises de granulometria a laser destinam-se a determinar a distribuição dos diâmetros das partículas de materiais finos por meio da medição da variação angular da intensidade da luz espalhada em uma amostra dispersa. O método utilizado foi o espalhamento a laser realizado pelo equipamento Malvern, modelo Mastersizer 2000, pertencente ao Laboratório de Análises Minerais LAMIN, Serviços Geológicos do Brasil-CRPM.

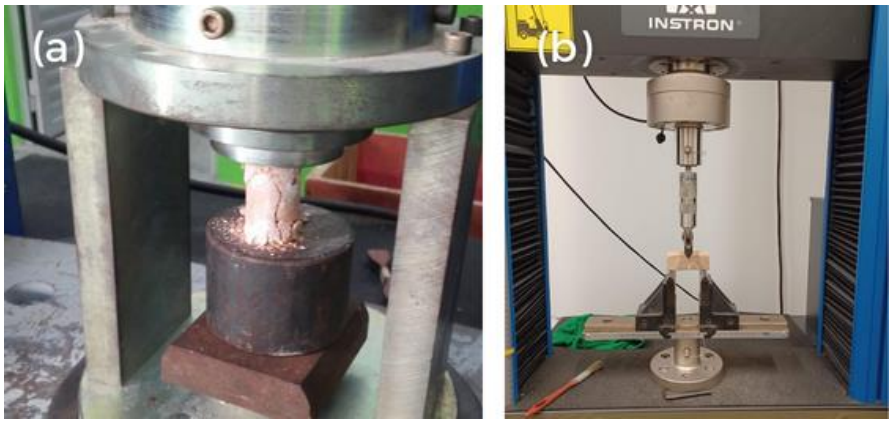
Para avaliação da condutividade térmica do tijolo de geopolímero com incorporação de MPS foi usado o equipamento Trident (C-Therm), com o sensor MTPS (Modified Transient Plane Source). Para cada medida o equipamento repete 3 vezes automaticamente a leitura da condutividade térmica em temperatura de 23 °C. Além disso, a medição foi repetida 5 vezes. As medidas de condutividade térmica foram realizadas no Laboratório de Ciências Físicas do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense.

Os ensaios de resistência à compressão foram realizados na máquina universal de ensaio da Contenco U.M.C 60 t (Figura 16a), célula de carga 500 kg, (sensor eletromecânico usado para medir esforço de tração e compressão de determinado objeto), velocidade de 0,5 mm/min, localizado no Laboratório de Materiais de Construção do IFAM/CMC (Figura 16a). No caso da resistência à flexão em três pontos (DONKOR, 2014) Figura 16 (b), foi medida pela máquina de ensaios universal INSTRON, 0,5mm/min, localizada no do LCGRS da UNESP, Campus Presidente Prudente.

Para determinar a faixa da quantidade de água que pode ser adicionada ao solo de forma que possibilite a moldagem e trabalhabilidade do solo, foram realizados os ensaios de limite de liquidez e de limite de plasticidade, conforme as normas NBR 6459:2016 e NBR7180:2016, respectivamente. Resumidamente, o ensaio de limite de liquidez foi realizado da seguinte forma: preparou-se amostra do solo conforme a norma NBR 6457:2016; acrescentou-se pequena quantidade de água destilada a amostra, amassando-a vigorosamente com uma espátula até obter uma pasta homogênea, registrando-se a quantidade de água. Transferiu-se a pasta do solo para concha do equipamento denominado de Casagrande mostrado na Figura 17 (a); dividiu-se a massa em duas partes, visto na Figura 17(b); deixou-se a concha cair em queda livre até que a ranhura se

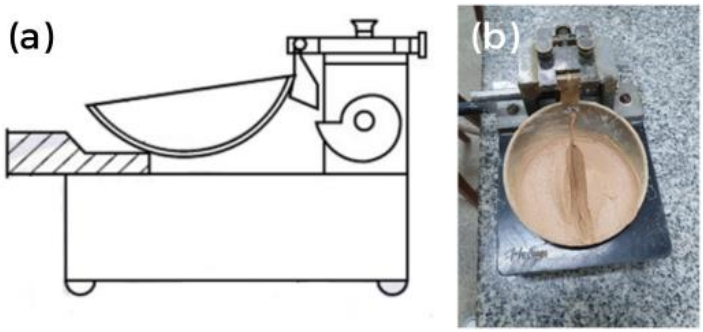
fechasse, e anotou-se número de golpes feita pela manivela e quantidade de água adicionada. Repetiu-se o mesmo procedimento por 5 vezes. Graficou-se valor da umidade (eixo *y*) e número de golpes (eixo *x*), obtendo a reta do teor de umidade correspondente a 25 golpes, que foi o limite de liquidez do solo

Figura 16: a) Máquinas de ensaio de resistência à compressão; b) Máquinas de ensaio de resistência à flexão.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 17:a) Esquema do equipamento Casagrande; b) Massa separada em duas partes.

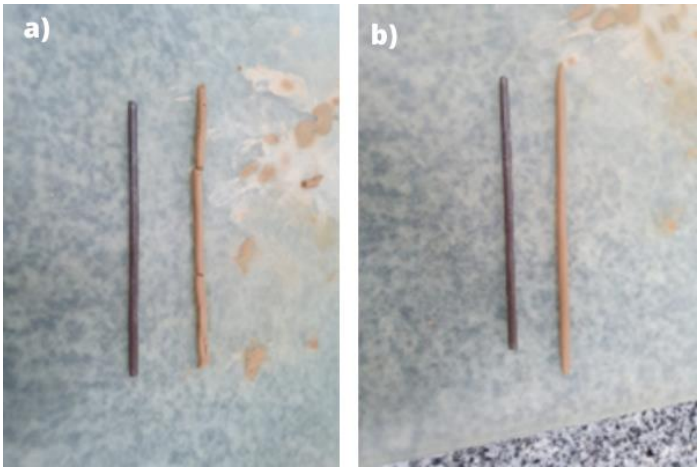


Fonte (a): Adaptado NBR 6459:2016; Fonte(b): Elaborado pela autora.

O limite de plasticidade foi obtido resumidamente da seguinte forma: preparou-se amostra do solo conforme a norma NBR 6457:2016; adicionou- se pequena quantidade de água destilada a amostra, amassando vigorosamente com espátula até obter uma pasta homogênea de consistência plástica. Com 10 g da pasta da amostra, formou-se uma pequena bola que foi rolada sobre a placa de vidro com pressão da palma da mão até adquirir a forma de cilindro, Figura 18 (b), tendo como padrão o cilindro mais escuro,

conforme mostram as Figura 18 (a) e (b). Ressalta-se que amostra em forma de cilindro fragmentou-se antes de atingir o diâmetro de 3 mm, de modo que foi refeito o procedimento, adicionando mais água. O ponto ideal, determinado pela norma NBR 6457:2016, ocorre quando o cilindro se fragmenta com diâmetro de 3 mm e comprimento de 100 mm conforme mostra a Figura 18 (b). Ao se atingir o ponto ideal, transferiu-se o cilindro da amostra de solo para o recipiente e determinou-se a umidade. A operação foi repetida 3 vezes e obteve-se a umidade média.

Figura 18: Cilindro de solo para determinação de limite de plasticidade.



Fonte: Elaborada pela autora.

O resultado do Índice de Plasticidade foi obtido por meio da seguinte equação:

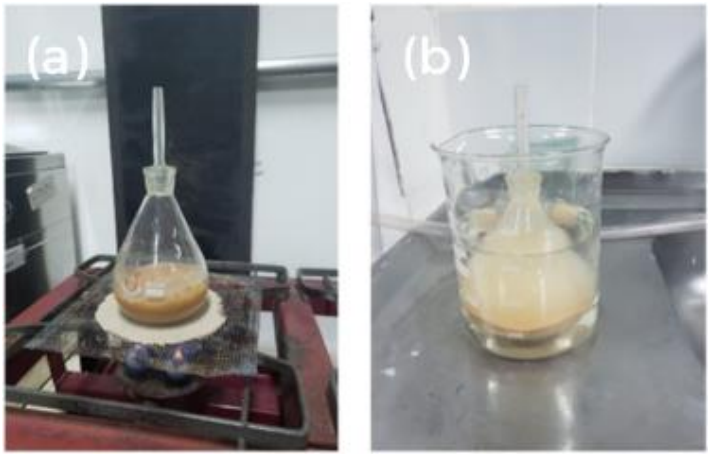
$$IP = LL - LP \qquad (2)$$

Onde:
IP é o índice de plasticidade;
LL é o limite de liquidez;
LP é o limite de plasticidade;

A densidade do solo foi obtida conforme a norma de determinação da densidade real do DNER-ME 093/94. Simplificadamente, foi realizado da seguinte forma: pesou-se 10 g de solo seco; pesou-se picnômetro vazio (P1); pesou-se amostra e picnômetro (P2); colocou-se água destilada até cobrir a amostra dentro do picnômetro e ferveu-se por 15

minutos (Figura 19a). Em seguida, completou-se com água destilada e colocou-se em banho maria por 15 minutos em temperatura ambiente (Figura 19b); colocou-se a rolha perfurada para água aflorar, e então pesou-se o picnômetro e amostra (P3). Em seguida, retirou-se a amostra de solo de dentro do picnômetro; encheu-se o picnômetro apenas com água destilada, e colocou-o em banho maria durante 15 minutos em temperatura ambiente. Então, colocou-se uma rolha perfurada para água aflorar; retirou-se e pesou-se (P3)

Figura 19: Ensaio para determinação de densidade real; a) Aquecimento da amostra; b) Banho maria da amostra.



Fonte: Elaborado pela autora

A densidade do solo é determinada pela seguinte equação:

$$D = \frac{P2-P1}{(P4-P1)-(P3-P2)} \quad (3)$$

Onde

D é densidade real do solo;

P1 é massa do picnômetro vazio e seco em g;

P2 é massa do picnômetro mais amostra em g

P3 é massa picnômetro mais amostras e mais água, após banho maria em g;

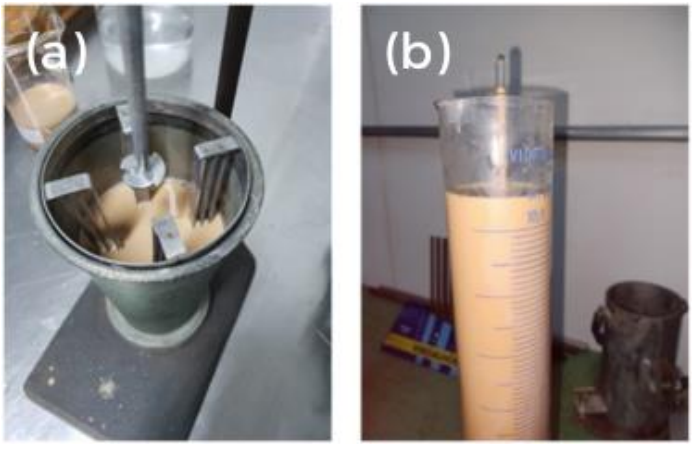
P4 é massa picnômetro mais água após banho maria em g.

Análise granulométrica do solo foi realizada conforme estabelecido pelas normas NBR 7181:2016 e teve o objetivo de verificar a distribuição dos tamanhos das partículas

do solo e classificá-los. Isso foi realizado por dois processos distintos: peneiramento e sedimentação. O método de peneiramento é usado para solos tipo arenoso e pedregulhos e sedimentação para siltes e argilas. Na determinação de distribuição granulométrica por peneiramento, primeiramente a amostra de solo foi passada pela peneira de malha de 2,0 mm. Desse material que passou, pesou-se 120 g e lavou-se na peneira de malha 0,075 mm. O material que ficou retido na peneira de 0,075mm foi colocado para secar. O material seco foi passado nas peneiras de 1,2 mm, 0,6 mm, 0,42 mm, 0,25mm, 0,15 mm e 0,075 mm. Anotou-se as massas do solo retido acumulado nas peneiras.

No processo de sedimentação procedeu-se, resumidamente, da seguinte forma: da amostra do solo que passou pela peneira de malha de 2,0 mm, pesou-se 120 g; transferiu-se para béquer de 250 cm^3 e adicionou-se 125 cm^3 da solução de hexametafosfato de sódio; agitou-se o béquer e este ficou em repouso por 12 h. Colocou-se o solo no aparelho dispersão durante 15 min (Figura 20 a); após, transferiu-se o material para uma proveta e adicionou água destilada até 1000 cm^3; tampou-se a boca da proveta e movimentou-se energeticamente por 1 min; após, colocou-se a proveta sobre a mesa e anotou-se a hora de início da sedimentação e mergulhou-se o densímetro na proveta (Figura 20 b). Foram realizadas leituras no densímetro aos 4 min, 8 min, 15 min e 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h e 24 h a contar do início da sedimentação. Após a última leitura, o material que permaneceu na proveta foi colocado na peneira de 0,075 mm, posteriormente seco em estufa e executado conforme o procedimento determinação de distribuição granulométrica por peneiramento descrito no parágrafo acima.

Figura 20:a) Aparelho dispersor; b) Medição com densímetro.



Fonte: Elaborada pela autora.

Os três últimos ensaios relatados foram realizados no Laboratório de Mecânica dos Solos do IFAM/CMC.

A massa específica (densidade) aparente foi determinada em duas etapas. A primeira é obtida por meio da equação 4:

$$MEAs = \frac{m_s}{V_a} \qquad (4)$$

Onde *MEA*s é densidade aparente de secagem, *ms* é massa seca e *Va* é o volume aparente. *Va* foi obtido pelo método geométrico, ou seja, pela multiplicação de suas dimensões (comprimento, largura e altura) e ***ms*** foi determinado por pesagem (g) do corpo de prova após secagem de 24h em estufa.

A segunda etapa da densidade aparente foi obtida baseada pelo método de Arquimedes (RANJBAR *et al.*, 2016; LINHARES JUNIOR *et al.*, 2022). Neste método, os corpos de prova foram imersos em água destilada em ebulição por 2 h. Depois, foram deixados a esfriarem por 22 h, completando 24 h de saturação. Após o resfriamento, os corpos de prova foram pesados na balança hidrostática em que foram obtidos o valor da massa imersa (m_i) e, posteriormente, sem um excesso de água em sua superfície, os corpos de prova foram pesados e determinados a massa úmida (m_u). Em posse dos valores de massa imersa, massa úmida e massa seca em estufa (m_s), pode-se obter a massa específica aparente de queima (MEAq) por meio da equação 5:

$$MEAq = \frac{m_s}{m_u - m_i} \quad (5)$$

A absorção de água (AA) foi determinada com base no princípio de Arquimedes também, pois utilizou a massa úmida (m_u) dos corpos de prova. A obtenção da taxa de AA foi obtida por meio da equação 6:

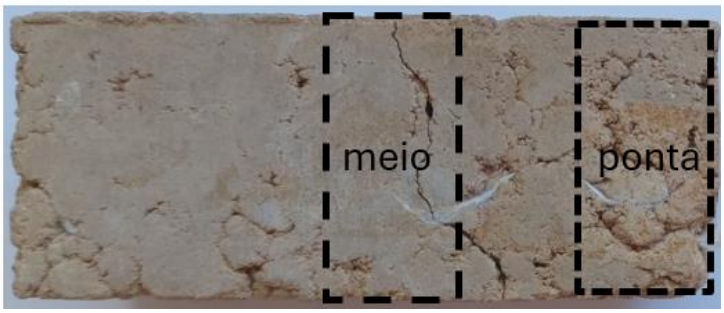
$$AA = \frac{m_u - m_s}{m_s} \times 100 \qquad (6)$$

A porcentagem de porosidade aparente foi determinada por meio da equação (7):

$$PA = \frac{Vp_A}{Va} = \frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \times 100 \qquad (7)$$

A densidade aparente foi determinada para todas as amostras de resistência à compressão. A absorção de água, porosidade e densidade aparente foram medidas para as amostras de resistência à flexão e efetuada uma repetição. Para estas medições, foram coletadas duas amostras no mesmo corpo de prova, uma da ponta e outra no meio, conforme mostra a Figura 21.

Figura 21: Local de corte para coleta da amostra.



Fonte: Elaborado pela autora.

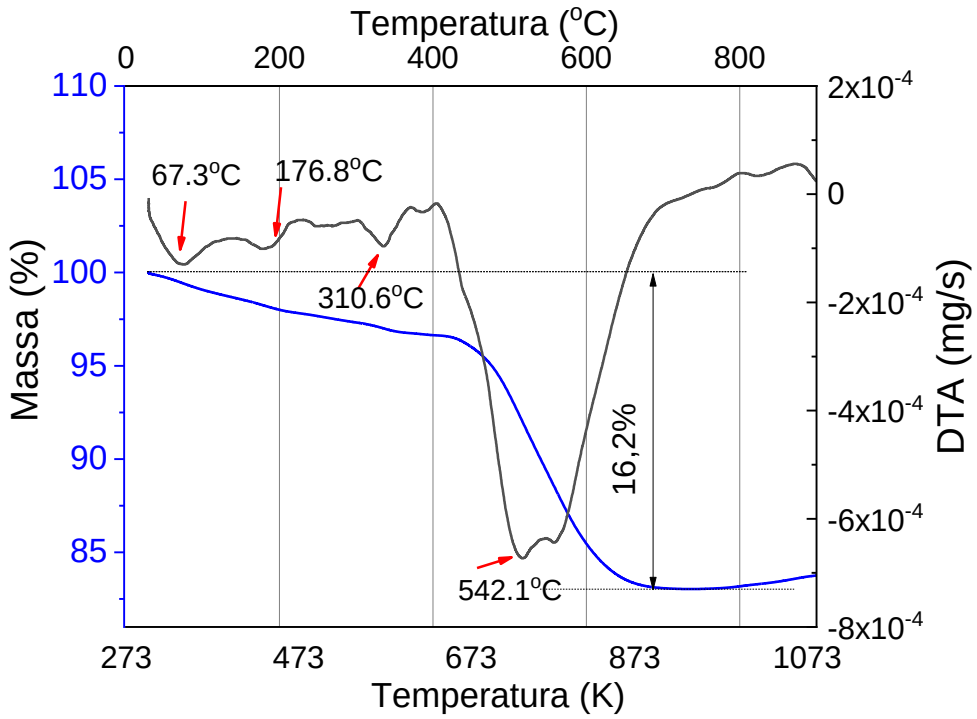
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização dos Materiais Precursores

5.1.1 Análise Térmica (TG/DTG)

A Figura 22 mostra a curva de TG/DTG do caulim beneficiado, evidenciando comportamento térmico típico de argila (CHENG *et al.*, 2010; CONCONI *et al.*, 2019; ANDRINI *et al.*, 2016)

Figura 22:TG/DTG de caulim beneficiado.



Fonte: Elaborado pela autora.

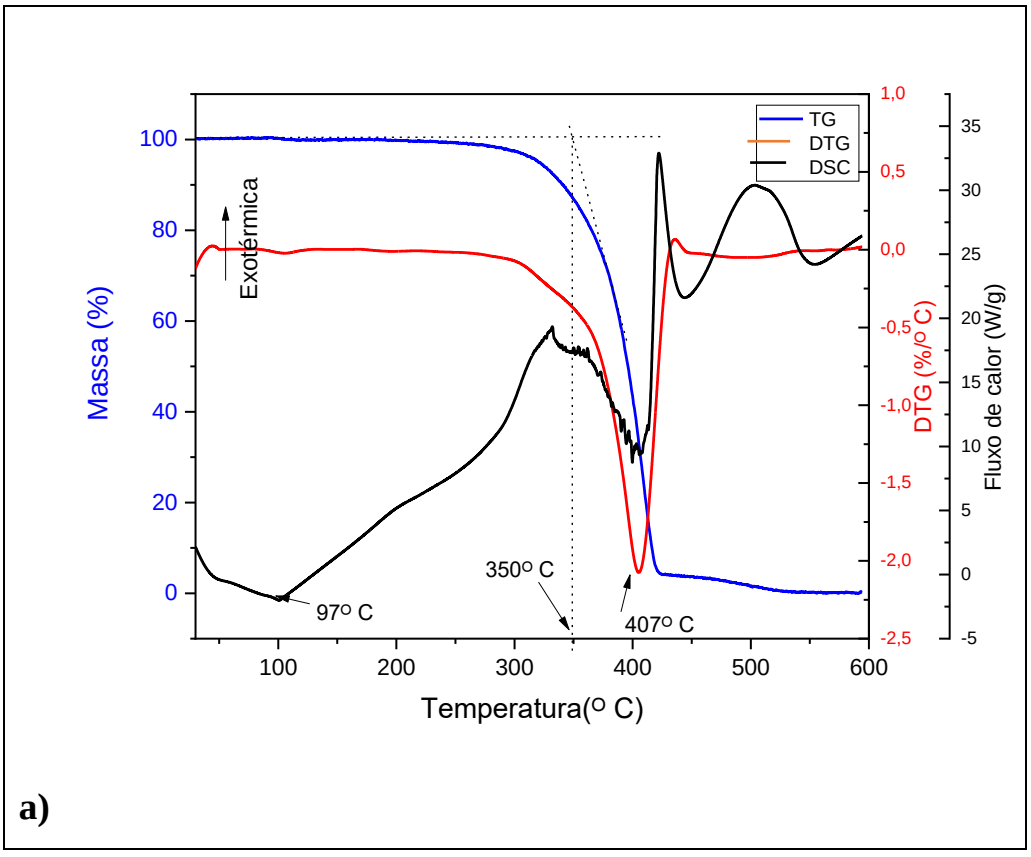
A perda total de massa foi de 16,2%, que ocorreu em três etapas: na primeira etapa, que corresponde à faixa de 48 a 97 °C e a faixa de 176 a 230 °C, refere-se à dessorção da água que foi adsorvida na superfície da amostra (ILIĆ *et al.*, 2016); na segunda etapa, há eliminação de matéria orgânica em torno de 350°C (SILVA *et al.*, 2011). Na terceira etapa, em que ocorre a maior perda de massa (12,6%), na faixa de temperatura de 480 a 620 °C, essa perda de massa é atribuída ao processo de desidroxilação da caulinita, (FABBRI *et al.*, 2013; PACURARIU *et al.*, 2017). Soares *et al.* (2022) investigaram argamassas geopoliméricas de metacaulinita com resíduos de plástico. Na análise termogravimétrica do caulim do Amazonas os autores identificaram a desidroxilação na faixa de 456 a 652 °C, uma característica relevante para a produção de geopolímeros. De acordo com Kakali *et al.* (2001), a faixa de desidroxilação pode ser influenciado pelo tamanho da partícula, taxa de aquecimento, tipo de caulim e presença de impurezas.

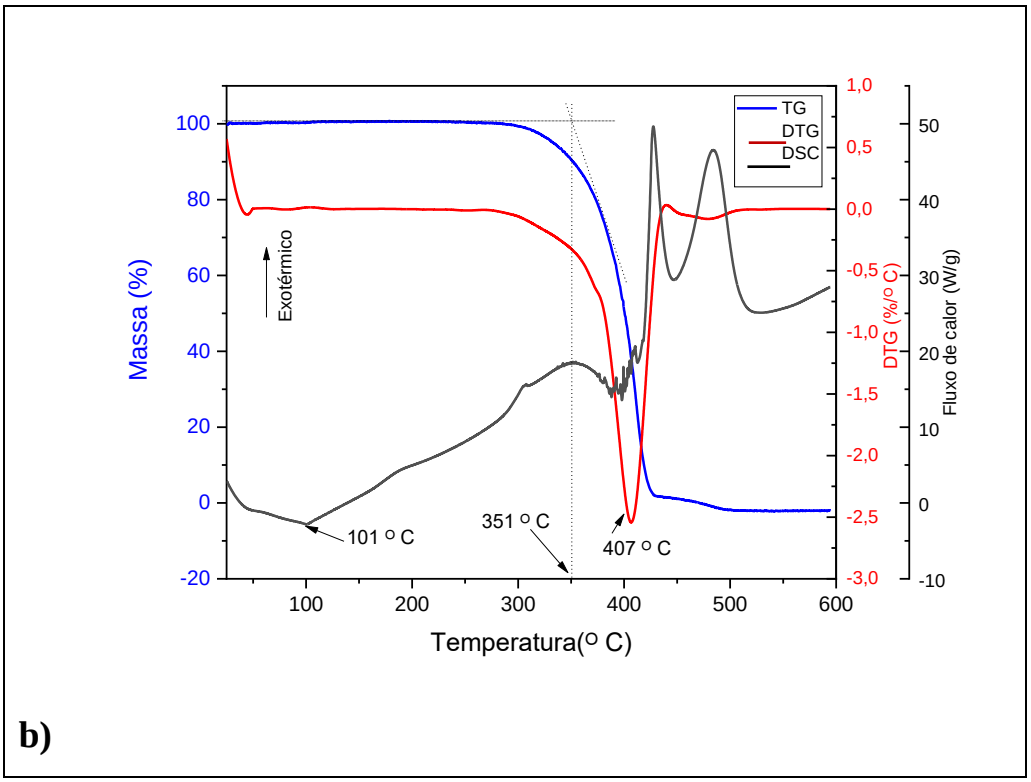
Destaca-se que a identificação da faixa exata de temperatura da desidroxilação da caulinita é importante para determinação das temperaturas de tratamento térmico do

caulim. A análise térmica DSC auxiliaria também a seleção desta faixa. Contudo, devido a problemas nos equipamentos, mesmo após várias tentativas, tornou-se impeditivo realizar tal medição no presente estudo, que poderá ser realizada em investigações futuras. Portanto, as temperaturas para tratamento térmico do caulim neste trabalho variaram entre 600 °C a 800 °C, faixa escolhida em acordo com Yang *et al.* (2022).

A Figura 23 apresenta as curvas térmicas de TG/DTG e DSC realizadas ao ar das microfibras e para complementar também apresentado de copo de PS.

Figura 23: Curvas de TG/DTG e DSC de amostras de PS: a) Copo; b) Processado em MPS por eletrofiação.





Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados de TG/DTG e DSC para as amostras de PS em forma de copo estão mostrados na Figura 23 (a), ao passo que para o PS processado na forma de MPS através da técnica de eletrofiação estão apresentados na Figura 23 (b).

Através as curvas de TG, observa-se que o material apresenta estabilidade térmica até 214° C em relação à perda de massa. Acima dessa temperatura, o PS, tanto na forma de copo quanto na forma de MPS, apresenta uma pequena perda de massa, associada à degradação de grupos funcionais menos estáveis e de aditivos utilizados pela indústria na produção dos copos. O pico de degradação ocorre em 407 °C, conforme pode ser visto na curva de DTG, ao passo que o *onset*, ou seja, o ponto que indica a temperatura na qual inicia a decomposição, ocorre em torno de 350 °C, sendo um evento endotérmico conforme curva de DSC. Nesta etapa, ocorre a ruptura das cadeias poliméricas em decorrência da energia térmica e, após 550 °C, todo o material é degradado, não restando resíduos.

Os resultados obtidos corroboram os achados de Peterson *et al.* (2001), que estudaram a degradação do PS puro ao ar e determinaram que o PS se degrada em etapa única entre 200 °C e 450 °C. Machado (2016) obteve, na análise de TG de copos de PS pós-uso, os seguintes resultados: ponto *onset* da decomposição ocorre em 370 °C e a decomposição máxima em 490,3° C.

De modo similar ao copo de PS, a análise térmica da MPS (Figura 23b) apresenta as curvas de TG/DTG e DSC que evidenciam a estabilidade térmica da MPS até 209 °C. O pico de *onset* ocorre em 351 °C e a temperatura máxima de degradação é 407 °C. Também não foram identificados resíduos. Nota-se na curva de DSC da MPS um pequeno pico em torno em 101 °C. Esta é a temperatura de Tg, denominada como temperatura de transição, pois acima dela o material tende a ser mais dúctil e flexível, possibilitando o processo de conformação do PS (MACHADO, 2016). A determinação da Tg torna-se importante para este estudo, pois a abaixo da Tg a MPS é rígida, o que permite a inserção da MPS no tijolo geopolímero e submetido a 60 °C. Essa temperatura garante a não alteração da estrutura e do seu desempenho, pois mudanças microestruturais não ocorrem abaixo da Tg (LOMBARD *et al.*, 2023).

Observa-se que as curvas térmicas do copo e microfibras (Figura 23) apresentam estabilidade térmica, pico *onset* e temperatura máxima de degradação similares, demonstrando que ocorrem as mesmas transformações físicas e químicas durante o processo de aquecimento. Além disso, isso provavelmente confirma que o solvente foi evaporado.

Estes dados permitiram determinar com segurança a temperatura de cura das amostras dos tijolos de geopolímeros com MPS, que no caso foi de 60 °C. Muñoz-Villarreal *et al.* (2011) estudaram o efeito de diferentes temperaturas de cura no geopolímero à base de metacaulinita, concluíram que a temperatura de 60 °C produz geopolímero com menor porosidade e maior resistência à compressão. Gopalakrishna e Dinakar (2025) adotaram a temperatura de 60 °C na cura de geopolímero à base de cinzas volantes.

5.1.2 Análise química por FRX

A Tabela 7 apresenta a composição química em teor de óxido para as amostras listadas na Tabela 3, obtidas por FRX. Observa-se na Tabela 7 que o caulim tratado e não tratado termicamente apresentam teores elevados de Al_2O_3 e SiO_2, como esperado, sendo aproximadamente 98% do total. Os porcentuais dos demais compostos resultam em menos de 1%. A somatória de Al_2O_3 , Fe_2O_3 e SiO_2 indica que as amostras são materiais pozolânicos, conforme a norma NBR 12653:2014, podendo ser consideradas aptas para produção de geopolímeros.

Tabela 7: Composição química em teores de óxidos do caulim tratado e não tratado termicamente, obtidos por FRX.

Composto	CAU IN (%)	CAU BEN (%)	META600 (%)	META650 (%)	META700 (%)	META750 (%)	META800 (%)
Na_2O	0,026	0,037	0	0	0	0,019	0,106
MgO	0,734	0,671	0,673	0,597	0,746	0,675	0,719
Al_2O_3	47,5	51,9	52,9	53.2	53.3	53.4	53.4
SiO_2	50,9	46.1	45,0	45,0	44,7	44,7	44,5
K_2O	0,247	0,323	0,313	0,297	0,298	0,290	0,289
CaO	0,008	0,017	0,016	0,013	0,16	0,010	0,017
TiO_2	0,209	0,400	0,407	0,377	0,381	0,374	0,380
Fe_2O_3	0,308	0,614	0,595	0,565	0,573	0,560	0,539
Total	99,9	100	100	100	100	100	99,9

Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 7 ainda permite verificar que a concentração de Al_2O_3 aumentou de 47,5% (CAU IN) para 51,9% (CAU BEN), enquanto o SiO_2 diminuiu de 50,96% para 46,1%. Esta alteração pode ser justificada pela realização de beneficiamento via peneiramento úmido em que certa quantidade de quartzo (SiO_2) foi retida, alterando o percentual da composição química do caulim beneficiado e da metacaulinita produzida. É importante mencionar que análises realizadas em algumas outras amostras do mesmo local podem levar a resultados ligeiramente diferentes, conforme mostra a Tabela 8, mais abaixo.

Wilson *et al.* (2006) estudaram depósitos de caulim e haloisita no Amazonas, localizados na rodovia BR 174, e encontraram a composição química como SiO_2 (45,60%) e Al_2O_3 (38,4%) e os outros óxidos: Fe_2O_3, TiO_2 , CaO, MgO, K_2O, Na_2O tiveram porcentagens inferiores a 1%, corroborando a composição determinada na presente pesquisa para os óxidos do caulim *in natura*.

Ainda em relação à composição química, Ribeiro *et al.* (2017) em uma revisão sobre compósitos geopoliméricos à base de metacaulinita reforçados com partículas e fibras, relataram que a quantidade do SiO_2 na metacaulinita varia entre 44,4% e 73% e Al_2O_3 entre 14,5 % e 47,43%. O percentual de SiO_2 encontrado na presente pesquisa (Tabela 7) está dentro da faixa citada e o percentual de Al_2O_3 ficou aproximadamente 3% acima do limite superior. Vale ressaltar que essa pequena diferença é influenciada pela formação rochosa de origem do caulim. Além disso, nos trabalhos citados, em geral, as metacaulinitas foram moídas e, no caso do presente estudo, peneiradas.

Por outro lado, Caballero *et al.* (2019) identificaram Al_2O_3 (48,74%) e SiO_2 (45,01%) nas metacaulinitas comercializadas pela Metakaolin HP Ultra; o geopolímero

produzido alcançou a resistência mecânica razoável, em torno de 50,2 MPa. Cavalcante *et al.* (2018) utilizaram metacaulinita com Al_2O_3 (48,8%) e SiO_2 (40,0%) no estudo da substituição do cimento por metacaulinita e sílica extraída da cinza da casca de arroz por pastas de cimento. A metacaulinita pesquisada foi produzida com o caulim proveniente de Itacoatiara, estado do Amazonas.

A Tabela 8 apresenta valores de composição química em teor de óxido para as amostras listadas na Tabela 3, de outra porção de argila do mesmo local e para o solo, obtidos por meio de FRX.

Tabela 8:Composição química em teores de óxidos do caulim tratado e não tratado termicamente e solo, obtidos por FRX.

Composto	CAU IN (%)	CAU BEN (%)	META 600 (%)	META 650 (%)	META 700 (%)	META 750 (%)	META 800 (%)	Solo (%)
SiO_2	59,918	55,0130	55,4520	54,2870	51,9420	54,1040	53,7780	56,982
Al_2O_3	38,9960	43,3290	44,2200	44,4020	46,8000	44,4300	44,7300	36,985
TiO_2	0,4310	0,5340	0,5040	0,4890	0,4030	0,4930	0,4810	1,807
Fe_2O_3	0,3420	0,7070	0,6700	0,6550	0,5350	0,6730	0,6380	3,895
K_2O	0,2530	0,3310	-	-	0,2490	0,3080	0,2970	0,163
ZrO_2	0,0250	0,0180	0,0170	0,0160	0,0130	0,0210	0,0150	0,117
V_2O_5	0,0170	0,0250	0,0190	0,0170	0,0140	0,0190	0,0180	-
MnO	0,0080	0,0080	0,0070	0,0080	0,0060	0,0060	0,0060	0,006
Ir_2O_3	0,0080	-	-	-	-	-	-	-
Tl_2O_3	-	-	-	0,0030	0,0030	-	0,0030	-
CaO	-	-	0,0500	0,0460	-	-	-	-
ZnO	-	0,0030	0,0230	0,0460	0,0030	-	0,0020	0,004
CuO	-	0,0140	0,0140	0,0130	0,0110	0,0130	0,0130	0,004
Ga_2O_3	-	0,0080	0,0070	0,0070	0,0060	0,0080	0,0070	0,006
Ag_2O	-	-	0,0060	-	0,0050	-	-	-
Cr_2O_3	-	0,0050	0,0050	0,0070	0,0050	0,0050	0,0040	0,021
Rb_2O	-	0,0030	0,0020	0,0020	0,0020	0,0020	0,0020	-
NbO	-	0,0020	0,0020	0,0010	0,0010	0,0020	0,0020	-
Y_2O_3	-	0,0010	0,0010	0,0020	0,0010	0,0020	0,0010	-
Ga_2O_3	-	-	-	-	-	-	-	0,006
SrO	-	-	-	-	-	-	-	0,006
NbO	-	-	-	-	-	-	-	0,004
TOTAL	99,9980	100,0010	100,9990	100,0010	99,9990	100,0860	99,9970	100,00

Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se (Tabela 8) que em todas as amostras apresentam teores elevados de Al_2O_3 e SiO_2, totalizando aproximadamente 98%. Os demais compostos apresentam resultados não representativos com valores inferiores a 1%. A Tabela 8 mostra uma variação no teor de SiO_2 de 59,9% (amostra CAU IN) a 55% (amostra CAU BEN). Já o teor de Al_2O_3 aumentou de 38,9% (CAU IN) para 43,3% (CAU BEN). Essa diferença pode ter ocorrido devido ao peneiramento úmido do caulim em que uma porção de quartzo (SiO_2) ficou retida nas peneiras. Os valores apresentados nesta tabela para as amostras termicamente tratadas estão de acordo com a literatura e estão dentro da variação de percentuais de teores de óxidos de caulim identificada por Ribeiro *et al.* (2017). Soares *et al.* (2022) estudaram argamassa de geopolímero de metacaulinita com resíduos plásticos em substituição à areia. Coletaram o caulim no mesmo local desta pesquisa, obtiveram da análise da composição química da metacaulinita os valores de 51,4% de SiO_2 e 40,6% de Al_2O_3.

Os resultados apresentados neste trabalho para ambos os tipos de composição (Tabela 7 e 8) indicam que as amostras de caulim tratada termicamente podem ser consideradas adequadas para a produção de geopolímeros.

A Tabela 9 apresenta a composição dos elementos químicos Si e Al e a razão molar de Si/Al do caulim tratado e não tratado termicamente com intuito de avaliar o potencial para uso como geopolímero.

Tabela 9: Composição dos elementos químicos de Si e Al do caulim tratado e não tratado termicamente e razão molar de Si/Al.

Elemento químico	CAU BEN	META600	META650	META700	META750	META800
Si	57,74	54,42	53,29	53,28	53,01	53,00
Al	42,20	45,70	46,70	46,71	46,94	46,94
Si/Al	1,37	1,19	1,14	1,14	1,13	1,13

Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados apresentados na Tabela 9 revelam que a relação de Si/Al é maior no caulim não tratado termicamente em comparação com o caulim tratado termicamente que permanece inalterado nas diferentes temperaturas. A temperatura de calcinação de 700 °C, selecionada para produzir a metacaulinita aplicado tijolo geopolímero, resultou em uma razão molar de S/Al de 1,14. Esse valor sugere que a metacaulinita estudada pode ser usada na produção de geopolímero aplicado na fabricação de tijolos, segundo

NERGIS *et al.*, 2018. Estudos anteriores mostram faixas similares: Duxson *et al.* (2005) produziram geopolímero de metacaulinita com razão molar Si/Al entre 1,15 a 2,15, sendo que o melhor desempenho do geopolímero foi com a razão molar de 1,65; Liu *et al.* (2022) indicaram que a razão ótima de Si/Al seria entre 1,5 e 2,5. Dentro deste contexto, a razão molar de Si/Al do geopolímero, produzido presente estudo, foi elevada com adição de silicato de sódio.

O cálculo estequiométrico dos compostos químicos, realizado a partir dos dados de FRX (Tabela 8) permite avaliar os teores de óxidos e a razão molar SiO_2/Al_2O e verificar se está no intervalo $3,3 \leq SiO_2/Al_2O_3 \leq 4,5$, recomendado por Davidovits *et al.* (1994). Caso contrário, procede-se ajustes da composição. Neste estudo, a razão molar inicial de SiO_2/Al_2O_3 foi 1,76. Com intuito de aumentar a razão molar, adicionou-se Na_2SiO_3 nas proporções dos materiais da Tabela 4, a razão molar passou para 2,51. Apesar razão molar menor, a resistência mecânica do geopolímero apresenta bom desempenho, conforme discutido na seção 5.1.9.

A razão molar Na_2O/Al_2O_3 foi 1,05, valor que está no intervalo $0,8 \leq Na_2O/Al_2O_3 \leq 1,6$ (DAVIDOVITS *et al.*, 1994) Segundo Rowles & O'connor (2003) a razão molar Na_2O/Al_2O_3 influencia na resistência à compressão. Estudos mais recentes como de Meng *et al.* (2021) mostram que a razão molar N/A igual 1,00 ocasiona aumento na resistência à flexão de 17% e a resistência à compressão diminuiu 6,5% em comparação com a razão molar N/A igual 0,95.

A razão molar de H_2O/Na_2O na pasta de geopolímero foi 10,03, isto é, dentro dos limites proposto por Davidovits *et al.* (1994), $10 \leq H_2O/Na_2O \leq 25$. Esta razão molar influencia tanto na velocidade de reação de geopolimerização quanto nas propriedades mecânicas do geopolímero (OLIVEIRA, 2025).

O solo, por sua vez, é o maior constituinte da matriz do tijolo, aproximadamente 85%, sendo, portanto, um material importante para o tijolo de geopolímero. A Tabela 8, também obtida a partir das análises de FRX, permite observar teores elevados de SiO_2 e Al_2O_3 com percentuais de 56,98% e 36,98%, totalizando 93,97%, caracterizando um material aluminossilicato, corroborando os resultados de DRX da Figura 25 (que será mostrada a seguir), em que se identificou a caulinita como uma das principais fases.

Percebe-se que a somatória de SiO_2, Al_2O_3 e Fe_2O_3 do solo (Tabela 8) é superior a 97,86%, o que indica que essas amostras são materiais pozolânicos, conforme o estabelecido pela NBR 12653:2014. Além disso, a Tabela 8 mostra que os demais óxidos

têm percentuais menores que 2%, exceto Fe_2O_3 com o percentual de 3.895%, mas esse percentual não interfere na atuação do geopolímero como aglutinante. Najar *et al.* (2021) pesquisaram o uso do solo laterita da indústria de alumínio, juntamente com cinzas volantes, cinzas de casca de arroz e escória de alto-forno, como precursores do tijolo de geopolímero. A laterita estudada continha alto teor de Fe_2O_3 (25,40%). Segundo os autores, não há interação química direta do ativador alcalino e Fe dos minerais na formação do geopolímero. Os estudos de Kaze *et al.* (2018) sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas de compósitos de geopolímeros à base de Fe_2O_3(FeO)-Al_2O_3-SiO_2 corroboram o desempenho positivo do alto teor de Fe_2O_3 nos produtos geopoliméricos. Os autores produziram pastas geopoliméricas com lateritas rica em Fe_2O_3, em torno de 37%, e casca de arroz calcinado, como resultado, obtiveram resistência à flexão de 30 e 40 MPa.

Observa-se ainda na Tabela 8 que o caulim tratado e não tratado termicamente e solo apresentam teores elevados de SiO_2 e Al_2O_3. Isso pode beneficiar o desempenho do tijolo geopolímero, por apresentarem compatibilidade.

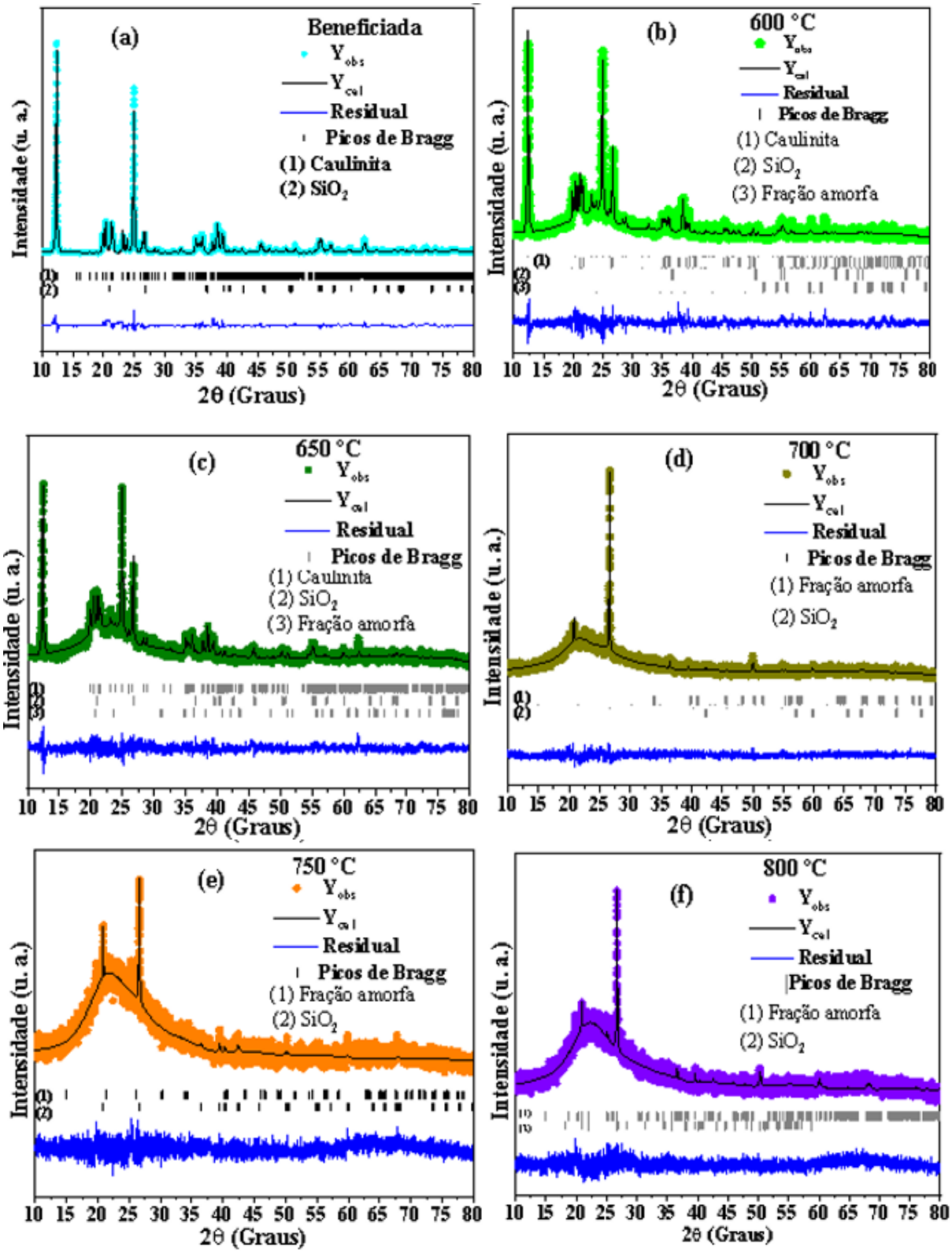
5.1.3 Análise de composição estrutural e química

A Figura 24 apresenta os difratogramas de Raios X para todas as amostras listadas na Tabela 3. O difratograma da Figura 24 (a) mostra estruturas cristalinas do caulim beneficiado com uma fase caulinita predominante e quartzo como uma fase secundária. A fase caulinita tem picos de DRX mais intensos em 2θ = 12,39 ° e 24,90 ° e a fase quartzo em 2θ = 26,64 ° (KHAN *et al.*, 2017). Esses ângulos são compatíveis com os do banco de dados *Inorganic Crystal Structure Database* ICSD (#080082) e com os identificados nos estudos sobre caulim da região amazônica desenvolvidos por Couceiro e Santana (1999).

As Figura 24 (b) e Figura 24 (c) mostram o difratograma de Raios X do caulim tratado a 600 °C e 650 °C, respectivamente. Os picos da fase caulinita são observados em 2θ = 12,39 ° e 24,90 ° e picos da fase quartzo em 2 θ =20,88 ° e mais evidentes em 2 θ =26,67 °. Além disso, nota-se o aparecimento de uma banda amorfa entre 2 θ = 20 ° a 35° e diminuição da intensidade dos picos de caulinita (cerca de 15%). Isso pode ter ocorrido devido à remoção de hidroxilas da caulinita à medida que a temperatura aumenta. Isso é

confirmado na Tabela 10, em que pode ser observado que a fração amorfa aumenta nas temperaturas de 600 °C e 650 °C, respectivamente, 23,11% e 28,43%.

Figura 24:Difratogramas de Raios X: a) Caulim beneficiado (CAN BEN); b) META600; c) META650; d) META700; e) META750; f) META 800.



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 10**:** Quantificação de fase do caulim tratado termicamente e não tratado.

Fração (%)						
	CAU BEN	META 600	META 650	META 700	META 750	META 800
Amorfo	0	23,11	28,43	91,62	92,05	93,93
Cristalino	100	76,89	71,57	8,38	7,95	6,07
Total (%)	100	100	100	100	100	100
Composição (%)*	**Amostras**					
	CAU BEN	META 600	META 650	META 700	META 750	META 800
Caulinita (%)	99,07	97,51	95,62	0	0	0
Quartzo (%)	0,93	2,48	4,37	100	100	100
Caulinita + quartzo (%)	100	100	100	100	100	100

Legenda: * = porcentagem de cada fase cristalina na composição.

Fonte: Elaborado pela autora.

As Figura 24 (d), Figura 24 (e) e Figura 24 (f) mostram difratogramas de caulim calcinado a 700 °C, 750 °C e 800 °C, respectivamente. Nota-se o desaparecimento dos picos da fase caulinita em 2θ = 12,39 ° e 2θ = 24,90 °, o que significa que ocorreu a desidroxilação da estrutura cristalina caulinita devido ao aumento da temperatura, evidenciada pela análise do método de refinamento de Rietveld, na qual o percentual de caulinita é zero e as porcentagens de fração amorfa são 91,62%, 92,05% e 93,93% a 700 °C, 750 °C e 800 °C, respectivamente.

O método de refinamento Rietveld consiste em um refinamento matemático obtido a partir de informações cristalográficas e usado para calcular o padrão de difração teórico que pode ser comparado com o padrão de difração da amostra experimental (observado) (RIETVELD, 1969). A qualidade do refinamento foi verificada por fatores R, em que o qui-quadrado (χ^2) deveria ser menor que 2, assim como a linha residual (Y_{obs}– Y_{cal}) no gráfico de refinamento de Rietveld (YOUNG, 1995).

Os difratogramas apresentados na Figura 24 também mostram o refinamento de Rietveld, onde Y_{obs} é o padrão de difração observado (amostras), Y_{cal} está relacionado ao padrão de difração calculado. O S_y obtido com os refinamentos realizados é de 1,48

(média) com variação inferior a 5% para todas as amostras. O qui-quadrado esperado está na faixa de 1 a 2, o que significa que os valores obtidos são confiáveis e reprodutíveis.

Os difratogramas apresentados na Figura 24 também mostram a linha residual. Se o pico estiver acima do eixo horizontal, significa que o pico calculado é menor que o observado. Quando o pico está abaixo da horizontal significa que o pico calculado é maior que o observado. Quando não há diferença, significa que a linha teórica do padrão de difração se sobrepõe ao padrão de difração observado e é um refinamento perfeito.

A Tabela 10 permite observar que o tratamento térmico se torna eficaz à medida que a temperatura aumenta, levando a uma maior porcentagem de conteúdo amorfo. A temperatura de 800 °C, por 1 h de tratamento térmico, produziu a maior fração amorfa com 93,93%, embora pareça aproximar-se da saturação em torno de 750 ^{o}C. Assim, a maior temperatura de tratamento produziu a metacaulinita mais reativa, já que toda a caulinita cristalina se tornou amorfa. Como pode ser visto e na Tabela 10, não há caulinita cristalina residual. Este resultado sugere que o caulim estudado é indicado para ser utilizado como matéria-prima de geopolímero. Argilas totalmente desidroxiladas apresentam dissolução em meio alcalino muito maior do que argilas brutas devido ao maior potencial de reação das fases amorfas (SEIFFARTH *et al.,* 2013).

Conforme esperado, a variação na quantidade de quartzo é observada com o aumento da temperatura de tratamento térmico, consequência da diminuição do grau de cristalinidade da caulinita. Portanto, o aumento da temperatura provoca a decomposição da caulinita em Al_2O_3 e SiO_2, e, consequentemente, aumento de SiO_2 amorfo.

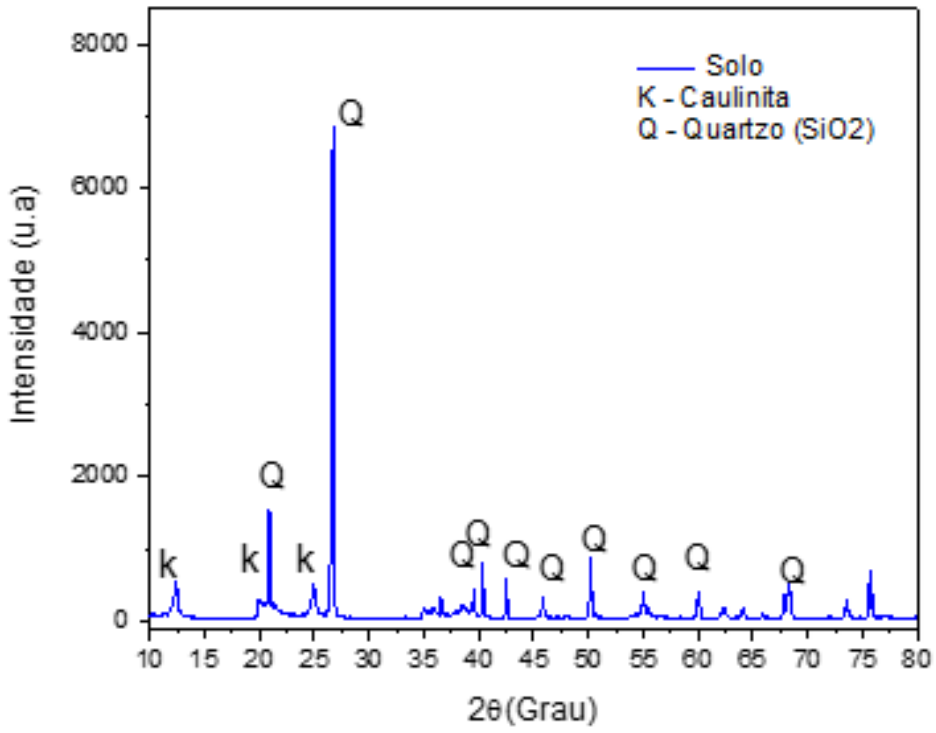
Observa-se também que o peneiramento foi suficiente para retirar a maior parte das impurezas, pois observa-se que o percentual de quartzo (SiO_2) foi de 0,93% na amostra CAU BEN, resultando em caulim puro. Khalifa *et al.* (2019) identificaram que argilas com alto teor de caulinita apresentaram maior reatividade quando comparadas a outros tipos de argilas minerais estudadas.

Levando em consideração economia de energia, a temperatura de 700 °C seria a melhor opção para tratamento térmico, visando a produção de geopolímero, pois a metacaulinita produzida a 700 °C produz apenas 2,31% menos de fração amorfa quando comparada à produzida a 800 °C.

A Figura 25 apresenta o difratograma de Raio X do solo. Foram identificadas como principais fases quartzo (ICSD 040009) e caulinita (ICSD 031135), tendo quartzo com a

fase predominante. Isso corrobora o resultado do FRX (Tabela 8), que indicou elevado teor de SiO_2 proveniente tanto do quartzo quanto da caulinita.

Figura 25: Difratograma de Raio X do solo.



Fonte: Elaborado pela autora.

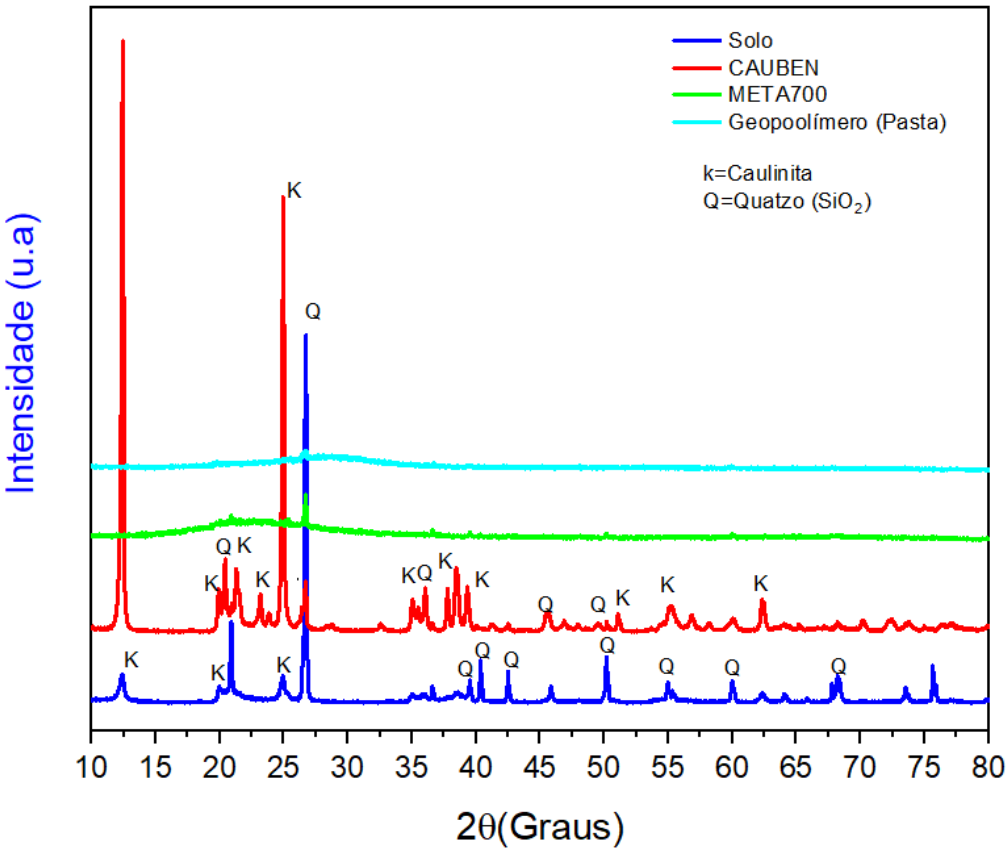
Na Figura 25, observa-se que os picos de maior intensidade ocorrem em 2θ=26,73° e 20,91°, e são pertencentes a fase quartzo (ICSD 040009) e um pico de menor intensidade em 2θ =12,41° pertencente a fase caulinita (ICSD 031135).

A Figura 26 apresenta o difratograma de Raio-X das amostras de tijolo de geopolímero com e sem MPS, pasta de geopolímero, CAU BEN, META700 e solo, graficados com a mesma escala de intensidade.

Observa-se, nos difratogramas de Raio-X da Figura 26, a predominância das fases caulinita e quartzo na maioria das amostras, exceto a metacaulinita e o geopolímero que são amorfos. O difratograma de Raio-X da amostra de pasta de geopolímero apresenta banda amorfa no intervalo de 2θ = 20°- 35°, indicando que o produto da geopolimerização, gel de hidrato de aluminossilicato de sódio (N-A-S-H), existe na forma amorfa (HAN *et al.*, 2023; ROZEK *et al.*, 2019). Além disso, o difratograma de Raio-X evidencia a presença pico de quartzo que não reagiu em 2θ = 26,67 °. Não são observados picos de zeólitas, que são tectoaluminossilicatos cristalinos e hidratados,

constituída de sílica e alumina. A formação de zeólita pode ocorrer em reação concomitante à geopolimerização, formando compósito de geopolímero-zeólita.

Figura 26: Difratograma do solo, CAU BEN, META700, geopolímero em pasta.



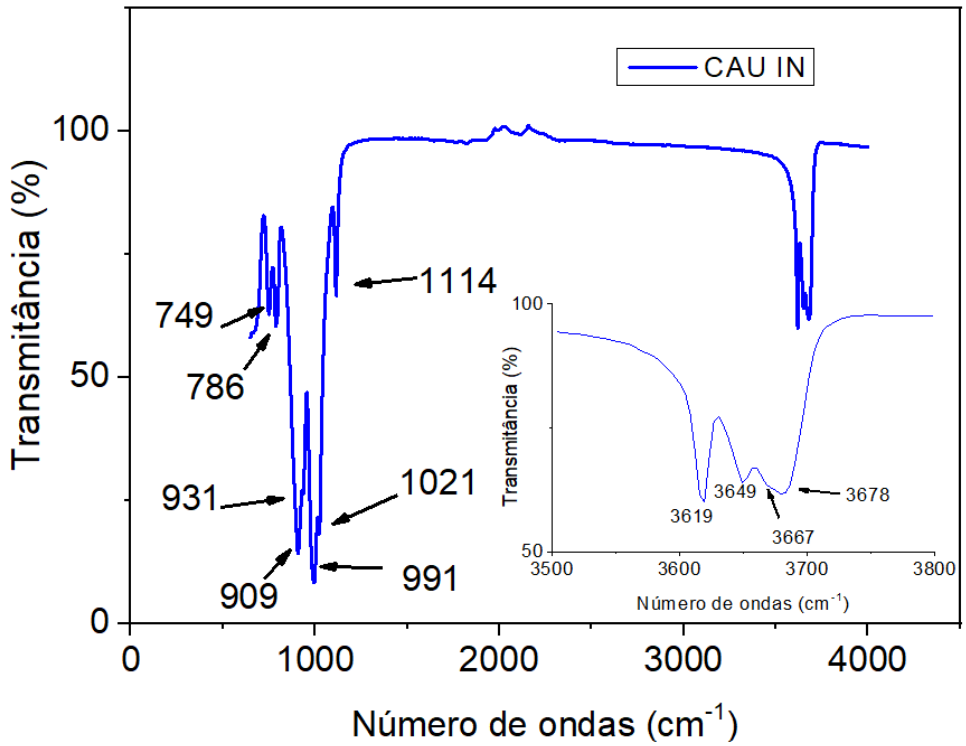
Fonte: Elaborado pela autora

Vale ressaltar que o difratograma da amostra META700 (Figura 24d) apresenta pico em 2θ = 26,64 °. No entanto, alguns picos não são claramente visíveis no difratograma da Figura 26 devido provavelmente ao número de curvas juntas, havendo sobreposição em alguns casos, e variação da intensidade no gráfico.

5.1.4 Análise Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

Os espectros de FTIR do caulim *in natura* (CAU IN).são mostrados na Figura 27.

Figura 27: Espectros de FTIR Caulim *in natura.*



Fonte: Elaborado pela autora.

Os dados para caulim *in natura* mostram bandas (Figura 27) em 3678, 3667, 3649 e 3619 cm^{-1} que estão em concordância com os dados de Macêdo Neto *et al.* (2014), que coletaram caulim no mesmo local e identificaram bandas em 3700, 3683, 3673 e 3622 cm^{-1} . As bandas em 3699 cm^{-1} e 3620 cm^{-1} são características de deformações axiais das vibrações do grupo hidroxila (FROST *et al.*, 2000). A caulinita é caracterizada por bandas de estiramento O-H em 3696, 3669, 3654 e 3621 cm^{-1} (LI *et al.*, 2017).

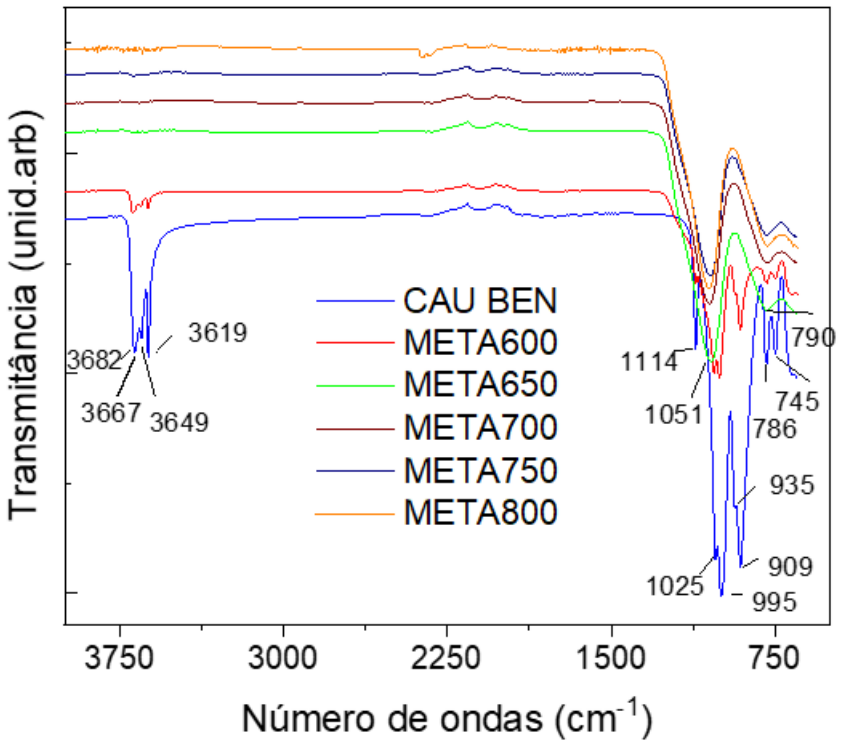
As bandas em 3678 e 3649 cm^{-1} são atribuídas ao estiramento dos grupos OH localizados na superfície interna da caulinita (CHENG *et al.*, 2010). As bandas em 3619 cm^{-1} são atribuídas à vibração da ligação de estiramento do grupo OH interno na estrutura da caulinita, no plano entre as folhas tetraédricas e octaédricas (FRANCO *et al.*, 2004).

No espectro de infravermelho entre 1250 e 650 cm^{-1}, podem ser observadas bandas de Si-O a partir da folha tetraédrica (LI *et al.*, 2017). A vibração em 1114 cm^{-1} é o resultado da vibração da ligação Si-O apical (LORENTZ *et al.*, 2018). Os espectros de infravermelho mostram também uma banda em 1021 cm^{-1} relacionada à vibração de estiramento simétrica em Si-O-Si (BELMOKHTAR *et al.*, 2018). A banda em 991 cm^{-1} é atribuída à vibração de deformação axial da ligação Si-O (ADENIYI *et al.*, 2022).

A banda em 931 cm^{-1} está relacionada à deformação da hidroxila na superfície interna (FROST *et al.*, 2001). Em relação à banda de 909 cm^{-1}, segundo Tchakouté *et al.* (2020), o sinal em 908 cm^{-1} origina-se de uma banda de deformação angular OH do Al-OH, na folha octaédrica ligada a ligações OH. A banda em 786 cm^{-1} pode ser atribuída à presença de frações grosseiras do argilomineral caulim, sugerindo a presença de quartzo. A banda em 786 cm^{-1} vem da vibração da banda de alongamento e flexão do Si-O-Si (VIZCAYNO *et al.*, 2010). A banda em 749 cm^{-1} pode ser atribuída à deformação da ligação Si-O (TCHAKOUTÉ *et al.*, 2020).

Os espectros de FTIR do caulim beneficiado e demais amostras tratadas termicamente, listadas na Tabela 3, são apresentados na Figura 28.

Figura 28**:** Espectros de FTIR de caulim beneficiado, META600, META650, META700, META750 e META800.



Fonte: Elaborado pela autora.

Na Figura 28, o caulim beneficiado (CAU BEN) pode ser observado a mesma intensidade e a mesma banda do caulim *in natura*. Ao analisar o impacto do aumento de temperatura por FTIR, mudanças nas bandas podem ser vistas. Por exemplo, considerando os espectros FTIR da amostra META600, há uma diminuição da intensidade nas bandas 3678, 3667, 3649 e 3619 cm^{-1}, bandas características da caulinita,

sugerindo o início do processo de decomposição da hidroxila. Isto está de acordo com a observação do difratograma da amostra META600 (Figura 24 b), o que significa que, apesar das bandas menores de caulinita, elas ainda podem ser observadas. Esse início da desidroxilação possivelmente pode ser confirmado por meio das curvas de TG/DTG (Figura 22) que indica o início da desidroxilação a 480 ºC. O efeito do tratamento térmico na temperatura de 600 °C também é observado pela redução de intensidade das bandas em 1114, 1028, 1002, 931, 909, 793, 756 cm^{-1}, confirmando a transformação de caulinita em metacaulinita.

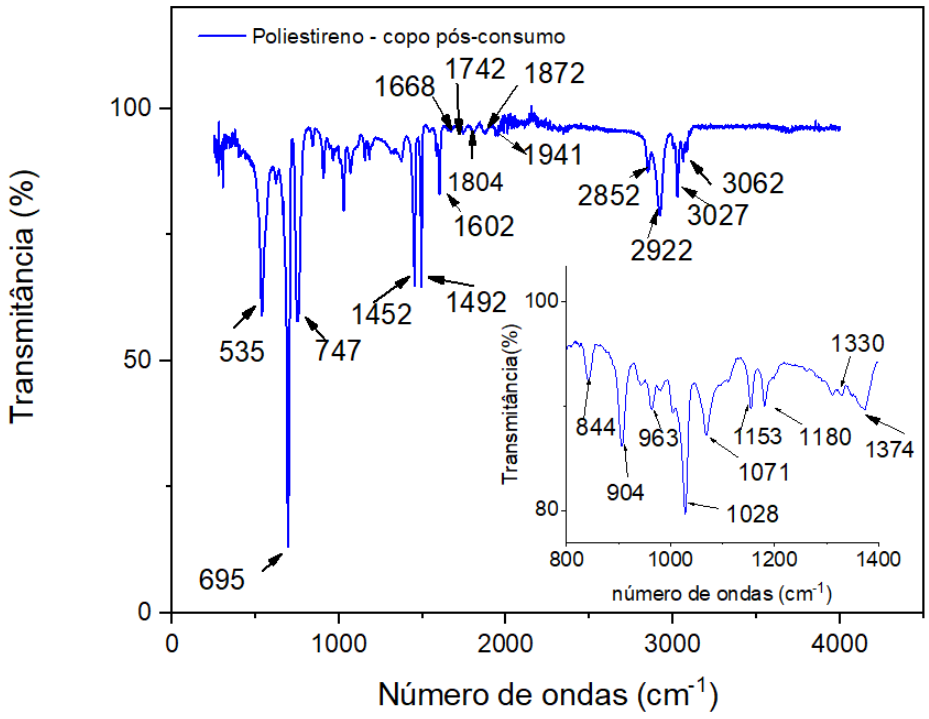
O impacto do aumento da temperatura no caulim pode ser claramente observado pelas outras curvas, mostradas na Figura 28, referentes às amostras META650, META700, META750 e META800 em que as vibrações das ligações OH em 3678, 3667, 3649 e 3619 cm^{-1} praticamente desaparecem, ou seja, os grupos hidroxilas da superfície são removidos com tratamento térmico em temperatura mais alta, levando à transformação em uma estrutura amorfa. Este resultado corrobora os difratogramas das Figura 24 (d), Figura 24 (e) e Figura 24 (f). No FTIR da amostra META650, a vibração da banda OH não foi observada nas posições 3678, 3667, 3649 e 3619 cm^{-1} , o que pode significar perda de grupos hidroxila, levando a estrutura a tornar-se amorfa. No entanto, o difratograma do META650 (Figura 24c) ainda apresenta banda de caulinita e a quantidade da estrutura cristalina da caulinita (Tabela 10) é de cerca de 71,57 % o que pode significar uma pequena divergência entre as análises. Isso pode estar relacionado à análise FTIR que é qualitativa e determina traços dos elementos ou ligações químicas. Então, provavelmente a pequena quantidade de caulinita não foi identificada pelo FTIR da amostra tratada a 650 ºC. Observando os dados do TG, verifica-se que a perda de massa ocorre significativamente de 480 ºC para cerca de 620 ºC, devido ao processo de desidroxilação, porém o valor mínimo para a perda massa ocorre em torno de 700 ºC, justificando os dados de DRX.

As bandas referentes à amostra de caulim *in natura*, localizadas em 1114, 1021 e 991 cm^{-1} , que correspondem ao grupo Si-O-Si, desapareceram por efeito do aumento da temperatura de tratamento térmico. Todos eles foram reunidos como uma grande banda em 1051 cm^{-1} devido à formação de sílica amorfa na estrutura (ELGUBBI *et al.,* 2021). Observa-se que o desaparecimento das bandas em 991, 931, 909 e 749 cm^{-1}, pertencentes às bandas relacionadas ao grupo OH, confirma a remoção dos grupos hidroxila e a consolidação da estrutura amorfa. Nas amostras tratadas nas temperaturas 650 °C, 700

°C, 750 °C e 800 °C, é evidente uma banda larga em 790 cm^{-1}, resultado da vibração Si-O-Si, relacionada ao alongamento e flexão. Isso pode indicar que a sílica tetraédrica permanece inalterada (ELGUBBI *et al.*, 2021), corroborando os resultados de DRX. Na temperatura de 800 °C, observa-se uma banda em 2359 cm^{-1}, que pode estar relacionada às vibrações de bandas de absorção características da caulinita (RAJI *et al.*, 2021).

A Figura 29 apresenta o espectro FTIR do copo de poliestireno pós-consumo, caracterizado pelas bandas de absorção entre 3400 e 300 cm^{-1}.

Figura 29: Espectros de FTIR do copo de poliestireno pós-uso.



Fonte: Elaborado pela autora.

As bandas em 3062, 3027, 2922 e 2852 cm^{-1} (Figura 29) são referentes à vibração do estiramento de C-H e o anel aromático (Bz-C-H) (JABER *et al.*, 2021; OLMOS *et al.*,2014). As presenças das bandas centradas em 1602, 1493, 1452 cm^{-1} são indicativos da estrutura de benzeno (CHEN *et al.*, 2021). Olmos *et al.* (2014) afirmam que a banda em 1602 cm^{-1} é atribuída a vibração tipo pulsação no plano do anel na faixa de C=C. Além disso, as bandas em 1493 e 1452 cm^{-1} podem ser devido a vibração de estiramento de C-C no anel aromático. Entretanto, a banda em 1452 cm^{-1} pode ser também proveniente da vibração do tipo pulsação do anel de benzeno ou da vibração de deformação de $–CH_2$.

A banda em 1071 cm^{-1} é referente à flexão no plano fenil (OLMOS *et al*.,2014) . O sinal em 1028 cm^{-1} é devido à vibração de estiramento da ligação C-H (BAG *et al*., 2021; JABER *et al*., 2021). As bandas de absorção de 747 e 695 cm^{-1} são correspondentes a vibração de flexão de C-H, características de substituição anel aromático (OLMOS *et al*., 2014), sendo bandas intensas do espectro.

Para efeito de comparação com poliestireno padrão, a Tabela 11 apresenta os números de ondas e intensidade do poliestireno padrão, segundo Canevarolo (2002).

Tabela 11 Número de onda e intensidade para algumas absorções características do poliestireno

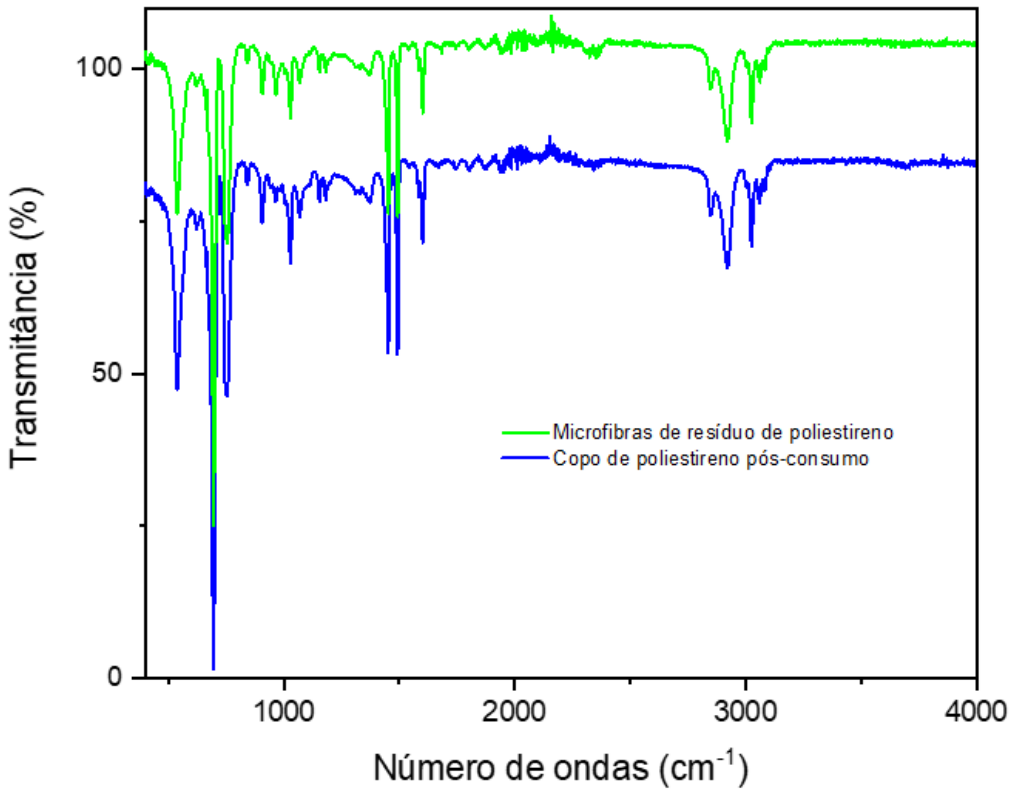
Número de onda (cm^{-1})	Intensidade	Número de onda (cm^{-1})	Intensidade
3027,1	9	1332	5
2924	10	1282	3
2850,7	7	1181,4	4
1944	3	1154,3	4
1871	3	1069,1	6
1801,6	3	1028	8
1601,4	9	906,7	3
1583,1	5	842,2	3
1495	10	752	10
1454	10	698,9	10
1353	5		

Fonte: Adaptada de CANEVAROLO (2002).

Ao se comparar valores de número de onda da Tabela 11 com as bandas do espectro FTIR da Figura 29, observa-se que as bandas em 3062,1742, 1668, 1374 e 963 cm^{-1} não constam na Tabela 11 e a banda em 1282 cm-^{1} não consta no espectro da amostra do copo de PS na Figura 29. Vale ressaltar que essas bandas citadas são de baixa intensidade na classificação do autor. Além disso, destaca-se a diferença entre as intensidades das bandas, enquanto as bandas em 3027 e 2924 cm^{-1} no espectro da amostra (Figura 29) são bandas com intensidade média, na Tabela 11 são de grande intensidade. Essas diferenças listadas podem estar relacionadas à adição de aditivos e cargas do copo, além do processo de fabricação do copo de poliestireno (MAT-SHAYUTI *et al.*, 2021). Em geral, todas as bandas da Tabela 11 e do espectro de FTIR (Figura 29) são similares, de onde se pode inferir que efetivamente a amostra analisada é de poliestireno.

A Figura 30 apresenta espectros de FTIR das microfibras de resíduos PS e copo de PS pós-consumo.

Figura 30: Espectros de FTIR do copo de poliestireno e microfibra de resíduos de PS.

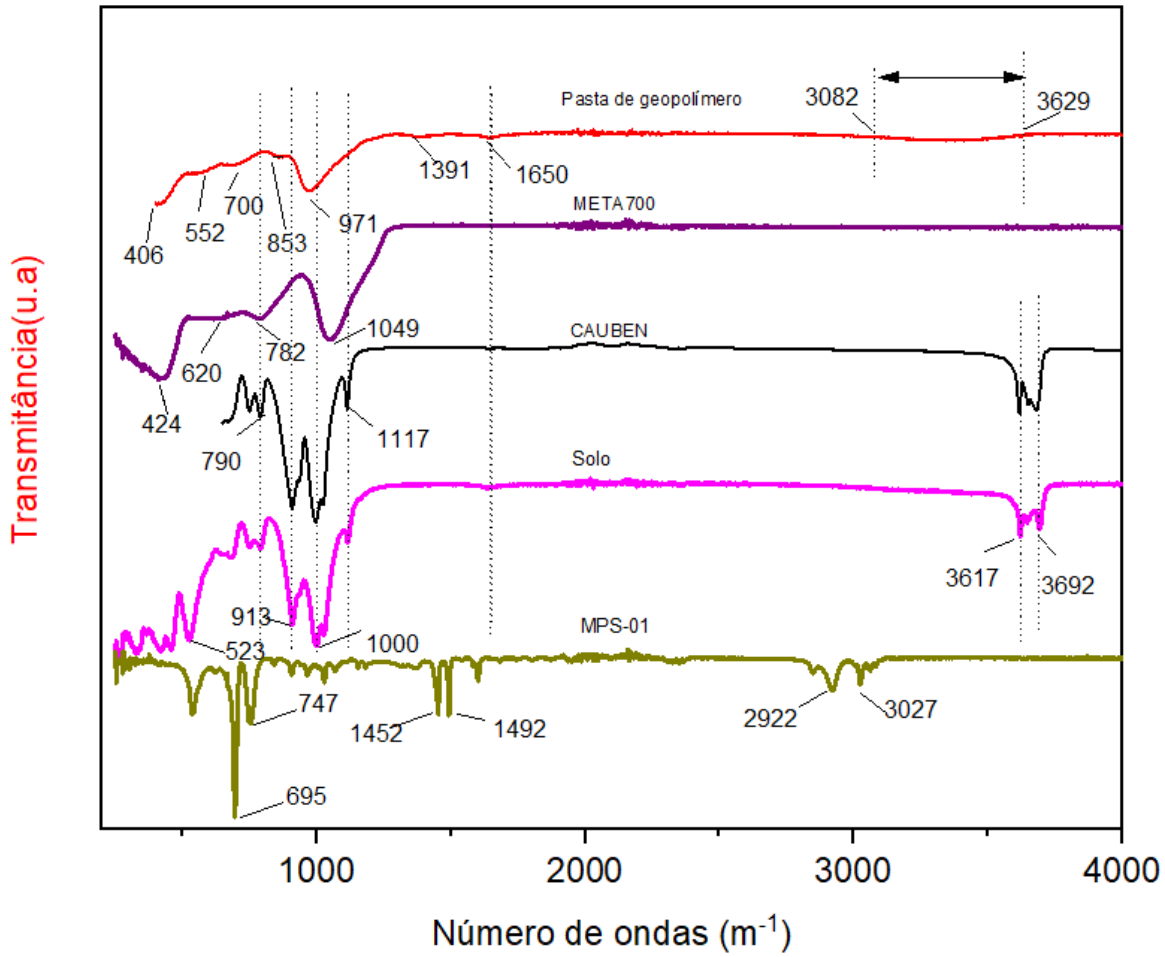


Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se na Figura 30 que não há diferenças significativas entre os espectros de FTIR da microfibra e espectros do copo de poliestireno. Percebe-se que não ocorreu nenhum deslocamento significativo das bandas. Possivelmente não ocorreu nenhuma alteração na estrutura química do poliestireno, seja na forma original de copo ou microfibra. Provavelmente deve ter ocorrido a completa evaporação do solvente no processo de eletrofiação.

A Figura 31 mostra os espectros de FTIR da microfibra de PS, solo, META700, CAU BEN e pasta de geopolímero, que foram graficados em conjunto para efeito de comparação. Ressalta-se que os dados de FTIR das amostras CAU BEN, META 700 e microfibra de PS já foram discutidos anteriormente.

Figura 31: Espectros de FTIR da microfibra de PS, solo, META700 e CAU BEN.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os espectros de FTIR do solo (Figura 31) apresentam bandas em 3692, 3649 a 3624 cm^{-1}, atribuída às vibrações de deformação axiais O-H características da caulinita (Li *et al.*, 2017; FROST *et al.*, 2000; KABLAN *et al.*, 2025). A banda em 1117cm^{-1} é atribuída à vibração do estiramento de ligações Si-O (LORENTZ *et al.*, 2018, KABLAN *et al.*, 2025), enquanto a banda de 911 cm^{-1} está associada à deformação angular OH do Al-OH, (TCHAKOUTÉ *et al.*, 2020). Esses resultados de FTIR do solo corroboram o difratograma (Figura 25) e análise de FRX (Tabela 8).

Observa-se que os espectros de infravermelho do solo e do caulim são semelhantes, o que é compatível com a presença de caulinita e quartzo, conforme as curvas de DRX (Figura 24 e 25). Embora a metacaulinita (caulim calcinado), apresente bandas reduzidas e ausentes devido ao tratamento térmico, mantem a mesma composição química do caulim. Isso favorece a produção do tijolo de geopolímero, uma vez que o solo e a

metacaulinita (parte seca da mistura) são compatíveis por apresentarem elevada energia de superfície (MAO *et al.*, 2022).

A Figura 31 apresenta também os espectros de infravermelho da metacaulinita e da pasta geopolimérica. Observa-se que a banda em 1049 cm^{-1} (metacaulinita) referente à vibração de estiramento assimétrico de Si-O-T (T= Si ou Al), desloca-se para números de onda menor no FTIR da pasta do geopolímero (JUENGSUWATTANANON *et al.*,2019), evidenciando a participação da sílica e do alumínio da metacaulinita no processo de geopolimerização, os quais reagem com os silicatos alcalinos, formando géis de hidrato de aluminossilicato de sódio (N–S–A–H) (AOUAN *et al.*, 2023).

Observa-se que a banda 782 cm^{-1}, presente na metacaulinita, desaparece no FTIR do geopolímero, o que pode ser atribuído a dissolução de Si e Al do precursor durante a ativação alcalina (JUENGSUWATTANANON *et al.*, 2019). O espectro de infravermelho do geopolímero mostra a banda em 1650 cm^{-1} atribuída à adsorção de água e à vibração da ligação O-H (GOPALAKRISHNA *et al.*, 2025; GAO *et al.*, 2014; LI *et al.*, 2022). A faixa entre 3029 e 3082 cm^{-1} está relacionado ao alongamento grupo O-H, refletindo a presença de água nas argamassas (OLIVEIRA, 2025).

A banda em 1391 cm^{-1} corresponde a vibração de estiramento da ligação C-O de carbonatos de sódio (GOPALAKRISHNA *et al.*, 2025; GAO *et al.*, 2014), indicando a reação do hidróxido de sódio e dióxido de carbono, formando o fenômeno eflorescência (Na_2CO_3) resultante ao excesso de álcalis (RACANELLI, 2022).

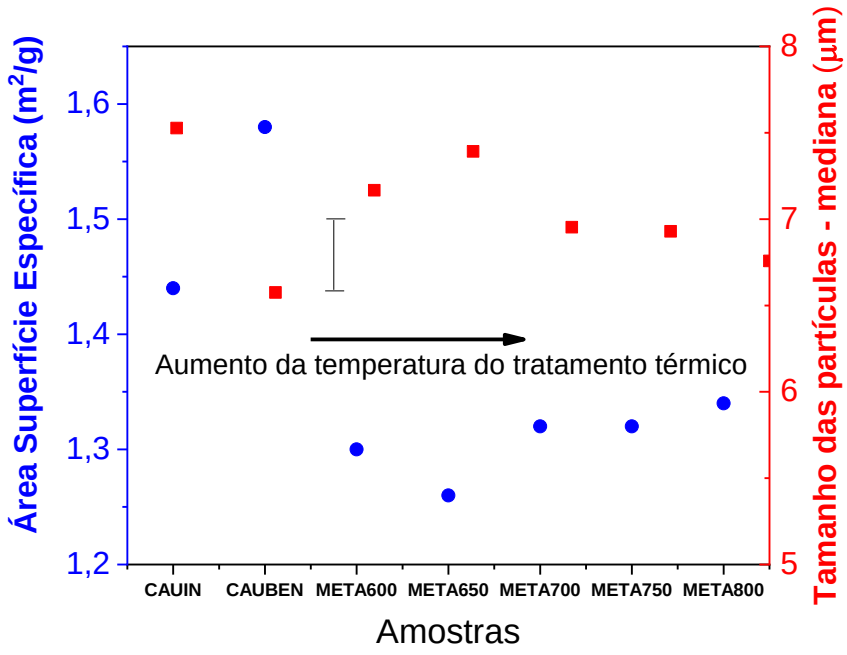
A região entre 1300 e 900 cm^{-1} sugere vibrações de estiramento em Si-O-T (T=Si ou Al) (GAO *et al.*, 2014; RACANELLI, 2022). Segundo Gao *et al* (2014), esta ligação é comumente usada para determinar o grau de geopolimerização. A banda em 853 cm^{-1} é correspondente a vibração Al-O (RACANELLI, 2022), e a banda em 700cm^{-1} foi detectada e associada ao estiramento simétrico de Si-O-Si na estrutura do geopolímero (JUENGSUWATTANANON *et al.*,2019). A banda 552 cm^{-1} corresponde às vibrações Al-O-T (GAO *et al.*, 2014).

Por fim, o espectro de FTIR das microfibras, também graficado na Figura 31, mostra bandas distintas do solo, CAU BEN, META700 e pasta de geopolímero, condizente com as características do poliestireno, composto essencialmente de hidrogênio e carbono, como anteriormente discutidos. O poliestireno apresenta baixa energia de superfície comparação com solo e a metacaulinita, o que pode limitar a adesão entre matriz e microfibras de PS.

5.1.5 Análise da área de superfície

A Figura 32 apresenta a área de superfície específica no eixo esquerdo (azul) e o tamanho de partículas - mediana no eixo direito (vermelho) para diferentes amostras de caulim e metacaulinita tratada termicamente em diferentes temperaturas. Com relação à área superficial específica, realizada pelo laboratório LAMIN, observa-se que, embora não tenha ocorrido grande aumento da área superficial do caulim conforme o aumento da temperatura, nota-se um pequeno aumento do caulim *in natura* em relação ao caulim beneficiado, o que pode estar relacionado ao peneiramento úmido.

Figura 32:Área de superfície específica (azul-esquerdo) e tamanho das partículas mediana (vermelho-direito) para diferentes amostras.



Fonte: Elaborado pela autora.

Entre as amostras mantidas em temperatura ambiente e a tratada em 650 °C há uma diminuição no valor da área superficial da metacaulinita, provavelmente devido ao início das perdas de hidroxila, apontadas nos dados de DRX (Figura 24) e análise térmica (TG/DTG). As bandas relacionadas às caulinitas identificadas nos dados FTIR (Figura 28) desaparecem na temperatura de 650 °C. Entre 700 °C e 800 °C, a área superficial específica apresenta um pequeno aumento, o que pode estar relacionado ao desaparecimento dos picos de DRX da caulinita e ao aumento do teor amorfo conforme

indicado na Figura 24. Este pequeno aumento da área específica com o aumento da temperatura está de acordo com o trabalho de Fabbri *et al.* (2013) para caulim com granulometria grosseira, que apresentou a área superficial específica de 5,1 m^2 /g a 500 °C e 5,5 m^2/g a 750 °C. Além disso, outros tipos de caulins investigados no mesmo trabalho, atingiram uma superfície específica área de 23 m^2 /g.

Observa-se, que apesar desse pequeno aumento na área específica com o aumento da temperatura, o valor da área superficial das metacaulinitas pesquisadas ainda é pequeno quando comparado a outros trabalhos. Especificamente, o trabalho de Azevedo (2017) utilizou caulim do mesmo local onde foi coletado para o presente trabalho, e, nesse caso, o caulim foi processado em moinho de bolas por 2 horas, calcinado a 750 °C por 3 horas, obtendo-se uma área superficial específica de 3,755 m^2/g. Neste trabalho, os valores estão mais próximos dos valores reportados na Figura 32.

A evolução do tamanho das partículas que tem mediana, $D(0,5)_{média}$ = 7,04 ±0,4µm, de grão de caulim tratado e não tratado termicamente (Figura 32) leva a um comportamento inverso da área superficial específica, uma vez que o grão diminui para as amostras termicamente tratadas, como esperado. Azevedo (2017) obteve tamanho médio de 5,615 µm. Vale ressaltar que a atividade pozolânica está relacionada com o tamanho da partícula (FABBRI *et al.,* 2013).

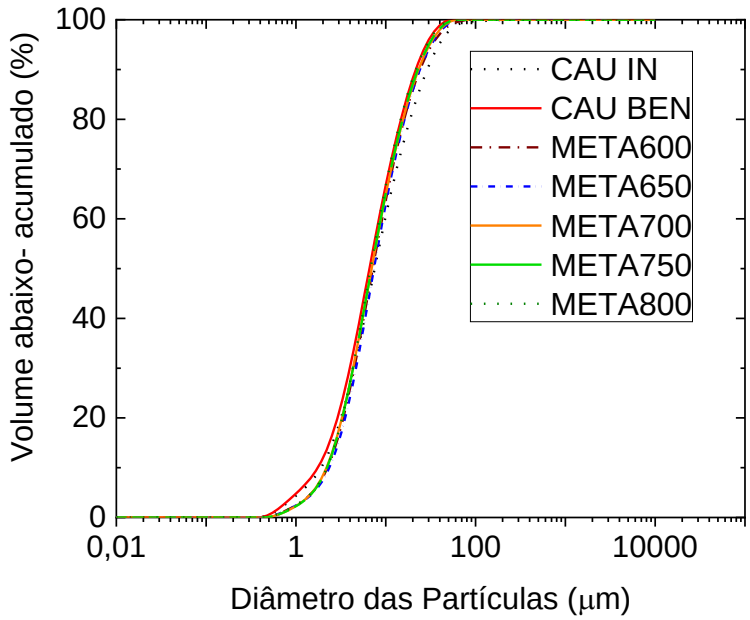
A faixa média esperada de tamanho de partícula de metacaulinita é de 1,2 a 38 µm e a área superficial específica é de 2,16 a 22 m^2/g (RIBEIRO *et al.,* 2017). Outra publicação indica que a área de superfície específica varia de 9,6 a 45,7 m^2/g para metacaulinita (KAMSEU *et al.,* 2021). Portanto, pode-se inferir que o peneiramento não impacta a área superficial específica. O caulim *in natura* tem uma área superficial específica relativamente pequena (1,44 m^2/g, Figura 32) e o tratamento térmico nas temperaturas propostas e tempo de calcinação na mufla provavelmente não conseguiram aumentar a área superficial específica (média 1,35 ±0,03 m^2/g).

No estudo de Azevedo *et al.* (2019) observou-se que a redução do tamanho das partículas está relacionada ao aumento na taxa de dissolução de compostos amorfos pela solução ativadora alcalina. Dessa forma, para aplicar a metacaulinita produzida no geopolímero, deve-se realizar um aumento do tempo de retenção dentro do forno ou moagem mecânica.

5.1.6 Análise Granulométrica

A Figura 33 mostra as curvas granulométricas do volume acumulado de caulim tratado ou não tratado termicamente, com dados obtidos por granulometria a laser. (maiores detalhes na seção de caracterização, seção 4.3). Os diâmetros de partículas apresentam valores semelhantes, sendo que as amostras de caulim sem tratamento térmico (CAU IN e CAU BEN) apresentam valores menores do diâmetro de partícula quando comparados às metacaulinitas. A curva granulométrica mostra que os diâmetros das partículas tratadas e não tratadas termicamente variaram, aproximadamente, entre 6 e 7 µm.

Figura 33:. Curvas granulométricas de caulim tratado e não tratado termicamente.

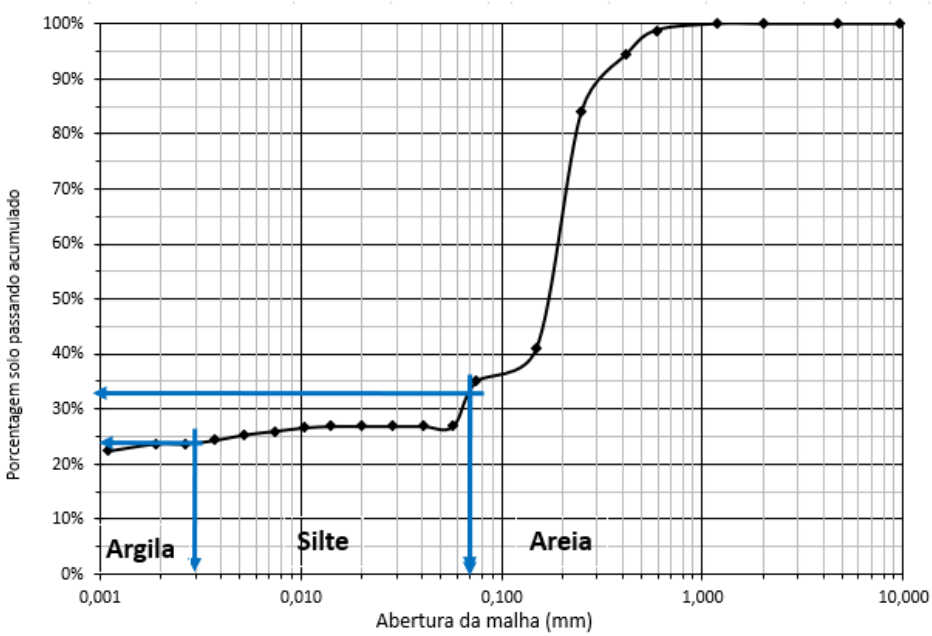


Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 34 apresenta a curva granulométrica do solo, em que o eixo *x* representa a dimensão da abertura das malhas das peneiras em mm e no eixo *y* o percentual acumulado da quantidade de solo seco que passou pela abertura da malha.

Na Figura 34, observa-se os seguintes pontos: aproximadamente 24% em massa do solo passou pela malha de 0,002mm; 33 % da amostra passou pela malha de 0,06 mm; 100% da amostra passou pela malha de 1mm.

Figura 34: Curva Granulométrica do solo.



Fonte: Elaborado pela autora.

Baseado na classificação da norma NBR 6502:2022 e na curva granulométrica, pode-se inferir que a amostra analisada apresenta 24% de argilas, 9% de silte e 67% de areia. Observa-se um valor elevado no teor de areia, característica favorável a produção de tijolo. Segundo Felix (2016), a areia é fundamental nos tijolos de terra crua, visto que proporcionam estrutura resistente aos esforços mecânicos.

Torgal *et al.* (2009) ressaltam que os solos mais indicados para produção de paredes, blocos e tijolos tipo adobe são os que possuem 50% a 70% de teor de areia em sua composição. Doat *et al.* (1979) indicam a seguinte constituição do solo para produção de adobe: 55-77% de areia; 10-28% de silte; 15-18% de argila.

A norma NBR 16814/2020, referente ao adobe – requisitos e métodos de ensaios, estabelece a composição granulométrica do solo para a produção de adobe que deve atender os seguintes critérios: areia deve estar entre 45% e 65%; silte até 30%; e, argila entre 25% e 35% da composição total do solo.

Diante do exposto, pode-se afirmar que o solo usado neste trabalho está aproximadamente dentro dos limites acima citados pelos autores, principalmente o percentual de areia; porém o teor de silte está insuficiente assim como argila. Em relação à NBR 16814/2020, o teor de areia está no limite inferior. No entanto, essa diferença não impacta negativamente no resultado do produto, pois o geopolímero é usado como ligantes das partículas do solo (FELIX, 2016).

Além disso, devido ao percentual elevado de areia, não há necessidade de realizar correção do solo, o que pode ser um fator favorável para produção de tijolos, segundo a norma NBR 16814/2020 que determina adição de areia para a correção da composição granulométrica do solo.

De modo geral, pode-se dizer que o solo apresenta curva granulométrica contínua, sendo composto de 50% de areia que favorece a compactação do tijolo de geopolímero. Além disso, contém 33% de materiais pulverulentos (*filler*). Segundo a NBR 9935:2024, materiais pulverulentos são partículas com dimensão inferior a 75 µm. A metacaulinita também apresenta diâmetro das partículas na faixa de 6 a 7 µm, sendo também um *filler*. Essa característica é um fator positivo e importante para reação geopolimérica, em particular no presente estudo, em que metacaulinita, solo e microfibras foram misturados previamente, permitindo a inserção das partículas no interior das microfibras, que será mostrado na análise microestrutural (seção 5.1.8)

5.1.7 Análise do limite de consistência e massa específica do solo

A Tabela 12 apresentada os resultados os limites de consistência e massa específica do solo. Os resultados de limites de consistência são fornecidos em percentual de umidade em relação à massa de solo.

Tabela 12: Limites de consistência e massa específica do solo.

Limite de consistência	
Limite de liquidez	29,21%
Limite de plasticidade	19,95%
Índice de plasticidade	9,26 %
Massa específica	
Massa específica solo	2,92 g/cm^3

Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 12 mostra o limite de liquidez de 29,21%, que é o percentual de umidade em relação à massa do solo. Esse valor é o limite de umidade para que o solo passe do estado líquido para estado plástico, ou seja, passar de um estado em que o solo tem a capacidade de fluir para o estado em que solo pode ser moldado e conservar a forma. Com raciocínio semelhante, o resultado do limite de plasticidade é de 19,95%. Esse valor representa o limite de umidade para que o solo passe do estado plástico para semi sólido,

ou seja, de um estado em que o solo tem a capacidade de ser moldado para o estado em que o solo desmancha ao ser trabalhado (CAPUTO, 2022). O índice de plasticidade de 9,26% possibilita classificar o solo de acordo com a classificação de Jenkins, ou seja, o solo estudado é um solo medianamente plástico (CAPUTO, 2022)

Em relação à consistência solo, a NBR 10833/2012 determina que o solo para tijolo solo-cimento apresente o limite de liquidez menor ou igual a 45%, e índice plasticidade menor ou igual a 18%. Isso demostra que o solo analisado está dentro dos parâmetros da NBR 10833:2012, podendo ser usado para produção de tijolos.

A massa específica do solo analisado é de 2,92 g/cm^3. Esse valor é próximo ao determinado por Lima (2015) nos estudos sobre as características das argilas de várzea da região metropolitana de Manaus. Esse estudo coletou amostras próximo a região das amostras desta pesquisa. Os valores encontrados por Lima foram 2,72 g/cm^3 e 2,76 g/cm^3.

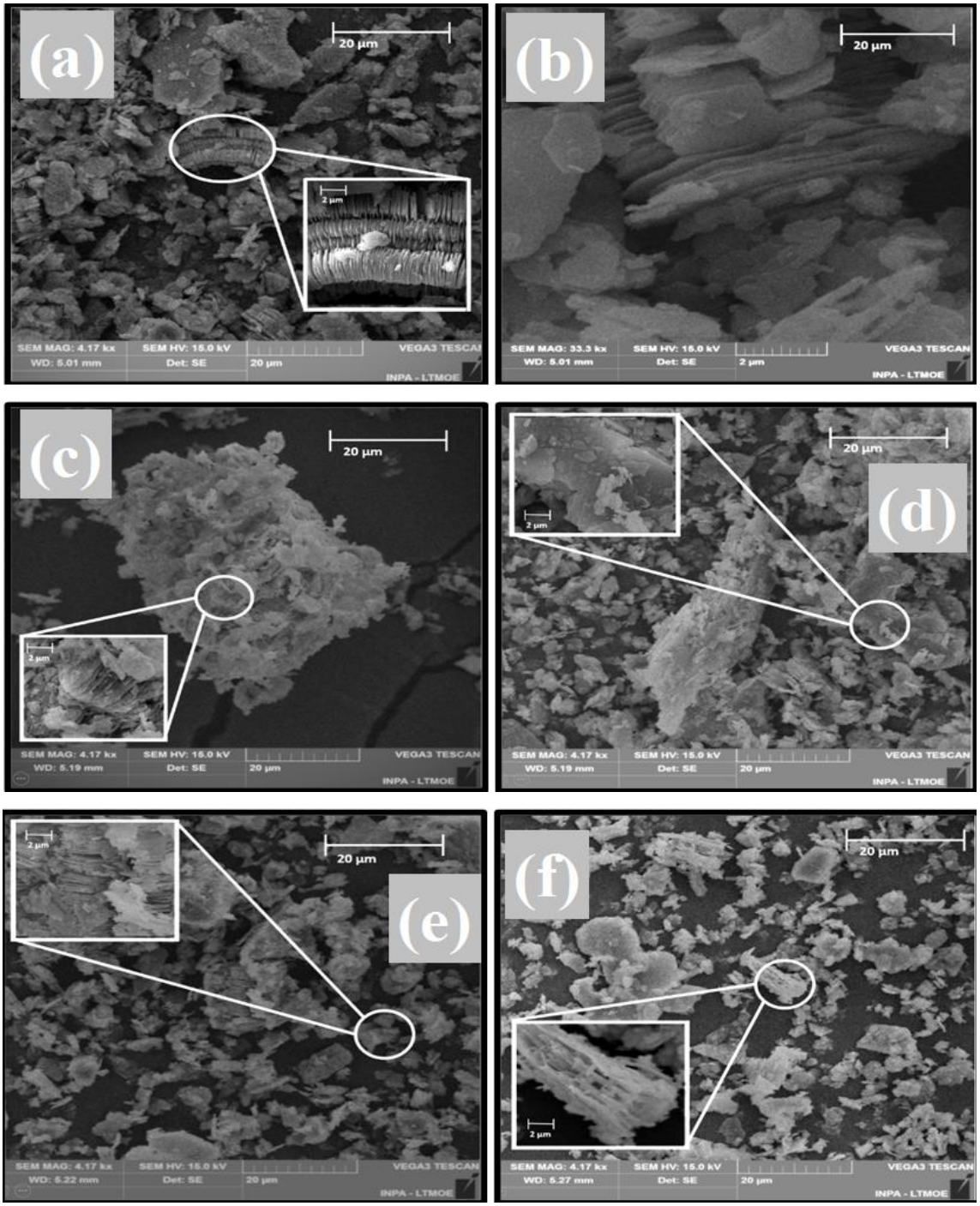
Apesar do índice de plasticidade ter alcançado 19,95%, foi adotado o teor de 16% de água, pois foram realizados vários testes de moldagem com pressão de conformação de 0,5 t e o teor de água de 19,95%, a parte líquida extravasou pelo molde.

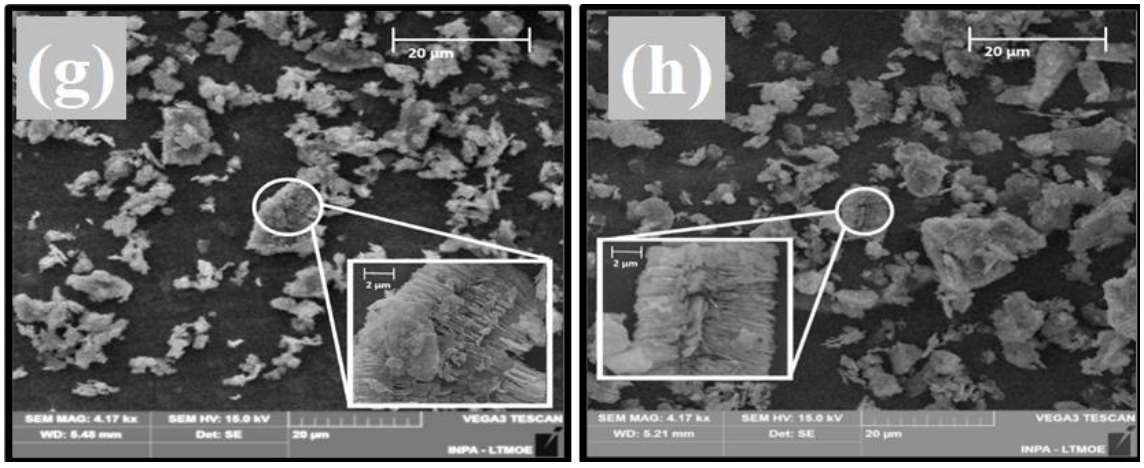
Com essas características determinadas, concluiu-se que o solo em questão é adequado para ser usado como matriz do tijolo e ter como ligante o geopolímero.

5.1.8 Análise microestrutural

A Figura 35 apresenta imagens da microestrutura das amostras de caulim tratado e não tratado termicamente, obtidas via MEV. Observa-se que o caulim *in natura* (Figura 35a) e o caulim beneficiado (Figura 35c) apresentam morfologia pseudohexagonal e hexagonal com tamanhos diferentes. Observa-se que os grãos de caulinita apresentam placas sobrepostas em formato hexagonal, características que estão relacionadas às estruturas cauliníticas lamelares de contornos irregulares (Figura 35c). Além disso, as imagens apresentam texturas vermiculares conforme a Figura 35 (a). Essas placas sobrepostas ocorrem no eixo cristalográfico *c* (SANTOS *et al.,* 2013), e os cristais de caulinita isolados, Figura 35 (b), são partículas provenientes dos sobreposição de cristais lamelares. Além disso, é possível distinguir a presença de cristais de caulinita com morfologia hexagonal (Figura 35b), com cantos definidos, característica típica da caulinita (YAN *et al.,* 2014). Partículas em forma de tubo não foram observadas nas imagens, indicando a ausência de haloisita.

Figura 35: Imagens de MEV de amostras de caulim tratado e não tratado termicamente, em que a barra de escala é mostrada, sendo 20µm e 2µm (inserido em cada figura, mostrados detalhes localizados) a) e b) Caulim (CAU IN); c) Caulim beneficiado (CAU BEN); d) META600; e) META650; f) META700; g) META750; h) META800.





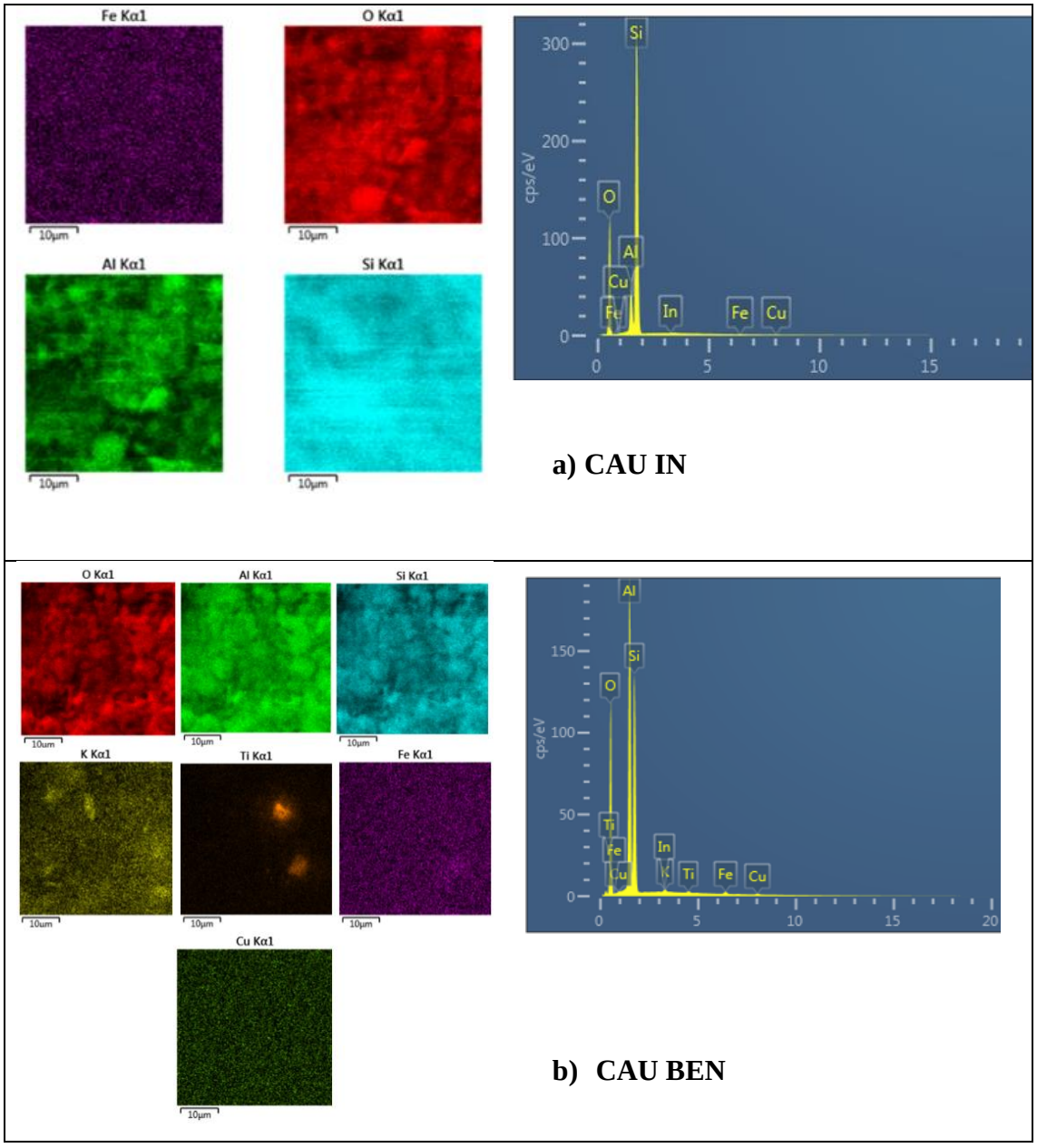
Fonte: Elaborado pela autora.

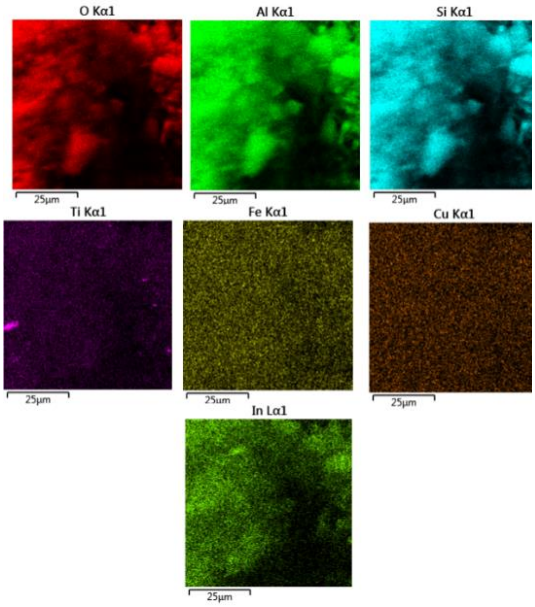
Na micrografia do caulim tratado termicamente a 600 °C (amostra META600), ainda é possível observar aglomerados de partículas de caulinita com morfologia pseudohexagonal e pequenas partículas arredondadas de caulinita. Guerra *et al.* (2010), ao estudarem a caulinita de Tabatinga, região do Amazonas, identificaram a coexistência de pequenas partículas redondas e hexagonais de caulinita com tamanho de partícula menor que 5,0 µm. Assim, a micrografia, Figura 35 (d), confirma o DRX de META600, Figura 24 (b), em que são identificados picos de menor intensidade da caulinita, condizentes com um percentual de fração amorfa de 23,11% e fração cristalina de 76,89%.

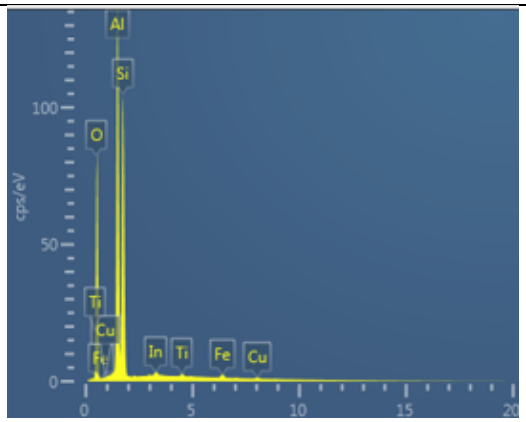
Nas imagens do caulim tratado termicamente, Figura 35 (d), Figura 35 (e), Figura 35 (f), Figura 35 (g), Figura 35 (h), é possível observar que o aumento da temperatura não altera a morfologia do caulim como esperado (VIZCAYNO *et al.*, 2010; SOURI *et al.*, 2015), a proporção de camadas ainda permanece 1:1. O efeito da temperatura ocorre visivelmente em relação à aglomeração que se torna irregular (SOURI *et al.*, 2015). Além disso, nas Figura 35 (g) e Figura 35 (h) (que corresponde aos tratamentos térmicos de 750 ^{o}C e 800 ^{o}C, respectivamente), observa-se que as camadas estão mais próximas na estrutura, levando a supor que houve uma redução na distância entre as camadas. Isso pode ser confirmado pela hipótese de Sperinck *et al.* (2011) que na transformação da caulinita em metacaulinita, a qual tem regularidade bidimensional nas camadas, mas são empilhadas de forma que a periodicidade tridimensional é perdida, o alargamento das camadas e redução dos espaços entre elas.

A Figura 36 apresenta os espectros e mapeamento de EDS dos materiais listados na Tabela 3.

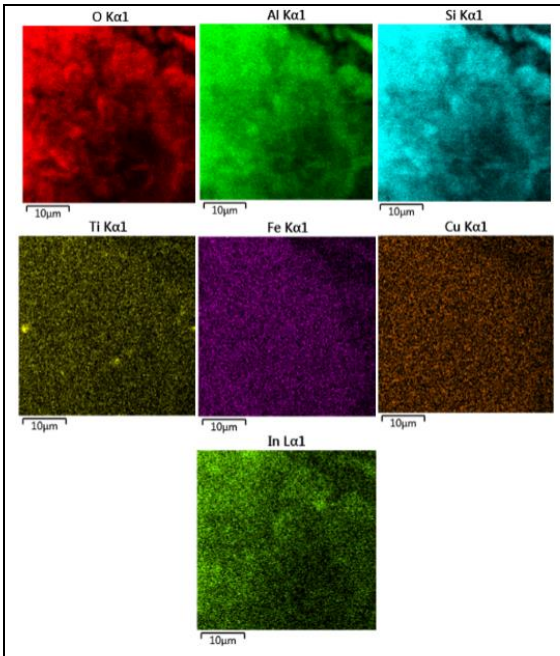
Figura 36**.** Espectros e mapeamento de EDS de caulim tratado e não tratado termicamente: a) Caulim *in natura* (CAU IN); b) Caulim beneficiado (CAU BEN); c) META600; d) META650; e) META700; f) META750; g) META800.

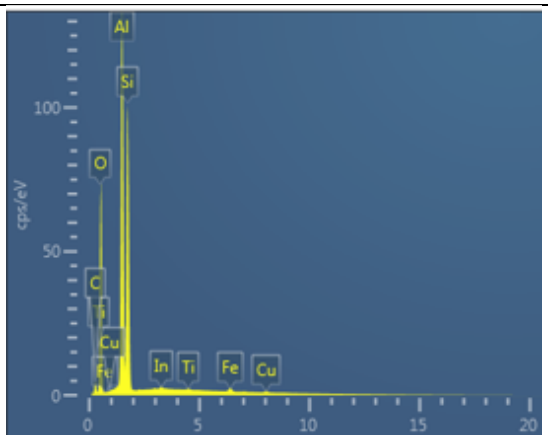




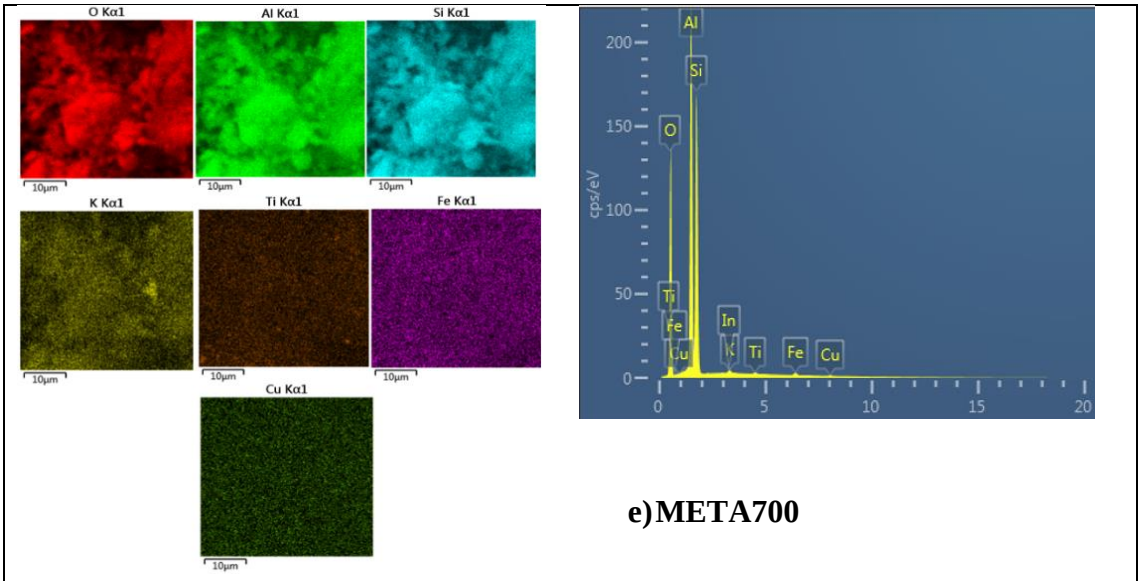


c) META600

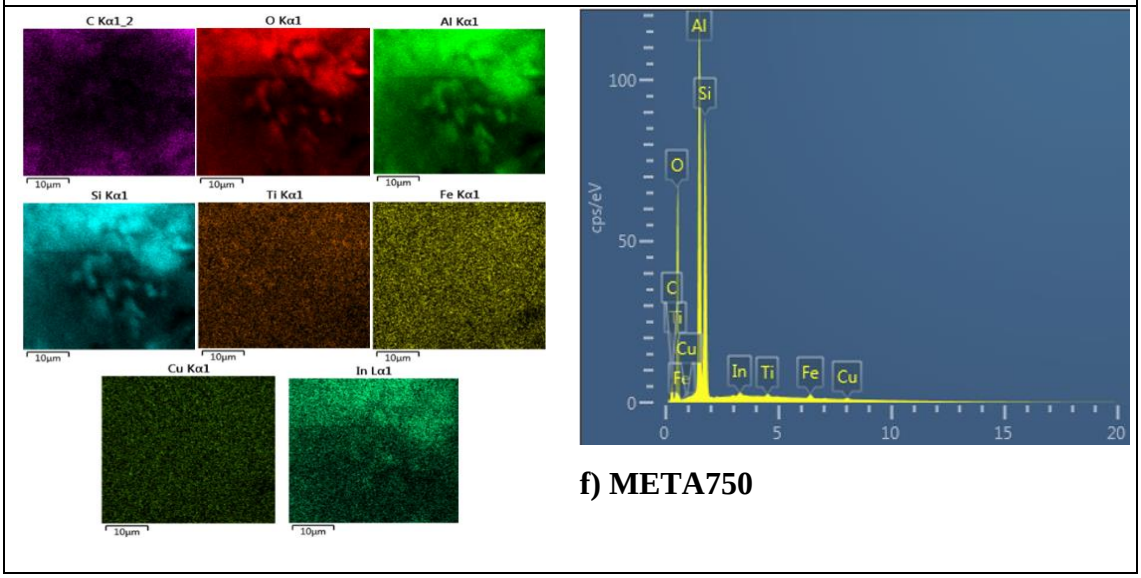




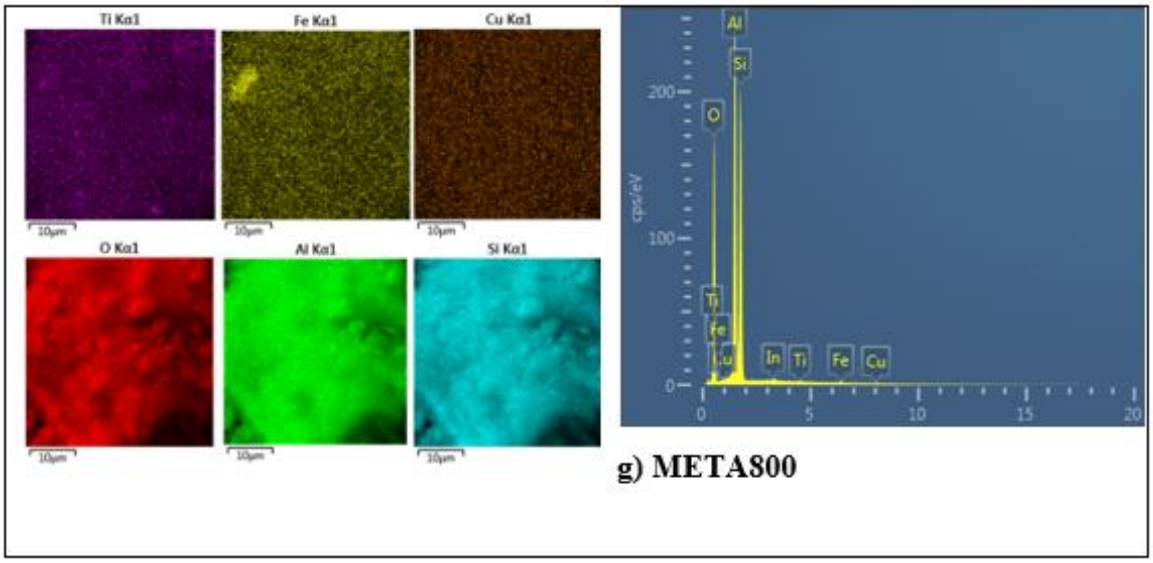
d) META650



e) META700



f) META750



g) META800

Legenda: Ti = Titânio; Fe=Ferro; Cu = Cobre; O = Oxigênio; Al = Alumínio; Si = Silício; In = Índio; C = Carbono; K = Potássio.

Fonte: Elaborado pela autora.

O EDS do caulim *in natura* , mostrado na Figura 36 (a), indica a presença de Si, Al, O, Fe, com Si em proporção maior que Al. O EDS do caulim beneficiado detecta, (Figura 36 b), a presença de Si menor que Al, semelhante ao resultado de FRX (Tabela 7).

Para as amostras META600, Figura 36 (c), META650, Figura 36 (d), META700, Figura 36 (e), META750, Figura 36 (f), e META800, Figura 36 (g), os espectros de EDS mostram que o tratamento térmico da caulim ativou os elementos O, Al, Si, Fe , Ti, sendo o pico de maior intensidade é de Al, seguido de Si e O, com pequenos traços de Ti, Fe e K. Há uma pequena variação na intensidade dos picos e o eventual aparecimento do elemento K. Os elementos identificados, bem como a intensidade dos picos, corroboram os resultados de FRX (Tabela 8), confirmando a presença de aluminossilicatos, característica essencial dos precursores de geopolímero, (LIU *et al*., 2022). Vale ressaltar que os espectros de EDS apresentam picos de In e C, provavelmente provenientes de contaminação do porta-amostra. Além disso, o FRX (Tabela 7 e 8) não detectou nenhum desses elementos.

Para complementar os dados, a Figura 36 (a) também apresenta o mapeamento de EDS de superfície de uma amostra típica de caulim *in natura*, mostrando os principais elementos químicos presentes, a saber: Ti, Fe, Cu, O, Al e Si. É evidente pela coloração mais homogênea que os elementos Al, Si e O estão fortemente concentrados, comportamento observado em todas as amostras Figuras 36 (a), (b). (c), (d), (e), (f) e (g), em bom acordo com os espectros de EDS, evidenciados pelas linhas Kα desses elementos.

A Tabela 13 apresenta os percentuais dos elementos químicos das amostras da Tabela 3.

Tabela 13: Análise composicional por EDS caulim tratado e não tratado termicamente.

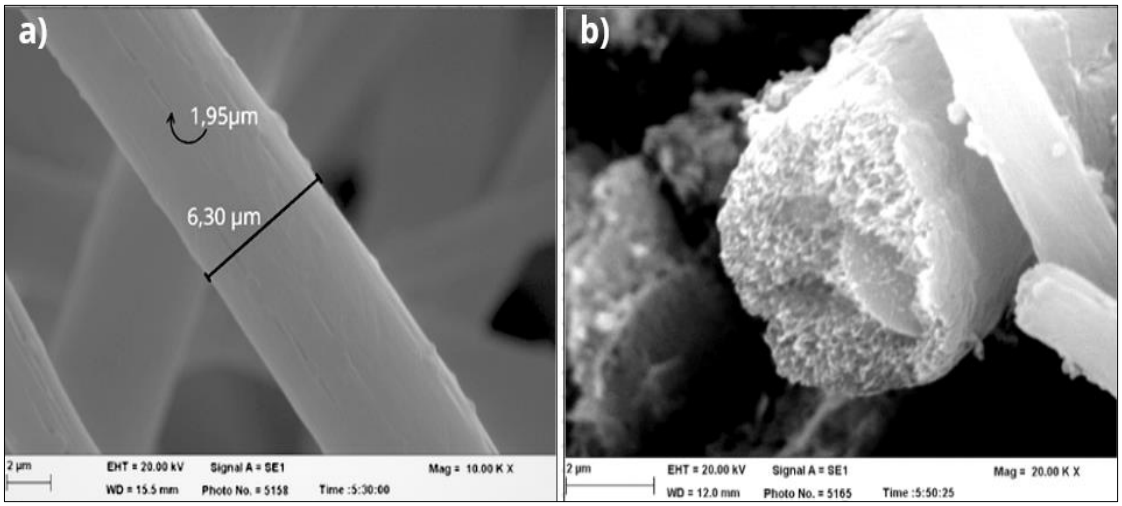
Elementos	CAUIN (%)	CAU BEN (%)	META 600 (%)	META 650 (%)	META700 (%)	META750 (%)	META 800 (%)
O	61,38	60,52	58,22	54,16	58,57	53,41	59,69
Al	5,73	19,53	20,85	17,41	20,85	15,74	20,30
Si	32,70	18,85	19,68	15,16	19,74	12,75	19,51
Fe	0,06	0,34	0,42	0,35	0,32	0,36	0,17
K	0	0,18	0	0	0,09	0	0
Ti	0	0,41	0,21	0,07	0,13	0,16	0,06
Cu	0,03	0,16	0,23	0,18	0,15	0,20	0,13
In	0,10	0	0,38	0,14	0,15	0,23	0,16
C	0	0	0	12,08	0	17,14	0

Fonte: Elaborado pela autora

Os resultados apresentados na Tabela 13 confirmam os três elementos químicos com maior participação são Si, Al e O, caracterizando material aluminossilicato.

A Figura 37 apresenta a morfologia e os diâmetros das MPS investigados por MEV.

Figura 37: Micrografias de MEV de amostras de MPS obtidas de resíduos de PS pelo método de eletrofiação vertical a) Manta de MPS, barra de escala de 2 µm; b) MPS inserida no tijolo de geopolímero.

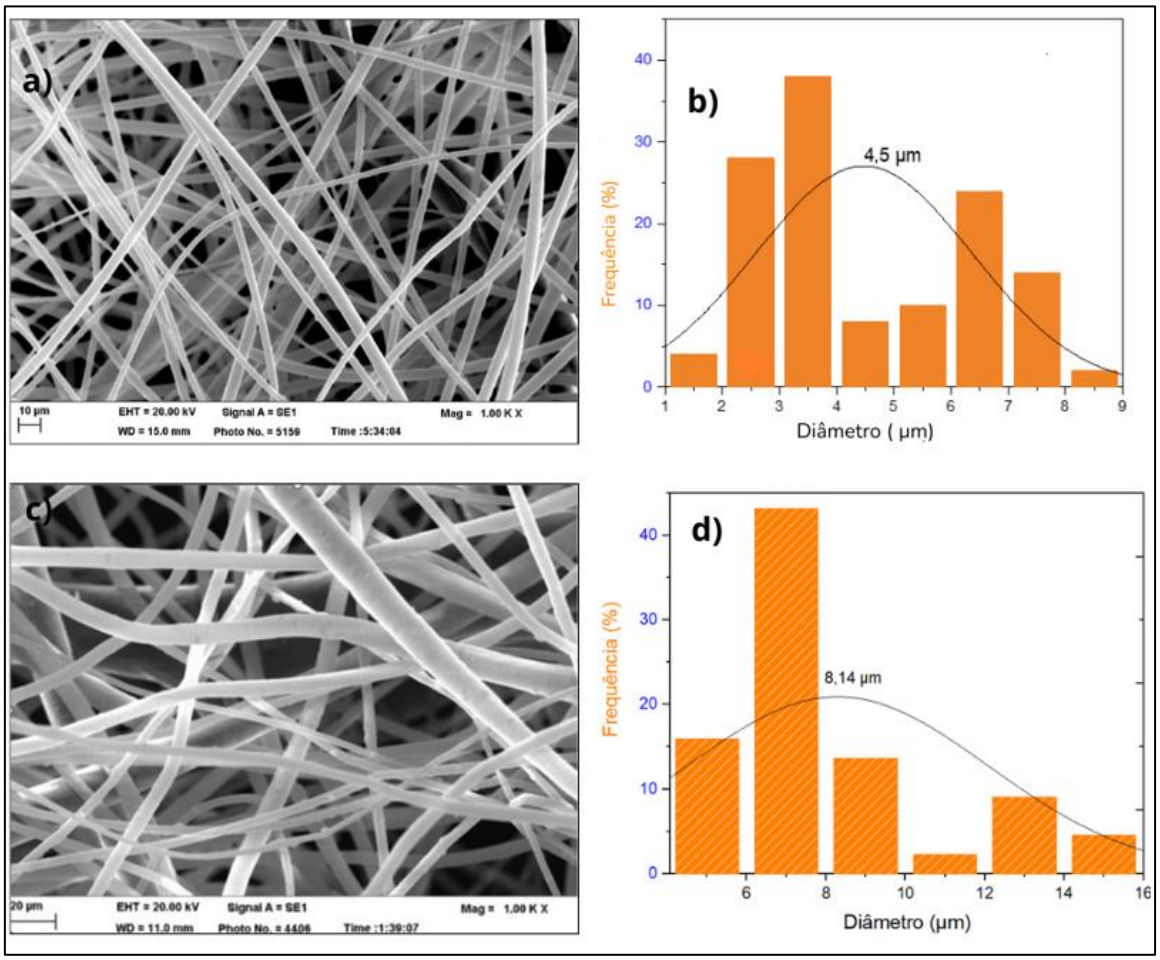


Fonte: Elaborado pela autora.

As amostras apresentadas na Figura 37 foram eletrofiadas em sistema vertical com tensão de 15 kV, distância de trabalho de 17,5 cm e concentração polímero de 30% dissolvido em DMF (98,8%), em duas umidades distintas, de 40±3% e 57±3%, produzindo fios com duas morfologias, denominados MPS-01 e MPS-02, respectivamente. Em relação aos parâmetros usados, Uyar *et al.* (2008) conseguiram eletrofiar fibras de PS, usando DMF (98,8%), tensão de 15 kV, em sistema horizontal, obtiveram fibras uniformes sem defeito em forma de contas, ou seja, aglomerados poliméricos denominados de *beats* (MERCANTE *et al.*, 2021). Os mesmos autores ressaltam que o uso do solvente DMF em eletrofiação de PS resulta em fibras redondas uniformes e superfície lisas. Na imagem de MEV da Figura 37 (a) observa-se MPS com superfície lisa com alguns poros isolados, em formato oval e alongado ao longo do eixo da fibra e diâmetro de 6,3 µm, corroborando os resultados de Fashandi & Karimi (2012). A Figura 37 (b) mostra MPS secionada dentro da amostra do tijolo de geopolímero que revela os poros internos da MPS. Lin *et al.* (2010) eletrofiaram PS com solvente DMF e obtiveram microfibras uma estrutura porosa.

As Figura 38 (a) e Figura 38 (c) apresentam micrografias das amostras MPS-01 e MPS-02 respectivamente. As Figura 38 (b) e Figura 38 (d) mostram histogramas de frequência dos diâmetros das MPS-01 e MPS-02.

Figura 38: Micrografias de MEV de amostras de MPS obtidas de resíduos de PS pelo método de eletrofiação vertical: a) Manta de MPS-01, barra de escala, 10 µm; b) Histograma da frequência do diâmetro de MPS-01; c) Manta de MPS-02, barra de escala, 20 µm; d) Histograma da frequência do diâmetro de MPS-02.



Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se a heterogeneidade dos diâmetros, e a orientação aleatória das fibras, com ausência de *beats* ou quebras. A Figura 38b mostra a frequência estatística dos diâmetros, em que se pode constatar que a maior ocorrência dos diâmetros está entre 3 a 4 µm, sendo que o menor diâmetro é de 1,8 µm e o maior é de 8,5 µm, com diâmetro médio de 4,5 µm. A Figura 38 (d) apresenta a frequência estatística dos diâmetros da MPS-02, constatando-se que a maior ocorrência dos diâmetros está entre 6 e 8 µm, sendo que o menor diâmetro é de 2,8 µm e o maior é de 20 µm e diâmetro médio de 8,14 µm.

Diante desses resultados, pode inferir que o aumento da umidade resultou em um pequeno aumento de diâmetro. Segundo Mercante *et al.* (2021), em ambientes com umidade relativa menor, há uma maior tendência da evaporação rápida do solvente, o que favorece a formação de fibras menor diâmetro.

Outros trabalhos também corroboram os achados desta pesquisa. Uyar *et al.* (2008) produziram MPS de PS puro com concentração de 30% de PS, e obtiveram diâmetros que variaram entre 3,8 e 4,2 µm, superfície lisa e poucos *beats*. Datsyuk *et al.* (2019) trabalharam com poliestireno expandido e solvente DMF, e obtiveram fibras lisas com diâmetros variando entre 250 nm e 429 nm. Huan *et al.* (2015) eletrofiaram o PS com concentração entre 23 e 32%, sistema horizontal., obtiveram fibras finas, em torno de 5 µm. Segundo os autores, isso ocorre devido à alta viscosidade e o alto teor de polímero, fazendo com que o jato da solução se alongue e solidifique rapidamente.

Rajak *et al.* (2020) obtiveram diâmetros menores na eletrofiação de copo de poliestireno expandido (EPS) pós-consumo com concentração 25%, tendo como solvente di-limoneno e DMF. Foi obtida morfologia de fibras lisa e diâmetro de 1,89 µm.

É importante destacar que as pesquisas citadas produziram fibra com pressão mecânica por meio de bomba e na pesquisa em questão foi usada gravidade. Isto pode ter influência nos resultados.

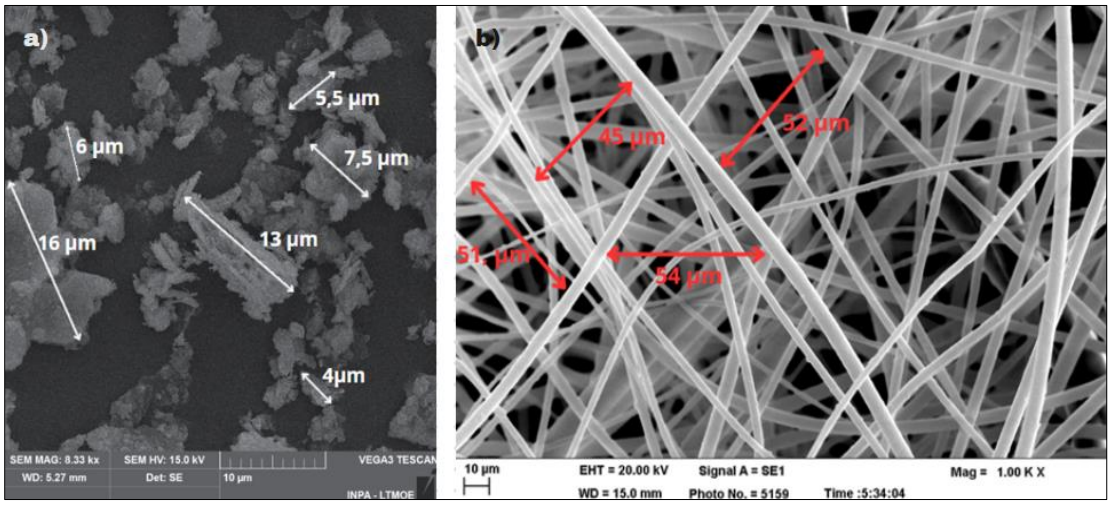
Vale ressaltar também que tanto as tiras como as mantas de MPS são um aglomerado de MPS composto por dezenas e/ou centenas de MPS com diâmetros variados, conforme mostrado na Figura 38 (a) e Figura 38 (c), configurando um emaranhado de fibras. Esta característica tem um aspecto positivo quando ocorrer a mistura de MPS, geopolímero e solo, conforme será explicado mais para a frente na seção 5.2.2, 5.2.3 e 5.2.4.

Com intuito de comparar dimensões de partículas de metacaulinita com as microfibras eletrofiadas, foi montada a Figura 39, que mostra micrografias da metacaulinita tratada a 700 °C (META700) e microfibras MPS-01, produzida na umidade de 40±3%.

A Figura 39 (a) apresenta os maiores tamanhos das partículas de metacaulinita, variando entre 4 e 16 µm, resultado que corrobora a mediana do diâmetro das partículas observada na Figura 33. A Figura 39 (b) mostra os espaçamentos entre as microfibras, na faixa de 45 e 54 µm. Embora a micrografia do solo não tenha sido apresentada, a curva

granulométrica do solo (Figura 34) indica que 25% do solo apresenta partículas com diâmetros inferiores a 10 µm. Essas medidas são relevantes porque comprovam a viabilidade de alojamento das partículas de metacaulinita e de solo entre microfibras de MPS. As partículas da metacaulinita, solo e as MPS em tira foram previamente misturados, e o espaçamento entre as MPS é maior que os diâmetros das partículas, possibilitando o alojamento. Esse arranjo impactou favoravelmente na diminuição do ângulo de contato e no desempenho mecânico das amostras do tijolo de geopolímero que serão discutidos mais detalhadamente nas seções 5.1.10, 5.2.2 e 5.2.3.

Figura 39: Micrografias de MEV: a) META700; b) Microfibra MPS-01, barra de escala, 10 µm.



Fonte: Elaborado pela autora.

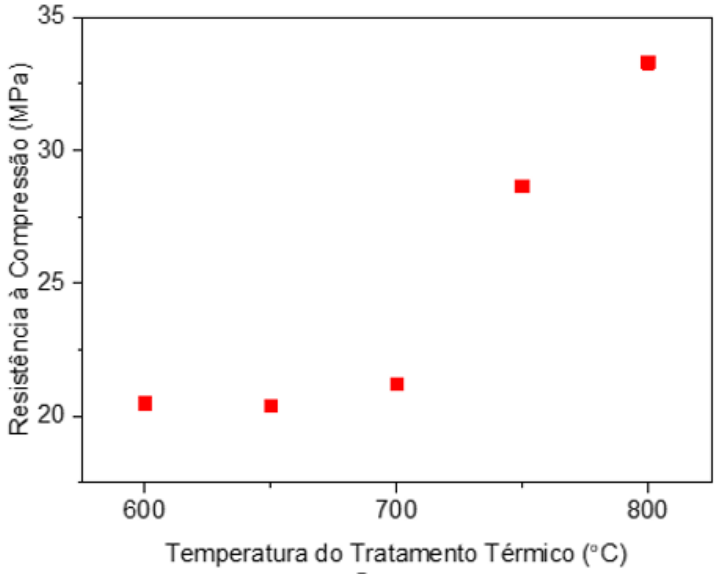
5.1.9 Análise das propriedades mecânicas do geopolímero

Com a finalidade de verificar o potencial da metacaulinita como fonte precursora do geopolímero e a influência do tratamento térmico, a Figura 40 apresenta resultados de resistência à compressão de amostras de pasta geopolimérica utilizando caulim tratado termicamente a 600 °C, 650 °C, 700 °C, 750°C e 800 °C (MARUOKA *et al*., 2023).

Observa-se na Figura 40, o aumento da temperatura do tratamento de caulim leva a um aumento da resistência à compressão. Para a amostra que utilizou caulim tratado a 600 ºC observam-se os menores valores de resistência à compressão (20,50 MPa). Nesta temperatura, a fração cristalina é de 76,89% (Tabela 10) em relação à fração amorfa, identificada por DRX (Figura 24). A análise por FTIR (Figura 28) também mostra bandas O-H características da caulinita. Por outro lado, a amostra tratada a 800 ºC apresenta os

maiores resultados de resistência à compressão, 33,30 Mpa O caulim tratado nesta temperatura não apresenta picos de caulinita no difratograma (Figura 24f) e nos espectros FTIR (Figura 28). Isso sugere que o aumento da fração amorfa e, portanto, diminuição da estrutura cristalina, aumenta a resistência à compressão da pasta de geopolímero. Elimbi *et al.* (2011) afirmam que a desidroxilação leva a caulinita a um estado de desordem, originando a metacaulinita que, por sua vez induz melhores características dos produtos geopoliméricos. Além disso, na desohidroxilação ocorre a retirada de OH e pode ter diminuído os espaços vazios da estrutura e desorganizado a estrutura da caulinita. Para a caulinita tratada a 700°C, a fração amorfa é de 91,62%, (Tabela 10) que quase atingiu a saturação, e a resistência à compressão chega a 21,2 MPa.

Figura 40: Resistência à compressão do geopolímero e temperatura de tratamento térmico do caulim.



Fonte: Elaborado pela autora.

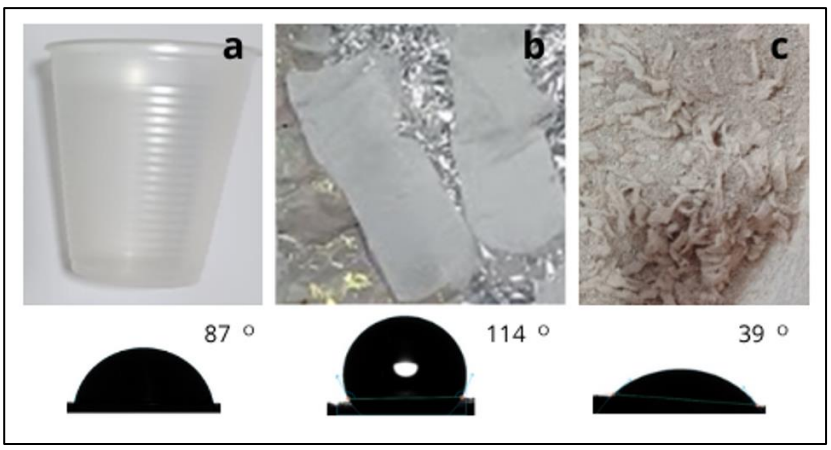
Zuhua *et al.* (2009) obtiveram resistência à compressão entre 9 e 55 MPa de pasta geopolimérica, utilizando metacaulinita tratada a 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C e 1000 °C, com pico de resistência em 900 °C. Duxon *et al.* (2007) estudaram a razão alcalina e a razão Si/Al no desenvolvimento de propriedades mecânicas de geopolímero à base de metacaulinita, obtendo uma resistência à compressão de 18 MPa para uma razão molar Si/Al de 1,15 e 70 MPa para a razão molar de Si/Al 2,15. Zu-Hua *et al.* (2009) obtiveram uma resistência à compressão de 41,5 MPa para pasta de geopolímero curada à temperatura ambiente por 3 dias.

Embora os resultados do material aqui apresentado mostrem resistência à compressão um pouco menor do que o encontrado na literatura, tal diferença pode ter sido influenciado pelo tamanho da partícula, área superficial e relação molar Si/Al. Para o escopo do presente trabalho, os valores de resistência à compressão das amostras de geopolímeros produzidas a partir da metacaulinita do caulim da Amazônia, são bastante competitivas e não impedem a obtenção de pasta, argamassa e concreto geopolimérico a partir de geopolímeros, com razoável desempenho de resistência mecânica.

5.1.10 Análise do ângulo de contato

A molhabilidade é capacidade de dispersão de um líquido em uma superfície (MAO *et al.*, 2022; OLIVEIRA *et al.*, 2023). As propriedades de molhabilidade são analisadas por medidas de ângulo de contato (RAJAK *et al.*, 2020). Em geral, quando o ângulo de contato é maior que 90°, a superfície analisada é hidrofóbica, ou seja, a superfície repele a água. Se o ângulo de contato for menor que 90°, a superfície é considerada como hidrofílica, absorve a água. Para os ângulos de contato maiores de 150°, a superfície analisada é classificada como superhidrofóbica. Há autores que utilizam outra faixa de classificação: se o ângulo de contato for maior que 65° a superfície é hidrofóbica e para ângulos menores que 65° a superfície é hidrofílica. (KARBOWIAK *et al.*, 2013; ZHANG *et al.*, 2019). A Figura 41 correlaciona as imagens das superfícies com as fotografias tiradas durante as medidas do ângulo de contato.

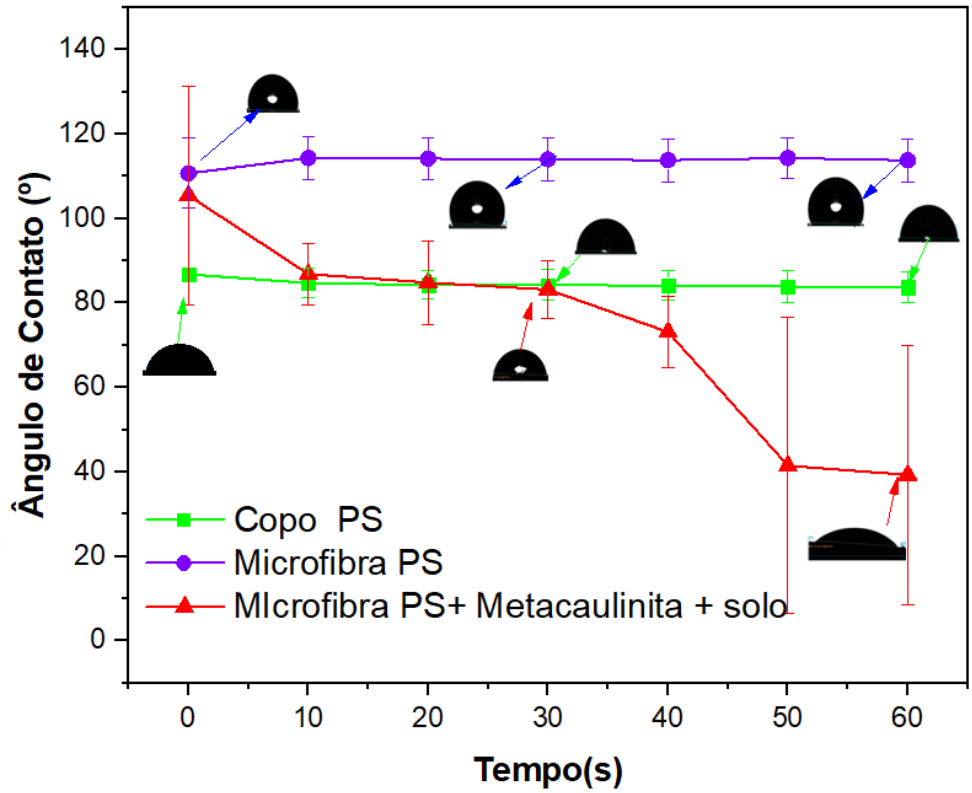
Figura 41: Fotografia e imagem da gotícula de água sobre a superfície do: a) Copo de PS pós-uso; b) Manta de MPS produzida por eletrofiação; c) MPS em tiras misturadas com partículas de metacaulinita e solo.



Fonte: Elaborado pela autora

A Figura 42 apresenta as curvas cinéticas do ângulo de contato em função tempo do copo de PS pós uso, MPS com e sem partículas de metacaulinita e solo.

Figura 42: Curva cinética de ângulo de contato em função do tempo do copo de PS pós uso, MPS com e sem partículas de metacaulinita e solo.



Fonte: Elaborado pela autora.

Segundo Huan *et al.* (2015), o poliestireno é um polímero hidrofóbico, que foi confirmado pelas medidas efetuadas de ângulo de contato das MPS em forma de manta e de copo, pois apresentam ângulo de contato maior que 90° (Figura 41 e 42). Para a manta de MPS, verificou-se o ângulo de contato entre 110° a 114° (Figura 42). Alguns estudos confirmam os achados deste trabalho, por exemplo, Khan *et al.* (2014) eletrofiaram PS e o ângulo de contato obtido foi 135°, e Huan *et al.* (2015) identificaram o ângulo de contato de 147° para PS eletrofiado. Esses resultados maiores podem ter sido influenciados pelos parâmetros adotados na fabricação das fibras. Segundo Huan *et al.* (2015), a rugosidade da superfície, formação de grânulos e a baixa concentração da solução são fundamentais para aumento da hidrofobicidade. No presente estudo, conforme mostra imagem do MEV (Figura 37 e 38), verifica-se que as MPS produzidas são lisas com poros isolados, sem grânulos e foram produzidas com alta concentração de PS. Isso pode ser a provável causa de

0, ângulo de contato ser menor em relação aos estudos citados. Rajak *et al.* (2020) eletrofiaram o poliestireno expandido (EPS) e obteve o ângulo de contato de 106°, configurando superfície hidrofóbica também.

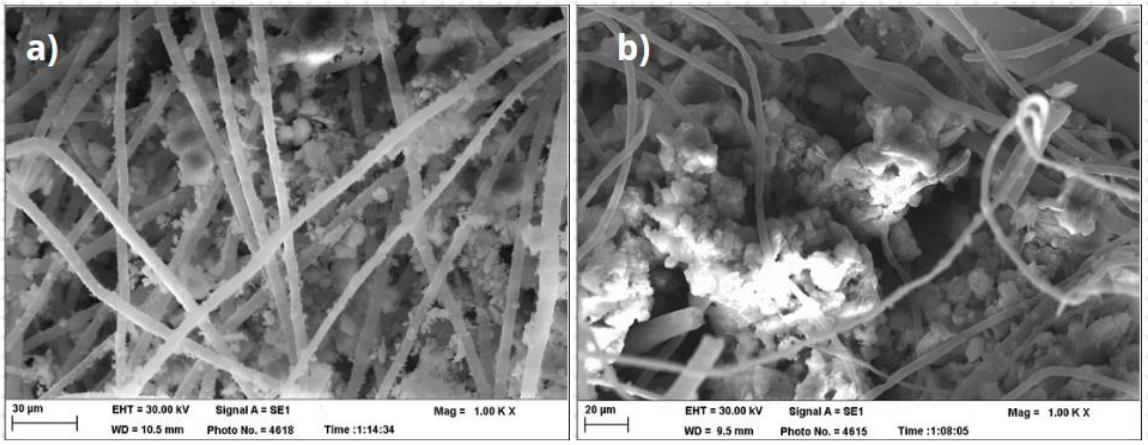
Na Figura 42, observa-se o ângulo de contato do copo de PS variando entre 84^{O} e 87^{O}, o que pode ser considerado hidrofóbico conforme classificação publicada em KARBOWIAK *et al.* (2013). Além disso, observa-se um aumento do ângulo de contato da manta de MPS em relação ao ângulo de contato do copo de PS. Essa diferença pode ter ocorrido devido às técnicas de eletrofiação que aumentam o ângulo de contato das fibras, segundo Huan *et al.* (2015).

Os resultados de ângulo de contato da MPS em tiras misturadas com metacaulinita e solo (Figura 41c e Figura 42) variam entre 105° e 39°. No início do processo de medida, a gota de água em contato com a superfície em estudo apresenta um ângulo de contato de 105º. À medida que a absorção da gota pela superfície progride, este ângulo de contato reduz para 39º. Para fins de classificação, considera-se a última medição, ou seja, o ângulo de contato de 39º, o que configura uma superfície hidrofílica. Isso provavelmente pode ter ocorrido devido a presença de metacaulinita e solo (Figura 41c e Figura 42) que são polares e tem uma afinidade com água e em algumas regiões, resultando na absorção rápida da água em alguns pontos da MPS em tira no intervalo de tempo investigado, como mostra a Figura 42. Mao *et al.*, (2022) afirmam que a metacaulinita tem forte hidrofilicidade, tendo em vista a forte polaridade da hidroxila que resulta em alta energia de superfície. Observa-se também, Figura 42, o alto desvio padrão principalmente no tempo superior a 30s, em que o ângulo de contato começa a decair. Isso pode ter ocorrido devido à variação de regiões com maior ou menor quantidade de metacaulinita e solo.

Para comprovar a hidrofilicidade da MPS em tira, apresenta-se a Figura 43 com micrografias de MEV da MPS em tiras com partículas de metacaulinita e solo com e sem ativadores alcalinos. Na Figura 43(a) observa-se a imagem de MEV com aglomeração de partículas de metacaulinita e solo na parte interna da MPS em tira. Quando adicionado à parte líquida, composta por hidróxido de sódio, silicato de sódio e água, a essas partículas ocorre a reação geopolimérica (Figura 43b). Isso impacta positivamente no desempenho da amostra de tijolo de geopolímero, conforme será discutido posteriormente nas seções 5.2.2 e 5.2.3.

É importante destacar que as microfibras de PS usadas para realizar as medidas ângulo de contato foram produzidas com umidade de 40±3%.

Figura 43:Micrografias de MEV da MPS em tiras com partículas de metacaulinita e solo: a) Sem ativadores hidróxido de sódio e silicato de sódio; b) Com ativadores hidróxido de sódio e silicato de sódio sem pressão de conformação.



Fonte: Elaborado pela autora.

5.2 Análise das Propriedades Tecnológicas do Tijolo de Geopolímero

5.2.1 Densidade Aparente, Absorção e Porosidade

A densidade aparente foi medida nas amostras montadas para os ensaios de resistência à compressão e de resistência à flexão. Os resultados estão apresentados nas Tabela 14 e Tabela 15, respectivamente.

Tabela 14: Densidade Aparente das amostras de resistência à compressão.

Resultados	Densidade da aparente das amostras (g/cm^3)						
	MPS em tira					MPS em manta (camadas)	
	0%	0,15%	0,25%	0,35%	0,45%	5C	10C
Média	1,80	1,81	1,83	1,83	1,81	1,82	1,81
Desvio	±0,03	±0,02	±0,01	±0,01	±0,01	±0,01	±0,01

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 15: Densidade Aparente das amostras de resistência à flexão.

Resultados	Densidade Aparente das amostras (g/cm^3)					
	MPS em manta (camadas)				MPS em tira (%)	
	0	2C	4C	5C	0,35	0,45
Média	1,79	1,80	1,76	1,75	1,78	1,76
Desvio	±0,03	±0,02	±0,03	±0,03	±0,01	±0,04

Fonte: Elaborado pela autora.

Na Tabela 14, observa-se pouca variação da densidade aparente nessas amostras devido à inserção das MPS. Isso pode ter ocorrido devido à aplicação da pressão de conformação na moldagem de 7,10 MPa. A pressão faz com que as partículas do solo e a massa do solo ativada se reorganizem em uma configuração mais densa, empurrando o ar para fora da matriz (AHMARI, 2012). No caso das amostras de resistência à flexão (Tabela 15), apesar da variação da densidade aparente ser pequena, percebe-se uma leve diminuição em função da incorporação da MPS. Esta leve tendência de diminuição de densidade aparente fica evidenciada entre a amostra com 5 camadas da MPS em manta e amostra de referência, sendo que a diferença é de 2,23%. Quando ocorre a inserção de MPS em tira, o impacto na densidade aparente é menor, a diferença fica em 1,68% entre amostra de referência e amostra com 0,35% de MPS. Vale ressaltar que a pressão de conformação foi de 2,08 MPa para as amostras de resistência à flexão.

Trabalhos relatam medida de densidade aparente similares. Por exemplo, Burbano-Garcia *et al.* (2022) obtiveram a densidade aparente de 1,72 g/cm^3 para adobe com 0,25% de microfibras de polipropileno, sem pressão de compactação. Sore *et al.* (2018) produziram bloco de terra compactado e geopolímero (15%) e alcançaram a densidade aparente de 1,73 g/cm^3.

A Tabela 16 mostra índice de absorção da amostra de tijolo geopolímero em função da adição de MPS em formato de manta e amostra de referência. Ressalta-se que foram coletadas 2 amostras de cada corpo de prova: uma localizada no meio (M) e a outra na ponta (P) como mostra Figura 21. A Tabela 16 apresenta a taxa percentual absorção de

água, taxa de absorção do meio (M) em relação à taxa de absorção da ponta (P), taxa média de absorção entre ponta e meio e o desvio padrão, conforme adição de MPS em forma de manta e tira.

Tabela 16: Resultados do índice de absorção de água.

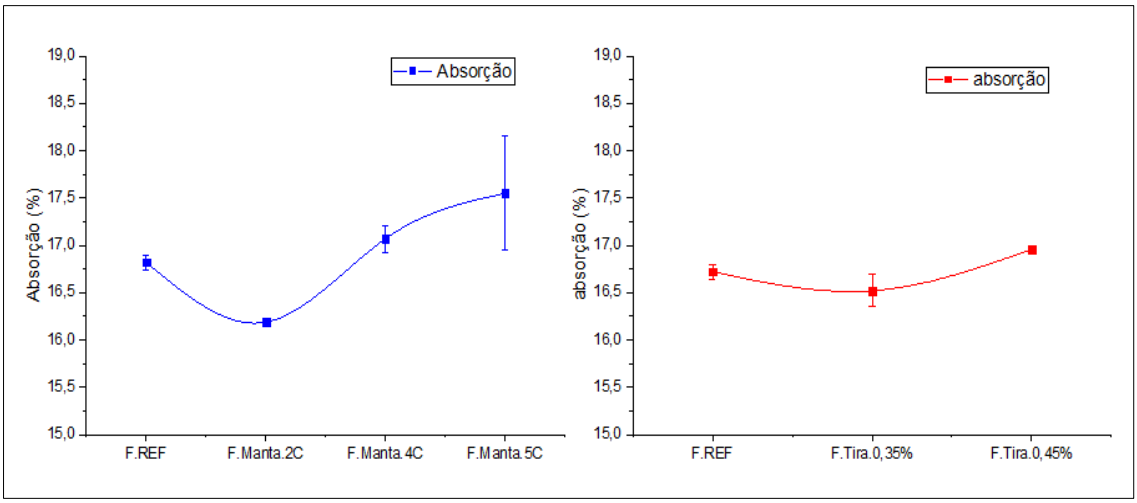
Amostras	Índice de Absorção %	Relação de Absorção (M/P) %	Média Absorção %	Desvio padrão
F.REF P	16,76	0,67		
F.REF M	16,87		16,82	0,08
F.Manta.2C P	16,21	-0,21		
F.Manta.2C M	16,17		16,19	0,02
F.Manta.4C P	17,17	-1,12		
F.Manta.4C M	16,98		17,07	0,14
F.Manta.5C P	17,98	-4,75		
F.Manta.5C M	17,13		17,55	0,60
F.Tira.0,35% P	16,41	0,01		
F.Tira.0,35% M	16,64		16,52	0,17
F.Tira.0,45% P	16,97	0		
F.Tira.0,45% M	16,96		16,96	0,01

Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se na Tabela 16 que há diferença na taxa de absorção do meio em relação à ponta do corpo de prova. Na amostra de referência a absorção do meio é maior 0,67% em relação a ponta. No entanto, à medida que são adicionadas camadas de MPS em manta, a absorção no meio diminui em relação à ponta, resultando em 4,75%. Esses resultados podem ser indicativos que o aumento de número de camadas de MPS geram mais poros nas extremidades. Uma das prováveis causas pode ser atribuída à pressão de conformação não ser distribuída uniformemente. Isso será melhor discutido na seção sobre resistência à flexão, a seguir. Além disso, nota-se quando é alterado o formato geométrico e distribuição das MPS, a diferença da absorção entre meio e ponta é praticamente nulo.

A Figura 44 apresenta gráficos da média de absorção de água em função do acréscimo de MPS.

Figura 44: Taxa de absorção de água em função do teor de MPS.



Fonte: Elaborado pela autora.

Nota-se na Figura 44 que amostra com 2 camadas de MPS apresenta 16,19% de absorção de água, em contrapartida, a amostra com 5 camadas de MPS em manta atinge 17,55% de absorção. Ou seja, a adição das mantas resulta em um aumento de 8,40% na absorção de água. No caso das amostras com MPS em tiras, estas apresentam pouco aumento em função da adição de MPS. O índice de absorção de água da amostra com teor de 0,35% MPS em tira é de 16,52%. Este resultado é 2,59% menor que a amostra com teor de 0,45%, indicando que a inserção das MPS impactou pouco. No entanto, segundo SALIH *et al.* (2020), a absorção de água tem papel importante na ligação entre fibras e partículas do solo. A elevada absorção de água pode prejudicar a ligação solo-fibra.

Os resultados de absorção de água obtidos são razoáveis, pois estão abaixo do determinado pelas normas técnicas. A norma NBR 15270-1:2025 estabelece que o limite para o índice de absorção de água deve estar entre 8% e 21% para tijolo cerâmico. A NBR 8491:2012 determina que a média dos valores de absorção de água não pode ultrapassar 20%, e o valor de absorção de cada tijolo considerado individualmente não deve superar 22%.

Tendo em vista que são raros trabalhos com geopolímero com MPS, para efeito de comparação com a literatura, adotou-se a pesquisa com solo, cimento ou geopolímero e fibras diversas ou polímeros. Binici *et al.* (2005) misturaram cimento, PS, cal, gesso e água e obtiveram 33,5% de absorção de água. Limami *et al.* (2020) produziram tijolo com solo e 1% de aditivo de PET, e alcançaram 34% de absorção de água.

A Tabela 17 apresenta resultados da porosidade aparente das amostras com e sem MPS em tira e em manta. Para a determinação da porosidade também foi usada a mesma lógica do índice de absorção, sendo retirado amostra do meio (M) e da ponta (P) do corpo de prova.

Tabela 17: Resultados da Porosidade Aparente.

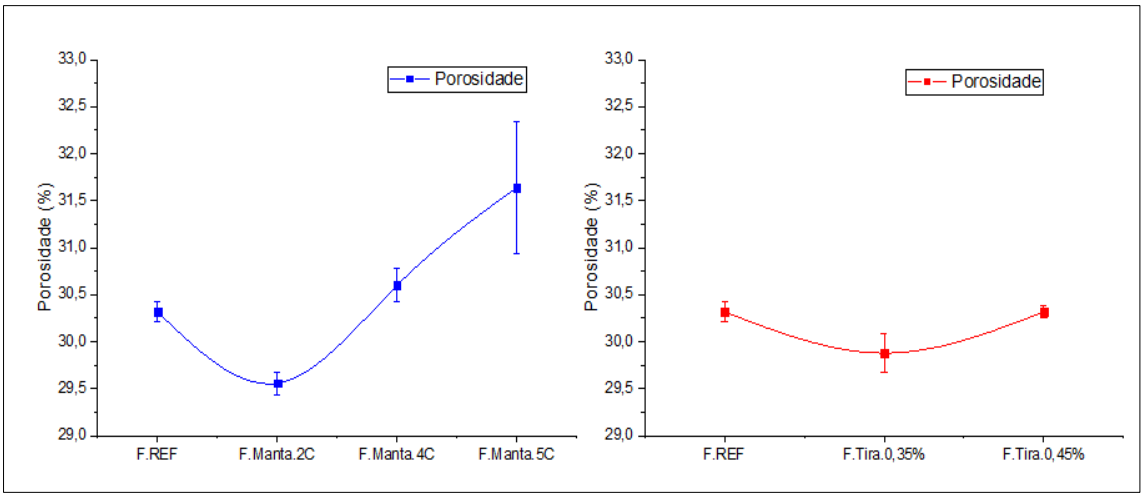
Amostras	Porosidade %	Relação de Porosidade (M/P)	Média da Porosidade	Desvio Padrão
F.REF P	30,24	0,48		
F.REF M	30,39		30,32	0,10
F.Manta.2C P	29,40	0,56		
F.Manta.2C M	29,56		29,56	0,12
F.Manta.4C P	30,73	-0,82		
F.Manta.4C M	30,48		30,60	0,18
F.Manta.5C P	31,64	-3,12		
F.Manta.5C M	30,65		31,15	0,70
F.Tira.0,35% P	29,73	0,99		
F.Tira.0,35% M	30,02		29,88	0,21
F.Tira.0,45 P	30,27	0,31		
F.Tira.0,45 M	30,37		30,32	0,07

Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se (Tabela 17) a diferença da porosidade entre meio e a ponta do corpo de prova, similar ao ocorrido com o índice de absorção. Na amostra referência, sem MPS, e amostra com 2 camadas de MPS apresenta a porosidade (M) maior que a parte da ponta (P). À medida que são adicionadas camadas de MPS em manta, gera-se pequeno aumento da porosidade na ponta (P), resultando em porosidade (M) 3,12% abaixo da porosidade (P). A justificativa de maior porosidade nas extremidades, conforme adição de camada, como no índice absorção, é a possível menor pressão de conformação nas pontas, resultando em menor retirada de ar nas extremidades (AHMARI *et al.*, 2012).

A Figura 45 apresenta gráficos distintos do percentual da porosidade aparente em função do teor de MPS: em manta (esquerda) e tira (direita). Embora não se verifiquem diferenças significativas entre amostras, observa-se que o maior resultado de porosidade dos dois gráficos é 31,15%, correspondente a amostra com 5 camadas de MPS, 2,74% superior a amostra de referência, indicando um leve aumento da porosidade com acréscimo de camadas de MPS em manta.

Figura 45: Porosidade aparente em função do teor de MPS.



Fonte: Elaborado pela autora.

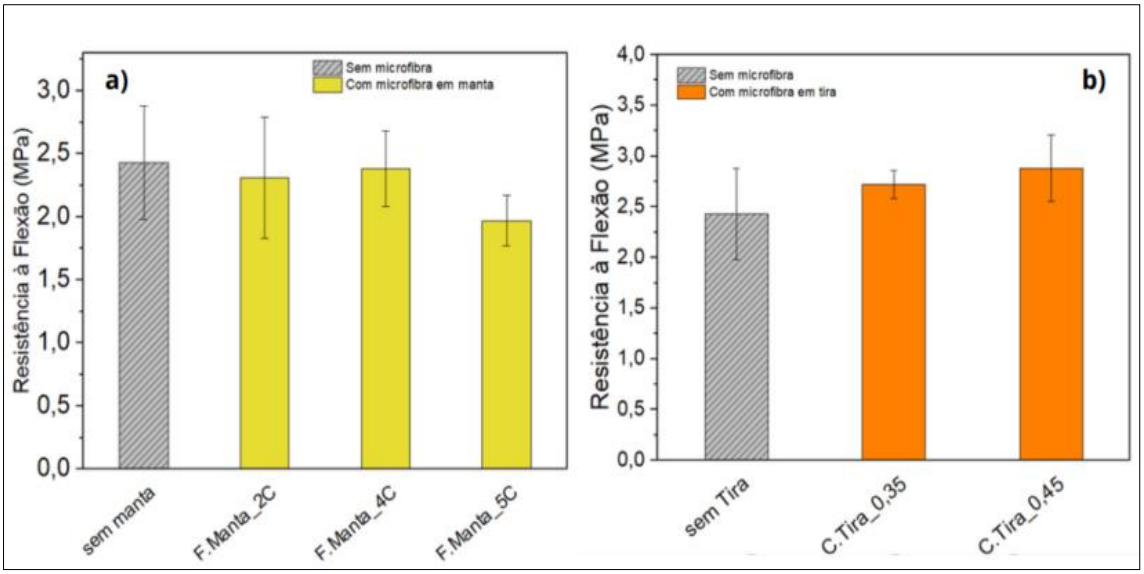
No caso da inserção de MPS em tira não resulta em nenhum impacto, ou seja, a porosidade da amostra com teor de 0,45% de MPS em tira é igual a porosidade da amostra de referência. No entanto, é possível notar que a porosidade da amostra com teor de 0,45% de MPS é 1,50% superior que a amostra com teor 0,35% de MPS em tira, um possível indicativo de leve aumento em função ao acréscimo da quantidade de microfibra adicionada. Além disso, a Figura 47 (seção 5.2.2) mostra que as amostras com MPS em manta gera mais poros em relação à amostra com MPS em tira. Para efeito comparativo, convém mencionar que Limami *et al.* (2020) produziram tijolo com solo e 1% de aditivo de PET alcançaram 17% de porosidade.

5.2.2 Ensaio de Resistência à flexão

A Figura 46(a) apresenta o gráfico referente à resistência à flexão das amostras com MPS em forma de manta com 2, 4, 5 camadas e da amostra de referência. A Figura 46 (b) mostra os resultados das amostras de MPS em tiras com teores de 0,35% e 0,45%. O maior valor de resistência à flexão alcançado (amostras com manta) é 2,38 MPa (Figura 46a), referente à amostra com MPS em manta com 4 camadas; apesar disso, é 2,06% menor que a amostra de referência (2,43 MPa). Embora não haja uma variação significativa entre a resistência à flexão das amostras com MPS em camadas, observa-se uma pequena tendência de queda. de resistência à flexão da amostra com MPS com 5 camadas, que atingiu 1,97 MPa, ficando 18,93% abaixo que amostra de referência. Por outro lado, a amostra com 0,45% de MPS em tiras (Figura 46b) apresenta a resistência de

2,88 MPa, um aumento de 18,51% relação à amostra de referência. Isso indica uma pequena tendência de elevação da resistência com adição de MPS em tira e consiste no melhor resultado de resistência à flexão obtido. É possível que o acréscimo do teor de MPS aumente a resistência à flexão, o que precisa ser melhor investigado em futuros trabalhos. Observa-se o desvio padrão um pouco significativo para algumas amostras, o que pode ter ocorrido devido ao processo de produção manual e a inserção da MPS no tijolo de geopolímero, o que está detalhado nos parágrafos a seguir. Ressalta-se que os dados da resistência à flexão encontram-se detalhados no Apêndice D.

Figura 46: Resultados de resistência à flexão: a) Amostras com e sem MPS em manta; b) Amostras com e sem MPS em tiras.



Fonte: Elaborado pela autora.

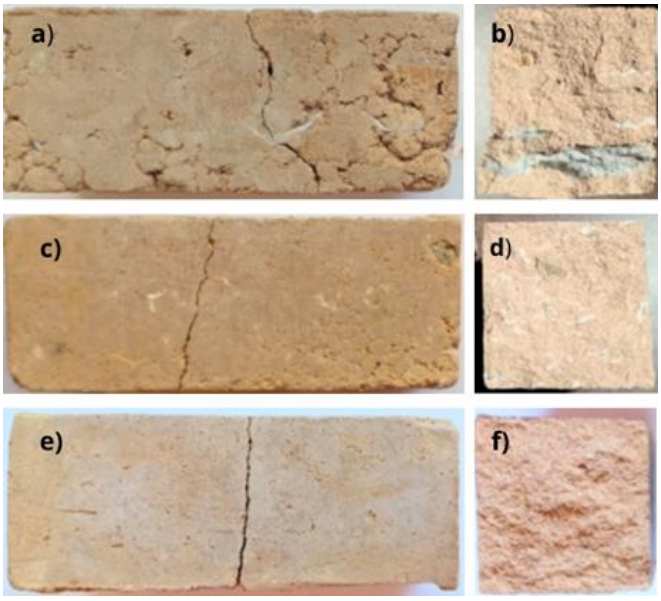
Destaca-se que o plano inicial deste tipo de teste era inserir um maior número de camadas nas amostras para os ensaios de resistência à flexão, igualando a quantidade de MPS em tira. No entanto, surgiram dificuldades que inviabilizaram esse aumento. Ao inserir 6 e 7 camadas de manta de MPS, observou-se certa repulsão entre a manta de MPS e a matriz, provavelmente decorrente da matriz ser hidrofílica e a MPS hidrofóbica, o que levou a massa de solo ativado a ultrapassar o molde, dificultando a moldagem das amostras. Isso exigia o aumento da força de conformação, que estava padronizada em 0,5 t. Dessa forma, o número máximo de camada introduzidas foi 5. Além disso, também tentou aumentar a espessura da manta de PS. Isso resultou no processo de delaminação da amostra, o que será abordado nos itens 5.2.3, 5.2.5 e no Apêndice C. Ressalta-se que,

mesmo com a pouca quantidade de MPS em manta, foi possível identificar os efeitos na amostra de tijolo geopolímero, conforme discutido a seguir.

O menor desempenho das amostras com MPS em manta (5 camadas, 1,97 MPa) pode ser explicado devido às características das mantas e pelas dificuldades ocorridas durante a moldagem, tais como: diminuição de trabalhabilidade do solo ativado (solo seco) e falhas na compactação, resultando em defeitos discutidos nos parágrafos a seguir.

A Figura 47 mostra imagens das seguintes amostras para os ensaios de resistência à flexão: MPS em manta (5 camadas), MPS em tira (0,45%) e sem adição de MPS. Observa-se maior descontinuidade de compactação, presença de fissuras, falha no preenchimento do solo ativado e poros ou espaços vazios na amostra com MPS em manta (Figura 47a-b), em comparação com as amostras com teor 0,45% de MPS em tira (Figura 47c-d) e com amostra de referência (Figura 47e-f).

Figura 47: Imagens da superfície do corpo de prova e na fratura das amostras com: a) e b) MPS em manta com 5 camadas; c) e d) MPS em tira 0,45%; e) e f) Sem MPS.



Fonte: Elaborado pela autora.

A descontinuidade de compactação e a presença de poros podem ser explicadas devido à inserção de fibras e pela demanda de água que excede a quantidade determinada na proporção de componentes listados na Tabela 4. Segundo Burbano-Garcia *el al* (2022), apesar das fibras poliméricas não absorverem água, a área de superfície das fibras pode afetar a demanda por água. Além disso, Mao *et al.* (2022) afirmam que uma das propriedades da superfície superhidrofóbica é o aumento de demanda de água. Dessa

forma, as MPS em manta introduzidas nas amostras são hidrofóbicas (Figura 42) e com área diâmetro médio de 4,5 µm (Figura 38b). Estas características podem ter demandado maior quantidade de água. No entanto, a quantidade de água permaneceu constante para todas as amostras produzidas. Isto resultou em uma massa de tijolo mais seca, afetando a trabalhabilidade e dificultando a moldagem. Alguns estudos relatam que a inserção de fibra reduz a trabalhabilidade da matriz (GANDIA *et al*., 2019; MUÑOZ *et al*., 2020; HADDAJI *et al*., 2021)

Nestas condições, para diminuir os poros seria necessário aumentar a pressão de conformação, forçando as partículas a ficarem mais próximas e expulsando o ar (AHMARI *et al.*, 2012). No entanto, neste estudo a pressão (2 MPa) adotada permaneceu constante para todas as amostras produzidas para os ensaios de resistência à flexão. Em alta pressão de formação e baixos teores de água, as deformações são principalmente plásticas, o que leva a redução do volume de vazios dentro da matriz granular (AHMARI *et al.*, 2012).

Outro ponto a ser destacado em relação à formação de poros e fissuras é que a MPS em forma de manta é hidrofóbica (Figura 42) e a matriz composta de geopolímero e solo é hidrofílica (DOLLENTE *et al.*, 2023). As substâncias hidrofóbicas e hidrofílicas são essencialmente incompatíveis (MAO *et al.*, 2022), o que pode resultar em ligação fraca entre matriz e MPS, prejudicando a interação entre a MPS em manta e a matriz (HADDAJI *et al*., 2021). Em geral, os polímeros têm comportamento hidrofóbico, o que resulta em baixa energia de superfície, cuja origem são as ligações C-C não polares dos polímeros (RANJBAR *et al.*, 2016).

Em sínese, pode-se dizer que a resistência à flexão das amostras de MPS em manta (Figura 46a) corrobora os resultados da porosidade (Tabela 17) e densidade aparente (Tabela 15). Ou seja, a porosidade, densidade aparente e resistência à flexão apresentaram poucos impactos significativos com a adição de MPS em manta. A amostra com MPS em manta (5 camadas) apresentou o maior resultado na porosidade e maior densidade aparente, além da menor resistência à flexão.

Por outro lado, as amostras com MPS em tira apresentam melhor desempenho mecânico em relação às MPS em forma de manta. Isso provavelmente se deve ao fato de que a MPS em tiras com partículas de solo e metacaulinita é hidrofílica (Figura 42), possibilitando uma melhor interação entre MPS e matriz. Tanto as fibras orgânicas como as inorgânicas são capazes de aderir a matriz geopolimérica (NATALI *et al.*, 2011), possibilitando melhor compatibilização entre a matriz e a MPS.

Além disso, a mistura prévia da MPS com solo e metacaulinita possibilitou a geopolimerização e a melhor aglutinação entre partículas de solo no interior da tira (Figura 43a e Figura 43b). Isso pode ter ocorrido provavelmente devido a mistura prévia da metacaulinita, solo e MPS em tiras e o espaçamento entre as microfibras e tamanho das partículas (Figura 39), contribuindo para a ancoragem entre o solo e a metacaulinita no interior da MPS em tira, conforme mostra a Figura 43a. Quando a parte líquida, composta por NaOH e Na_2O_3 e água, penetra na MPS em tira e encontra a metacaulinita, ocorre a geopolimerização no interior da MPS, como mostra a Figura 43(b), formando emaranhado de MPS, massa de solo ativado e vazios. A pressão de conformação aproxima a massa ativada, solo e MPS em tira, melhorando a compactação da massa ativada e da MPS, o que pode ser confirmado por meio das micrografias apresentadas e discutidas na seção 5.2.4.

O comportamento mecânico é afetado pelas ligações fibra-matriz, matriz-matriz e fibra-fibra. Os pontos de contatos são responsáveis pela transmissão das tensões entre fibra e matriz. As características das fibras como dimensão, superfície e quantidade de fibras influenciam em tais ligações (DONKOR, 2015). Dessa forma, no caso das amostras de MPS em tira tem ao mesmo tempo ligações fibra-matriz e fibra-fibra. Ressalta-se que o controle das regiões da MPS com e sem a massa solo ativado, não está no escopo do trabalho, e pode justificar desvio padrão um pouco alto.

As MPS em tiras produzidas têm o diâmetro na ordem de mícron e demandam água como ocorre com as MPS em manta ora explicitado, o que impacta na trabalhabilidade. Ao contrário da MPS em manta, a inserção MPS em tira na matriz com seu tamanho menor leva à melhor compactação, o que pode ser visualizado na Figura 47c, sem poros na superfície da amostra. Segundo Muñoz *et al.* (2020), a adição de fibras ou reforços auxilia na compactação de tijolos ou blocos de solo.

Observa-se uma diferença de 31,70% entre as amostras com MPS em tira e em manta nos resultados de resistência à flexão, o que pode estar relacionado às quantidades inseridas de MPS. No total de 0,549g de MPS em tira foi inserida na amostra com o teor de 0,45% de MPS, sendo maior que a quantidade na amostra com 5 camadas de manta (0,095g), o que pode ter influenciado no melhor desempenho das MPS em tiras. Neste sentido, destaca-se que o desempenho mecânico pode ser influenciado pela geometria, forma, comprimento, distribuição, teor e orientação das microfibras (FERNANDES, 2023; CALLISTER, 2012). Muñoz *et al.* (2020) demonstraram que quanto menor o

tamanho da fibra, melhor o desempenho mecânico, pois fibras menores misturam-se mais facilmente com o solo. No caso deste estudo, a MPS em tira tem o tamanho de 2 x 15 mm, que é menor que a MPS em manta (30 x 80 mm) e tem mais facilidade de se misturar com solo e metacaulinita e dispersar ao longo da amostra, enquanto a MPS em manta concentra-se em uma camada.

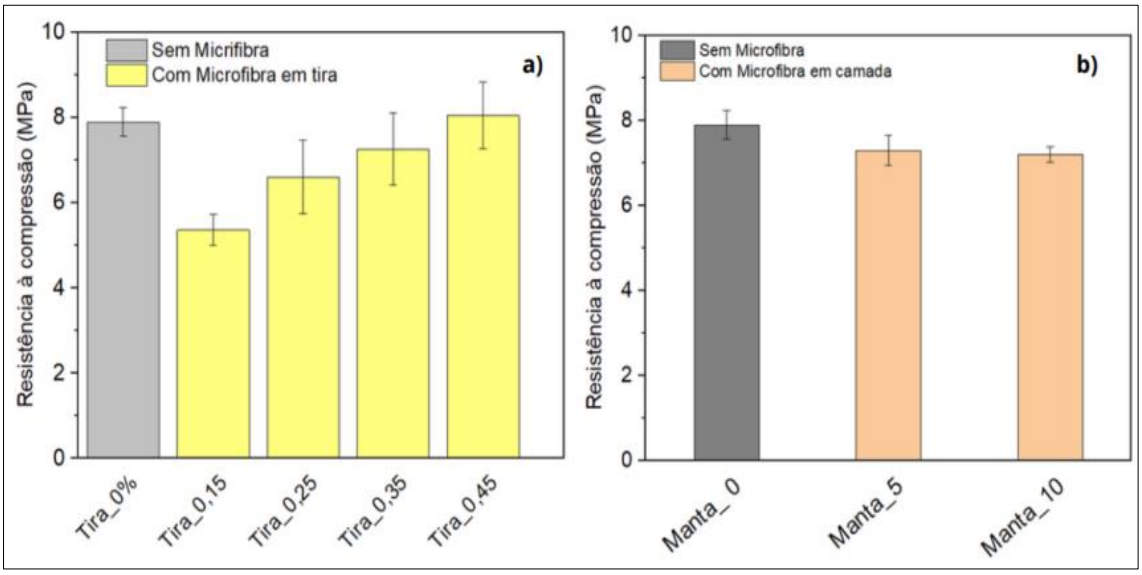
As amostras produzidas apresentam resultados superiores de resistência à flexão em comparação com alguns trabalhos da literatura. É importante destacar que estudos similares são raros usando tijolo de geopolímero com solo e MPS eletrofiada. Dessa forma, para efeito de comparação de resistência à flexão, são adotadas pesquisas que usaram adobe e polímero com ou sem aglutinante. Donkor *et al.* (2015) misturou solo, macrofibra de polipropileno (0,82 mm de diâmetro e 54mm de comprimento) e cimento, com teor de 0,4% de fibra PP, e obteve o valor máximo de resistência à flexão de 0,83 MPa, representado um ganho de 22% em relação à amostra de referência. Acima dessa fração a resistência à flexão diminui. Burbano-Garcia *et al.* (2022) produziram adobe tradicional composto por solo, fibrila de PP e água com compactação manual. A inserção resultou em um decréscimo de resistência de flexão. As amostras com 0% e 1% de fibrila de PP resultou em 0,67 MPa e 0,38 MPa respectivamente, 43% inferior a amostra sem reforço.

5.2.3 Ensaio Resistência à Compressão

Os resultados de resistência à compressão das amostras dos tijolos de geopolímeros são apresentados na Figura 48(a) e Figura 48(b). A Figura 48 (a) apresenta amostras de MPS com fração de 0%, 0,15%, 0,25%, 0,35%, 0,45%. Amostras com MPS em forma de manta e distribuídas em 5 camadas e 10 camadas, são apresentadas na Figura 48(b).

Ao analisar apenas a resistência à compressão da amostra de referência com 0% de MPS, o resultado obtido foi de 7,91 MPa. Este valor pode ser considerado elevado quando comparado com norma brasileria NBR16814:2020 - Adobe requisitos e métodos, cujo valor mínimo determinado é de 1,5 MPa para tijolo adobe. O valor atingido de 7,91 MPa deve-se, provavelmente, ao uso de geopolimero (15% em massa) misturado com solo e compactado mecanicamente. Este resultado também é compatível com o estudo de Sore *et al.* (2018) que estabilizaram os blocos de terra compactados com 15% de geopolímero de metacaulinita e laterita, e obteve resistência à compressão de 6.67 MPa.

Figura 48: Resultados das médias de resistência à compressão da MPS: a) Em tiras distribuída ao longo da amostra; b) Mantas distribuídas em camadas.



Fonte: Elaborado pela autora.

O menor valor de resistência à compressão foi da amostra com 0,15% de MPS em tira que atingiu 5,36 MPa, sendo 32% menor que amostra de referência e 33,0% menor do melhor resultado. A amostra com 0,45% de MPS em tira atingiu a resistência à compressão de 8,04 MPa, sendo melhor resultado da série, 2% maior que amostra de referência. Dessa forma, inserção de MPS em forma de tira produziu leve impacto positivo na resistência a compressão com teor de 0,45% de MPS. Tais resultados apontam que o teor das microfibras podem melhorar as propriedades mecânicas (WU *et al*., 2019; CALLISTER, 2012). Seria interessante investigar a introdução de MPS em tiras em teores mais elevados em trabalhos futuros. Ressalta-se que os dados da resistência à compressão estão detalhados no Apêndice D.

Por outro lado, observa-se no gráfico da Figura 48(a) que adição de MPS em tiras produz aumento na resistência à compressão. Isso pode ser explicado de modo similar ao que foi descrito no item de resistência à flexão. A superfície composta por MPS em tira com metacaulinita e solo é hidrofílica (Figura 42) devido acúmulo de partículas do solo e metacaulinita que viabiliza a geopolimerização interior da MPS em tira (Figura 43b), principalmente nas extremidades da tira. Para auxiliar na compreensão do processo, pode-se comparar com as microfibra de polipopileno tipo fibrilas. Esta é composta por uma estrutura em malha de finos filamentos de seção retangular que promove um aumento

na adesão com a matriz cimentícia, devido a um efeito de intertravamento (FERNANDES, 2023).

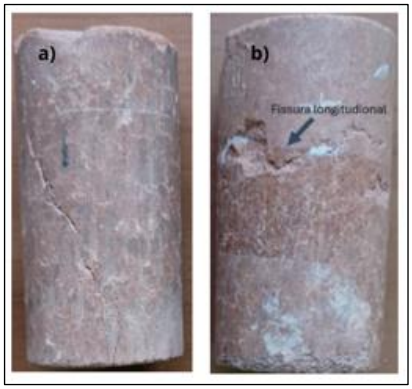
Além disso, a inserção da fibra demanda uma quantidade de água maior do que especificado nas proporções de componentes listados na Tabela 4, o que diminue a trabalhabilidade da massa da matriz, tornando-a mais seca e com mais poros. No entanto, a pressão de conformação de 7MPa consegue reduzir os poros, compactando melhor as particulas da matriz.

Os resultados de resistência à compressão das amostras com MPS em camadas são apresentados na Figura 48(b). A amostra com 5 camadas apresenta resistência compressão de 7,26 MPa, um pouco abaixo (8,22%) da amostra de referência e 9,2% menor do melhor resultado, que corresponde a amostra com 0,45% de MPS em tira. Similar ao caso de resistência à flexão, no caso de resistência à compressão, as amostras com MPS em tira apresentam um desempenho levemente melhor em comparação com as amostra com MPS em camadas. Também é observado que não há variação na resistência à compressão com aumento de camadas, sugerindo que aumento de camadas de mantas pode não impactar na resistência à compressão.

Uma das possíveis causas dos resultados acima pode ser atribuída à pequena quantidade de MPS em forma de manta inserida. As amostras com 5 camadas de MPS contém em torno de 0,012g (0,01%) e com 10 camadas contém cerca de 0,024g (0,02%); são valores relativamente baixos quando comparados às amostras com MPS em tira para os ensaios de resistência à compressão. Essas amostras apresentam massa de MPS em tira que varia entre 0,103g (0,15%) e 0,31g (0,45%).

Outro ponto relevante, as amostras em camadas de MPS em manta podem ser consideradas como uma estrutura laminada. Segundo Alzeer *et al.* (2012), esta estrutura laminada no ensaio de resistência à compressão durante aplicação de força produz aparecimento de uma fissura com propagação longitudional, é um comportamento esperado de fibras longas relativamente elásticas embutidas em matriz fraca (Alzeer *et al.,* 2012). Na Figura 49(b), nota-se fissura longitudional e uma leve deformação na amostra, quando há aparecimento de expansão ou deformação na superfície do corpo de prova, o que significa uma fraca resistência à compressão (DOLLENTE *et al.,* 2023). Além disso, o padrão esperado para esse tipo de amostra é de fissura diagonal (DOLLENTE *et al.,* 2023)., como ocorreu na amostra da Figura 49(a).

Figura 49: a) Amostra em tira com 0,45% de MPS; b) Amostra com 10 camadas de MPS em manta.



Fonte: Elaborado pela autora

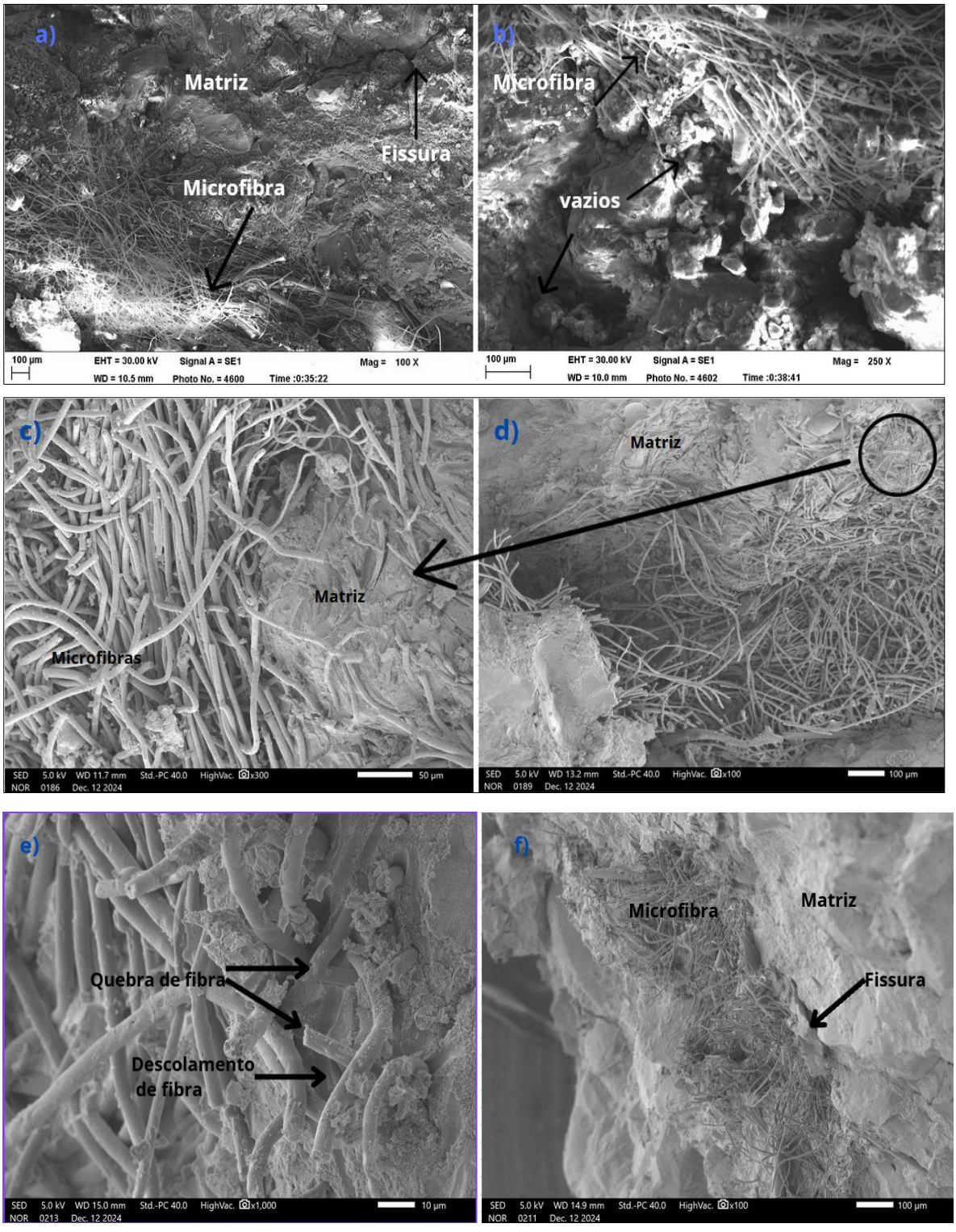
Como ocorreu com as amostras de resistência à flexão, a inserção de MPS afeta a demanda de água, levando a desafios na moldagem e compactação da massa (DOLLENTE *et al.*, 2023), e criando poros. No entanto, no caso das amostras de resistência à compressão a pressão de conformação é maior (7 MPa), resultando maior expulsão de ar e menos poros, conforme a Figura 49(a). Além disso, DOLLENTE *et al.* (2023) afirmam que a inserção e aglomeração das fibras criam mais poros, o que pode também ser responsável pelo não aumento da resistência da amostra com 10 camadas.

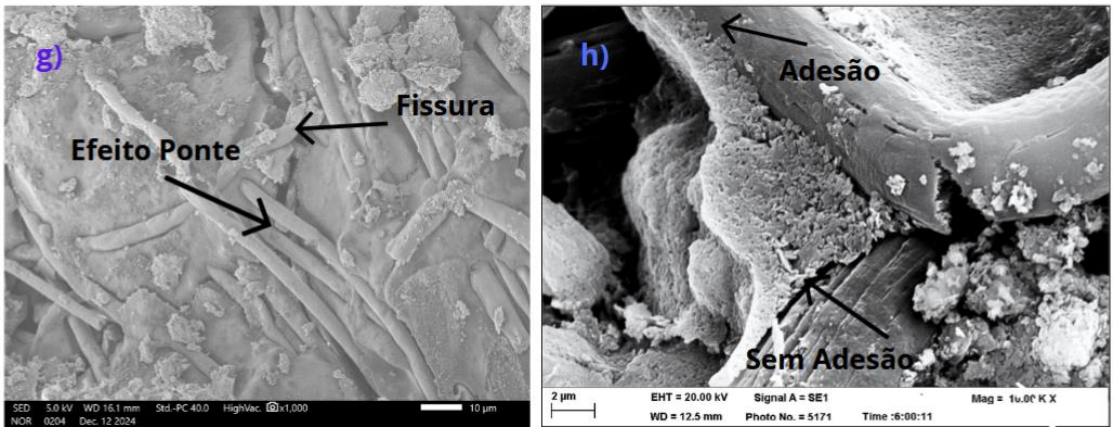
Em comparação com outros trabalhos, Donkor (2015) produziu bloco compactado de solo cimento reforçados com fibras de polipropileno (0,4%) e atingiu a resistência à compressão máxima de 5,2 MPa, 22,90% maior que a referência. Neste caso, a pressão de conformação aplicada foi de 1,6 MPa. Burbano-Garcia *et al.* (2022) produziram tijolos utilizando solo e PP com compactação manual. Como resultado, a resistência à compressão foi de 2,07 MPa com 0,25% de fibra, 24% menor que a amostra de referência. A amostra desenvolvida no presente estudo com 0,45% de teor MPS em tira atingiu 8,08 MPa.

5.2.4 Análise morfológica e estrutural

Para entender o impacto da inserção da MPS na microestrutura, a análise microestrutural foi conduzida usando a caracterização por microscopia de varredura eletrônica (MEV) com imagens apresentadas na Figura 50.

Figura 50: micrografia de MEV de amostra de MPS: a) e b) Em forma de manta com 5 camadas, barra de escala 100 µm; c) e d) Em forma de tira com teor de 0,45%, barra de escala 50 µm e 100 µm; e) e f) Em forma de tiras com 0,35%, barra de escala 10 µm e 100 µm; g) Em tira com teor de 0,45%, barra de escala 10 µm; h) Em tira com teor de 0,15%, barra de escala 2 µm.





Fonte: Elaborado pela autora

As Figura 50(a) e (b) mostram as imagens da amostra com 5 camadas de mantas para medida de resistência à flexão com ampliação de 100x (barra escalar100 μm) e 250x (barra escalar 100 μm). Observam-se poros próximos a MPS em manta (Figura 50a), gerando fraca ligação entre a matriz e MPS, descontinuidade de compactação e presença de vazios. A micrografia confirma que os poros não se limitam a superfície da amostra Figura 47(a), mas também no seu interior, provavelmente contribuindo para menor resistência da série (Figura 46 a). Segundo Burbano-Garcia *el al* (2022), a aglomeração de fibras gera poros e baixa resistência mecânica.

As Figura 50 (c) e Figura 50(d) mostram as micrografias da amostra com 0,45% MPS em tira produzidas para medidas de resistência à flexão com ampliação de 300X (barra escalar 50 μm) e 100X (barra de escala 100μm). Na Figura 50 (d), observa-se a presença apenas de MPS sem a matriz na região central da tira, configurando-se contato fibra-fibra. Por outro lado, nas extremidades da MPS, (Figura 50 c), nota-se MPS misturadas com a matriz, o que pode favorecer uma melhor interação matriz-fibra (DONKOR,2015) como foi explicitado anteriormente no item de resistência à flexão (seção 5.2.2).

As Figura 50 (e) e (f) apresentam as micrografias da amostra contendo 0,35% de MPS em tiras produzidas para o ensaio de resistência à compressão com ampliação 1000X (barra escalar 10 μm) e 100X (barra de escala 100 μm). A micrografia foi realizada na área da fratura, onde se observa que o rompimento ocorre na área que contém apenas fibra (Figura 50f), sem interação da MPS com matriz. A microfibra de PS possui resistência à tração e módulo Young baixos, ainda que não tenha sido avaliado (quando a MPS é puxada com as mãos, ela se desfaz). Além disso, a ausência de massa de solo ativado na parte central da MPS pode ter sido causada pelo processo de mistura, no qual a penetração

da metacaulinita e solo (parte sólida) não atingiram a parte central da tira. Essa ausência afeta a resistência do espécime.

Na Figura 50 (e), nota-se que as fibras estão aderidas à matriz, o que sugere que não houve descolamento nas fibras das extremidades. É possível notar as MPS aderidas à matriz (Figura 50e) estão quebradas e descoladas. Isso significa, que antes de ser descolada e quebrada, a MPS absorveu e dissipou parcialmente a energia da fratura (ZHAO *et al.,* 2016). A ruptura, o arrancamento e o descolamento de fibras da matriz são formas de absorver a energia da fratura, a fim de conter a propagação de fissuras que ocorrem na falha de flexão e compressão (ZHAO *et al.,* 2016, BERTELSEN *et al*., 2020).

A Figura 50 (g) mostra micrografia de amostra com teor de 0,45% de MPS em tira, ampliado 1000X (barra escalar de10 μm), no plano da fratura do espécime submetido a carga de compressão. Observa-se a ocorrência de efeito ponte sobre fissura, o que pode auxiliar na contenção de desenvolvimento das fissuras. Segundo Ranbjar *et al.* (2016), a fibra individual não consegue conter a fissura, mas várias fibras juntas podem conseguir absorver e dissipar a energia.

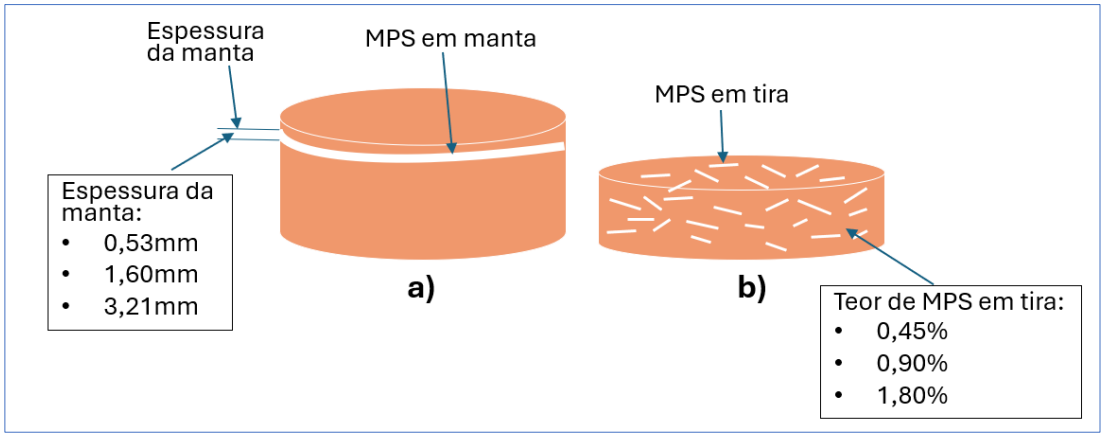
A Figura 50 (h) apresenta micrografia da amostra com 0,15% de MPS em tira com ampliação de 10.000X (barra escalar 2 μm). É possível notar uma parte da MPS está aderida à massa solo ativado, enquanto outra parte da MPS não apresenta adesão. Na literatura, foi detectada certa divergência. Ranjbar *et al* (2016) afirmam que a pasta de geopolímero é hidrofílica e a microfibra de polipropileno é hidrofóbico resultando contato fraco. No entanto, para Natali *et al.* (2011) tanto as fibras orgânicas quanto as inorgânicas são capazes de aderir suficientemente à matriz do geopolímero. Isso pode ser uma justificativa para leve aumento da resistência à compressão.

5.2.5 Análise da Condutividade Térmica

O comportamento da condução térmica do tijolo de geopolímero foi avaliado levando em consideração parâmetros como: diâmetro, forma geométrica, distribuição e quantidade de MPS. Como descrito anteriormente, foram usadas microfibras do tipo MPS-01 com diâmetro médio de 4,5μm e produzida com 40±3% de umidade. Também foi usada a MPS-02 com diâmetro médio de 8,1 μm, produzidas com 57±3% de umidade. Em relação à distribuição, tanto a MPS-01 como MPS-02 foram dispostas em camadas na forma de manta circular nas espessuras 0,53, 1,60 e 3,21mm. Na forma de tiras, as

MPS-01 foram distribuídas aleatoriamente nos teores de 0,45, 0,9 e 1,80%. Para melhor entendimento, a Figura 51 apresenta desenho esquemático dos dois tipos de amostras com MPS em manta e em tiras.

Figura 51: Desenho esquemático das amostras com MPS: a) Em manta; b) Em tira



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 18 apresenta a espessura da manta, teor de MPS em tira, os resultados de condutividade térmica para as MPS-1 em manta, MPS-02 em manta, MPS-01 em tiras e codificação das amostras. Observa-se que todas as medidas de condutividade térmica das amostras com MPS estão com valores abaixo da amostra de referência que atingiu 0,97 ±0,02 W/mK. Isso indica que a inserção da MPS pode contribuir na redução da condutividade térmica do tijolo geopolímero, sendo um impacto favorável na busca por materiais isolantes para as condições climáticas de regiões quentes. Nota-se na Tabela 18 que a amostra C.MPS-01.T.1,80 atinge o menor valor de condutividade térmica, de 0,64 W/mK, está 34% abaixo da amostra de referência. É um resultado significativo que aponta que o uso de MPS em forma de tira com teor de 1,80%, é a melhor opção como isolante térmico. O menor potencial de isolante da série é da amostra C.MPS-02.M.0,53, que apresentou a maior condutividade térmica entre as amostras com incorporação de MPS, com uma condutividade de 0,79±0,10 W/mK. Isto revela que a MPS-02 com morfologia produzida, em forma de manta e espessura em torno de 0,53 mm tem leve efeito na diminuição da condutividade, 19% abaixo da amostra de referência. Segundo Walbrück *et al.* (2021), a redução na condutividade térmica está atrelado ao empacotamento das fibras: um arranjo menos denso dentro da matriz resulta em mais vazios e, por conseguinte em menor condutividade térmica.

Tabela 18: Condutividade térmica das amostras de tijolo de geopolímero.

Espessura da manta (mm)	**Teor de MPS em tira (%)**	**Condutividade Térmica MPS-01 em manta (W/mK) Código**	**Condutividade Térmica MPS-02 em manta (W/mK) Código**	**Condutividade Térmica MPS-01 em tira (W/mK) Código**
0,53±0,01	-	0,77±0,05 (C.MPS-01.M.0,53)	0,79±0,10 (C. MPS-02.M.0,53)	-
1,60±0,01	-	0,70±0,06 (C.MPS-01.M.1,60)	0,74±0,05 (C. MPS-02.M.1,60)	-
3,21±0,04	-	0,76±0,02 (C. MPS-01.M.3,21)	0,73±0,02 (C. MPS-02.M.3,21)	-
-	**0,45**	-	-	0,78±0,05 (C.MPS-01.T.0,45)
-	**0,90**	-	-	0,70±0,06 (C.MPS-01.T.0,90)
-	**1,80**	-	-	0,64±0,06 (C.MPS-01.T.1,80)
Amostra de referência, sem MPS (C.0)				0,97±0,02

Fonte: Elaborado pela autora.

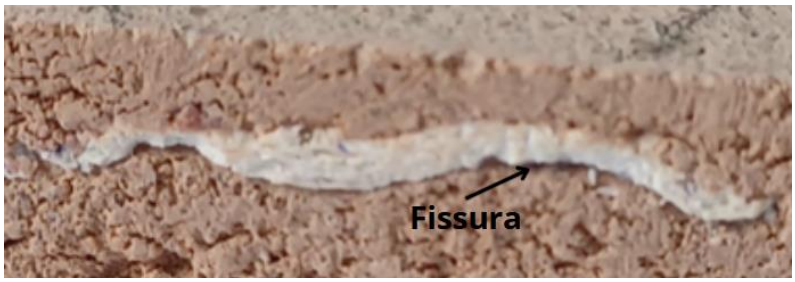
A diferença no teor de massa de MPS inserida na matriz comprova essa afirmação. A massa da MPS em forma de manta, com espessura de 0,53 mm, incorporada na amostra C. MPS-02.M.0.53, foi de 0,098±0,004 g. Em contraste, a massa de MPS em formato de tira, adicionada à amostra com teor de 1,80% de MPS em tira (C.MPS-01.T.1,80), pesou 0,621±0,003 g, evidenciando um incremento de seis vezes em relação à quantidade de manta incorporada na amostra C. MPS-02.M.0,53. A literatura confirma tais resultados; segundo Binici *et al.* (2007), a condutividade térmica diminui conforme o aumento da concentração de fibras.

É importante destacar que a massa de MPS em manta incorporada à amostra C. MPS-01.M.0,53 (0,09g) é aproximadamente a mesma quantidade MPS em manta

introduzida na amostra com 5 camadas de MPS em manta, produzida para as medidas de resistência à flexão, a qual tem o menor de desempenho da série (1,97 MPa) e a condutividade térmica de 0,77±0,05 W/(mK). Como as massas incorporadas de MPS são semelhantes, pode-se inferir que a mesma quantidade adicionada de MPS em manta à amostra resulta em uma redução no desempenho da resistência à flexão. Em compensação, amostra C. MPS-01.M.0,53 apresentou uma redução de 21% na condutividade térmica em comparação com a amostra de referência, indicando uma melhoria no isolamento térmico. Isto pode ser explicado devido a amostra com MPS em manta ter apresentado um leve aumento na porosidade (Tabela 17), além de apresentar vazios visíveis (Figura 47a) na amostra com maior número de camadas (05) de MPS. Os vazios provocam uma menor densificação da amostra (OLIVEIRA, 2025), o que resulta em menor resistência à flexão e em menor condutividade térmica (WALBRUCK *et al.*, 2021). Além disso, a MPS é uma fibra porosa interna, conforme mostra Figura 37(b), e em algumas partes da amostra, há somente microfibra sem matriz e espaços vazio de acordo com a Figura 50 (c) e (d).

Esses resultados apontam o potencial do tijolo de geopolímero com MPS na otimização da condutividade térmica, sem comprometer significativamente as características mecânicas. No entanto, quando se aumenta a espessura da manta de MPS, existe uma tendência de formar fissuras e descolamentos da MPS na matriz, como mostra a Figura 52. Isso pode ser explicado devido a matriz ser hidrofílica e a MPS é hidrofóbica (Figura 42).

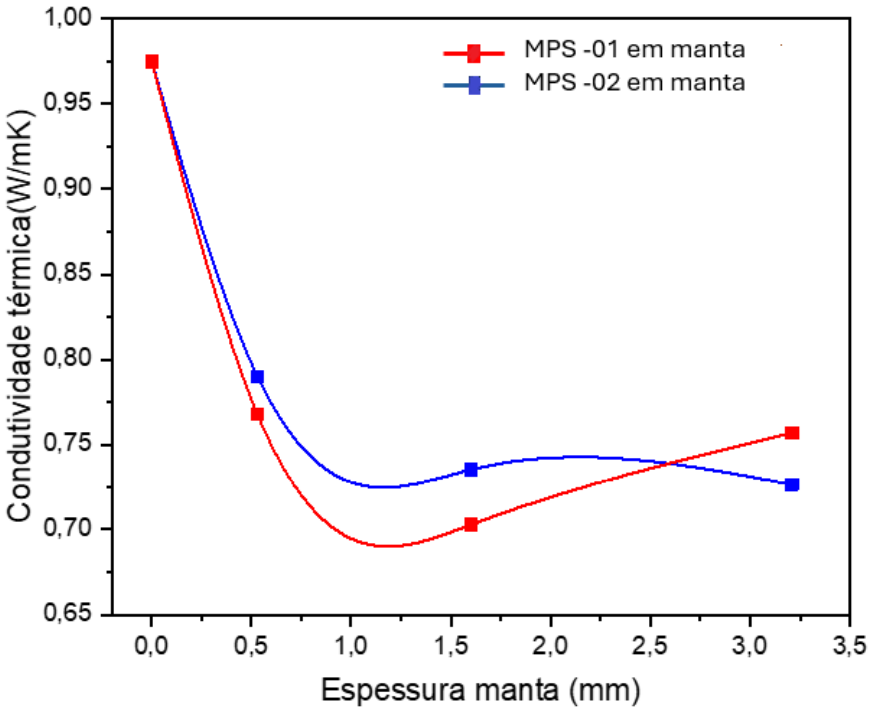
Figura 52: Formação de fissura na amostra com MPS manta.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 53 apresenta gráfico de condutividade térmica das amostras com MPS-01 e MPS02.

Figura 53: Condutividade térmica das amostras com MPS-01 e MPS02.



Fonte: Elaborado pela autora.

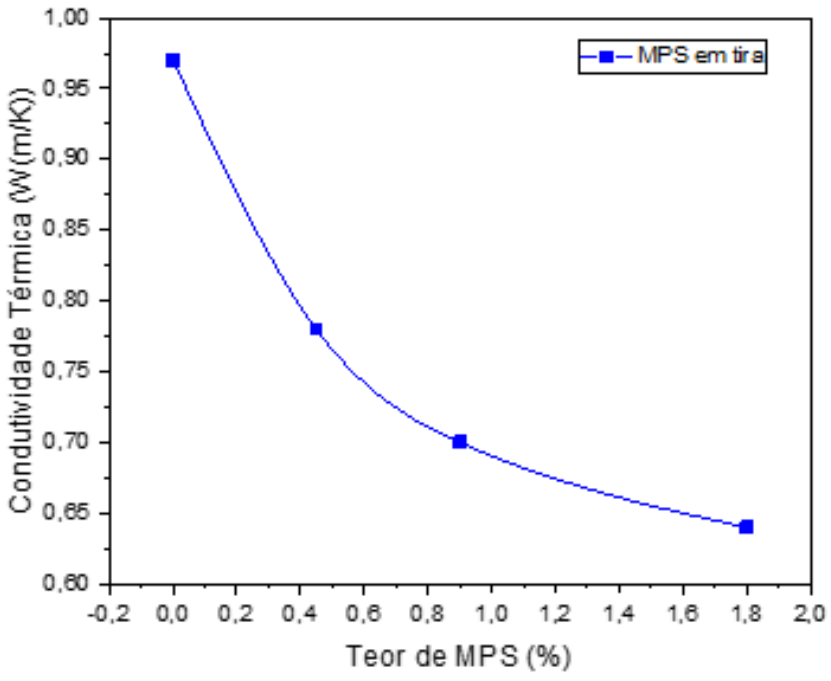
Pode-se verificar pelos dados apresentados na Tabela 18 e no gráfico da Figura 53 que a amostra contendo MPS-02 em manta, com espessura de 0,53 mm, atingiu uma condutividade térmica de 0,79±0,05 W/(mK). A amostra com MPS-02 em manta, com espessura de 3,21±0,04 mm, apresentou uma condutividade térmica de 0,73±0,05 W/(mK) indicando uma ligeira tendência de redução de 7,53 % na condutividade térmica com o aumento da espessura da MPS. Para a amostra com MPS-01 em manta, a condutividade térmica inicial de 0,77±0,05 W/(mK) para uma espessura de 0,533 mm e diminuiu para 0,70±0,06 W/(mK) com aumento da espessura da MPS-01 de 1,60 mm, representando uma diminuição de 9%. Contudo, ao aumentar a espessura da MPS-01 para 3,21 mm, observa-se um aumento da condutividade térmica para 0,76± 0,02 W/(mK). Este aumento não esperado, deve-se a danos causados na amostra durante a medição, resultando no descolamento da parte superior da matriz e exposição da manta de MPS. Apesar dessas ocorrências na medição, os resultados apresentados podem sugerir uma correlação entre o aumento da espessura da manta e a diminuição na condutividade térmica.

No gráfico apresentado na Figura 53, ao comparar as curvas das MPS-01 e MPS-02, observa-se que a MPS-01 exibe uma ligeira tendência de promover uma maior

redução na condutividade térmica, considerando o descolamento da parte superior da matriz durante a medição. Ressalta-se que a MPS-01 apresenta o menor diâmetro, ou seja, 4,5 µm , em comparação ao diâmetro de 8,1 µm da MPS-02. Esses resultados indicam uma tendência que menores diâmetros de MPS estão associados a uma maior redução na condutividade térmica. A literatura corrobora essa tendência, Datsyuki *et al.* (2019) incorporaram manta de nanofibras com diâmetro de 250nm a 500 nm em placas de geopoliméricas e obtiveram condutividade térmica na ordem de 0,27 W/mK para manta de nanofibras com a espessura de 1mm e para manta de nanofibras com espessura de 3 mm, a condutividade térmica alcançou 0,16 W/mK. A diferença entre a condutividade térmica do estudo desenvolvido por Datsyyuki *et al.* (2019) e da presente pesquisa está relacionado ao diâmetro da fibra em escala nano, e além da forma e dos parâmetros usados da produção das nanofibras. Datsyyuki *et al.* (2019) ressaltam que as nanofibras de PS são porosas, o que pode influenciar na diminuição da condutividade. A estrutura da MPS produzida no presente trabalho também é porosa, conforme mostra a Figura 37, podendo ter influenciado nos resultados de condutividade térmica.

A Figura 54 apresenta a condutividade térmica da amostra incorporada com MPS-01 em tira.

Figura 54: Condutividade térmica das amostras com MPS-01 em tira.



Fonte: Elaborado pela autora.

Observa-se, na Figura 54, que a condutividade térmica diminui conforme o aumento da concentração de MPS-01, resultando na redução de 18% da condutividade térmica da amostra com teor de 1,8% de MPS em tira em relação à amostra com teor de 0,45% de MPS em tira.

Na literatura, são raros os trabalhos que relatam a influência de microfibras eletrofiadas de PS na condutividade térmica de tijolos de geopolímeros. Desta forma, para efeito de comparação, foram adotadas como parâmetro pesquisas que usaram fibras orgânicas e inorgânicas, solo, com ou sem aglutinante. Gandia *el al.* 2019 produziram adobe com fibra de vidro, com teores de 2,5% e 10%, e obtiveram a condutividade térmica de 0,79 e 0,68 W/(mK), respectivamente. Muñoz *et al.* (2020) produziram adobe com resíduos de papel e celulose e para teores 0%, 2,5% e 17,5% e obtiveram condutividade térmica na ordem de 0,85, 0,83 e 0,65 W/(mK), respectivamente. Os resultados obtidos no presente trabalho são compatíveis com os resultados acima assinalados com menor quantidade de MPS, o que mostra o potencial deste tipo de material para aplicações em isolamento térmico.

6. CONCLUSÕES

O objetivo da pesquisa nesta tese de doutorado foi investigar o impacto de microfibras eletrofiadas de resíduos de poliestireno (PS) nas propriedades mecânicas, na condutividade térmica e na microestrutura de tijolos de geopolímero.

O precursor do geopolímero, o caulim do Amazonas, foi submetido a tratamento térmico em diversas temperaturas. As análises de TG, FTIR e DRX comprovaram a desidroxilação do caulim. Com aumento de temperatura, verificou-se uma elevada fração amorfa a partir de 700 °C. No entanto, tratamento térmico do caulim não resultou em aumento a área de superfície, que permaneceu pequena em comparação com estudos anteriores. Apesar disso, observou-se aumento significativo na resistência à compressão da pasta geopolimérica com aumento da temperatura, demonstrado o potencial do geopolímero baseado na metacaulinita do Amazonas.

A fonte para as fibras de PS foram copos pós-consumo, originalmente destinado aos aterros, que foi transformado em microfibras eletrofiadas, agregando valor ao produto. A técnica utilizada foi eletrofiação vertical que, juntamente com os parâmetros de produção e ambientais adotados, permitiu a produção de microfibras com superfície lisa, porosidade interna e diâmetros na escala micrométrica, sem defeitos. A umidade

influenciou no diâmetro das microfibras de PS, resultando em diâmetros médios entre 4,5 µm a 8,14 µm.

Destaca-se que a eletrofiação aumentou o ângulo de contato, caracterizando as MPS como hidrofóbicas. Entretanto, quando as MPS em tiras foram misturadas com metacaulinita e solo, a medida de ângulo de contato indicou superfície hidrofílicas devido à natureza polar da combinação de metacaulinita e solo.

Foi possível produzir amostras de tijolo de geopolímero com inserção de MPS em forma de tira e manta, distribuídas de maneira variada. Embora a introdução das MPS não tenha sido significativamente impactante nas propriedades mecânicas, a forma, distribuição e concentração das MPS nas amostras propiciou estudos em que foram obtidos efeitos positivos e negativos em termos de resistência mecânica.

A amostra de tijolo de geopolímero com MPS em tiras apresentou melhor desempenho em resistência à flexão e compressão, comparado tanto às amostras com MPS em manta quanto a alguns estudos na literatura. Observou-se um aumento nas resistências com o aumento da concentração de MPS. O maior percentual de ganho de resistência em função do acréscimo de MPS foi na resistência à flexão que aumentou 19% (2,88 MPa) com a adição de 0,45% de MPS em tiras em relação à amostra de referência.

Em contrapartida, a inserção de camadas de MPS em manta (5 camadas) resultou em uma leve redução na resistência à flexão e compressão. Esta diminuição pode ter sido causada pela alta demanda de água pela MPS, afetando a trabalhabilidade, criando mais poros nas amostras com mais camadas de MPS em manta. Outro fator que pode ter contribuído para redução de resistência, foi a incompatibilidade entre a MPS, hidrofóbica, e a matriz do tijolo, hidrofílica.

Outro aspecto ser destacado, é a característica peculiar da inserção de MPS em tira, principalmente, no tijolo geopolímero. Nas extremidades das MPS, as partículas de metacaulinita e solo se alojaram dentro das MPS na forma de tira, o que pode ter favorecido a geopolimerização dentro do emaranhado das fibras, contribuindo para o aumento da resistência mecânica. Paralelamente, a parte central da MPS em tira não mostrou interação alguma com a matriz, o que pode impactar negativamente a resistência mecânica, mas favorece a diminuição da condutividade térmica.

O comportamento térmico também foi destacado; a condutividade térmica (0,64 W/mK) para amostras com 1,8% de teor de MPS em tira resultou em um valor 34% menor que da amostra de referência. Evidenciou-se uma diminuição da condutividade térmica conforme aumento da concentração das MPS. Constatou-se também pequeno impacto do diâmetro da MPS na

condutividade térmica, o diâmetro menor levou a uma pequena diminuição da condutividade térmica da amostra. Assim, comprova-se o potencial do tijolo de geopolímero com MPS na aplicação em isolamento térmico, uma propriedade fundamental para regiões de clima quentes.

De modo geral, concluiu-se que o tijolo de geopolímero com microfibras de PS desenvolvido neste estudo apresentou-se como um produto com desempenho razoável em relação às propriedades mecânicas e térmicas, além de ser potencial produto para construção civil, especialmente em regiões de clima quente. Além disso, algumas matérias-primas utilizadas e o processo de produção podem auxiliar na mitigação dos impactos ambientais. Este estudo também proporcionou avanço na lacuna de pesquisas na aplicação de microfibra de PS em produtos para construção civil.

TRABALHOS FUTUROS

O uso de MPS em tijolos de geopolímero não foi extensivamente estudado, deixando lacunas em relação às suas propriedades, inserção de outros materiais, e aos processos de produção de MPS e dos próprios dos tijolos de geopolímeros. Neste sentido, deixa-se aqui sugestões para futuras pesquisas:

- desenvolver amostras de tijolos de geopolímero com teores de 1,0% e 2,0% de MPS para avaliar o impacto na resistência à tração por compressão diametral, à compressão, à flexão, condutividade térmica e isolamento acústico;
- produzir microfibras ou nanofibras eletrofiadas de resíduos de polímeros tipo PET, PEBD, PEAB, LDPE, HIPS, investigando os efeitos das diferentes formas geométricas e tamanhos das tiras, distribuição, diferentes dispersões nas propriedades mecânicas dos tijolos de geopolímeros;
- investigar a combinação de geopolímero com MPS para produzir de painéis de vedação em escalar real e placas, visando aplicações construtivas;
- realizar ensaios de durabilidade e envelhecimento acelerado das MPS ao longo do tempo dos tijolos de geopolímero com MPS;
- investigar o impacto do uso de tijolo de geopolímero com MPS no conforto térmico e eficiência energética por meio de *software* de simulações.
- desenvolver pesquisas sobre aplicação dos tijolos de geopolímero com MPS em escala real, visando aumentar a produtividade na fabricação. Isso pode incluir investigação da produção por extrusão, compactação mecânica e prensa automatizadas. Além disso,

pesquisar novas formas de produção de microfibras ou nanofibras com larga escala, utilizando equipamentos capazes de gerar múltiplos jatos durante o processo de fiação, ou técnica de fiação centrífuga;

- explorar aplicação de MPS em outras matrizes tipo cimento, gesso, entre outros. Além disso, investigar a produção de geopolímero com outras dosagens e precursores alternativos.

TRABALHOS PRODUZIDOS

1) **L. M. A. Maruoka**, I. F. Pinheiro, H. S. Freitas, L. V.A. Scalvi, *Efeito do Tratamento Térmico na Caulinita no desempenho de geopolímeros, visando compósitos com poliestireno nanoparticulados para utilização em tijolos cerâmicos não queimados* Anais 24º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, 2022, pag 1-6 Disponível em : https://www.cbecimat.com.br/anais/home.html, ref. Iig12-002
2) L. P. Fonseca, **L. M. A. Maruoka**, L. V. A. Scalvi, *Influência do tratamento térmico na corrente de fuga de ZrO_2 para aplicação em dispositivos optoeletrônicos*, Anais 24º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, 2022, pag 1-6 Disponível em : https://www.cbecimat.com.br/anais/home.html, ref. Iik05-008.
3) **L. M. A. Maruoka**, I. F. Pinheiro, H. S. Freitas, F. X. Nobre, L.V.A. Scalvi, *Effect of thermal annealing on kaolin from the Amazon region, aiming at the production of geopolymer*, **Journal of Materials Research and Technology,** 25:2471- 2485 2023. 2023. DOI: ://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.105.
4) B. M. Carvalho, G.C. Dias, **L. M. A. Maruoka**, R.F. Boina, D.L da S. Agostini. *Caracterização morfológica de microfibras eletrofiadas de poliestireno*. Colloquium Exactarum. V15,p.1-7.e234747, jan/dez, 2023. DOI 10.5747/ce.2023.v15.e401.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADENIYI, A. G.; ABDULKAREEM, S. A.; EMENIKE, E. C.; ABDULKAREEM, M. T.; IWUOZOR, K. O.; AMOLOYE, M. A.; AHMED, I. I.; AWOKUNLE, O. E. Development and characterization of microstructural and mechanical properties of hybrid polystyrene composites filled with kaolin and expanded polyethylene powder. **Results in Engineering**, v. 14, p. 100423, 2022.

AHMARI, S.; ZHANG, L. Production of eco-friendly bricks from copper mine tailings through geopolymerization. **Construction and Building Materials**, v. 29, p. 323–331, 2012.

AKANBI, M. J.; JAYASINGHE, S. N.; WOJCIK, A. Characterisation of electrospun PS/PU polymer blend fibre mat for oil sorption. **Polymer,** v. 212, p. 123129, 2021.

AKINWUMI, I. I.; DOMO-SPIFF, A. H.; SALAMI, A. Marine plastic pollution and affordable housing challenge: shredded waste plastic stabilized soil for producing compressed earth bricks. **Case Studies in Construction Materials**, v. 11, e00241, 2019.

ALBIDAH, A. S. Effect of partial replacement of geopolymer binder materials on the fresh and mechanical properties: A review. **Ceramics International.,** v. 47, p. 14923-14943, 2021.

ALZEER, M.; MACKENZIE, K. J. D. Synthesis and mechanical properties of new fibre-reinforced composites of inorganic polymers with natural wool fibres. **Journal of Materials Science**, v. 47, n. 15, p. 6958–6965, 2012.

ANDRINI, L.; GAUNA, M. R.; CONCONI, M. S.; SUAREZ, G.; REQUEJO, F. G.; AGLIETTI, E. F.; RENDTORFF, N. M. Extended and local structural description of a kaolinitic clay, its fired ceramics and intermediates: an XRD and XANES analysis. **Applied Clay Science**, v. 124–125, p. 39–45, 2016.

AOUAN, B.; ALEHYEN, S.; FADIL, M.; EL ALOUANI, M.; SAUFI, H.; TAIBI, M. Characteristics, microstructures, and optimization of the geopolymer paste based on three aluminosilicate materials using a mixture design methodology. **Construction and Building Materials,** v. 384, p. 131475, 2023.

ASSI, L.; DEAVER, E.; ZIEHL, P. Effect of source and particle size distribution on the mechanical and microstructural properties of fly ash-based geopolymer concrete. **Construction and Building Materials,** v. 167, p. 372-380, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 5738** Concreto – Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6502**: Solos e rochas – Terminologia. Rio de Janeiro, 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 6457**: Amostras de solo – Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 6459**: Solo – Determinação do limite de liquidez. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 7181**: Solo – Análise granulométrica. Rio de Janeiro, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 8491** Tijolo de solo cimento. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT **NBR 9935** Agregados – Terminologia. Rio de Janeiro: ABNT, 2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 10833**: Fabricação de tijolo e bloco de solo-cimento com utilização de prensa manual ou hidráulica – Procedimento. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 12653**: Materiais Pozolânicos. Rio de Janeiro, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 15270-1**: Componentes cerâmicos Parte 1: Blocos cerâmicos para alvenaria de vedação – terminologia e requisitos. Rio de Janeiro, 2025.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 16814**: Adobe – Requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 2020.

AZEVEDO, A. M. **Síntese e caracterização química, física e mecânica de geopolímero utilizando caulim da Amazônia desidroxilizado**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2017.

AZEVEDO, G. S.; STRECKER, K.; BARROS, A. L.; TONHOLO, L. F. C.; LOMBARDI, T. Effect of Curing Temperature, Activator Solution Composition and Particle Size in Brazilian Fly-Ash Based Geopolymer Production. **Materials Research**, 22 (suppl. 1), e20180842, 2019.

BAG, S. S.; BORA, A.; GOLDER, A. KR. Turning wastes into value-added materials: Polystyrene nanocomposites (PS-AgNPs) from waste thermocol and green synthesized silver nanoparticles for water disinfection application. **Polymer Composites**, p. 1–12, 2021.

BARBOSA, N. P.; GHAVAMI, K. **Terra crua para edificações**. São Paulo: IBRACON. V. 2, p. 1505-1538, 2007.

BELMOKHTAR, N.; AYADI, H. E.; AMMARI, M.; ALAL., L. B. E. Effect of structural and textural properties of a ceramic industrial sludge and kaolin on the hardened geopolymer properties. **Appli ed Clay Science**, 162, p. 1-9, 2018.

BERGAYA, F.; LAGALY, G. **Handbook of Clay Science**. Chapter 1 General Introduction: Clays, Clay Minerals, and Clay Science. Development in Clay Science**, v.** 5ª, 2013.

BERTELSEN, I. M. G.; OTTOSEN, L. M.; FISCHER, G. Influence of fibre characteristics on plastic shrinkage cracking in cement-based materials: a review. **Construction and Building Materials**, v. 230, p. 116769, 2020

BINICI, H.; AKSOGAN, O.; SHAH, T. Investigation of fibre reinforced mud brick as a building material. **Construction and Building Materials**, v. 19, n. 4, p. 313–318, 2005.

BINICI, H.; AKSOGAN, O.; BODUR, M.; AKCA, E.; KAPUR, S. . Thermal isolation and mechanical properties of fibre reinforced mud bricks as wall materials. **Construction and Building Materials**, v. 21, p. 901-906, 2007.

BORELLY, D. F. **Estudo comparativo da degradação de poliestireno e de poliestireno de alto impacto por envelhecimento natural e artificial**. 90f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.

BOUTH, J. A. C. **Estudo da potencialidade da produção de tijolos de adobe misturado com outros materiais: uma alternativa de baixo custo para construção civil**. 71f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2005.

BURBANO-GARCIA, C.; ARAYA-LETELIER, G.; ASTROZA, R.; SILVA, Y. F. Adobe mixtures reinforced with fibrillated polypropylene fibers: Physical/mechanical/fracture/durability performance and its limits due to fiber clustering. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 343, p. 128102, 2022.

CABALLERO, L. R.; PAIVA, M. D. M.; FAIRBAIRN, E. M. R.; TOLEDO FILHO, R. D. Thermal. Mechanical and Microstructural Analysis of Metakaolin Based Geopolymers. **Materials Research**, v. 22, n. 2, 2019.

CALLISTER JR, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 8ª ed, Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CANEVAROLO, S. **Ciências dos polímeros: um texto básico para tecnólogos engenheiros**. São Paulo: Artliber Editora, 2002.

CAPUTO, H. P.; CAPUTO, A. N. **Mecânica dos solos: teoria e aplicações** / atualização Paulo José Rocha de Albuquerque, Jean Rodrigo Garcia. 8. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2022.

CARVALHO, B. M.; DIAS, G. C.; MARUOKA, L. M. A.; BOINA, R. F.; AGOSTINI, D. L. da S. Caracterização morfológica de microfibras eletrofiadas de poliestireno. **Colloquium Exactarum**, v. 15, p. 1-7, jan./dez. 2023.

CAVALCANTE, D.; MARQUES, M.G. S.; MELO FILHO, J.A; VASCONCELOS, R.P. Influence of the levels of replacement of 137alloysi cement by metakaolin and silica

extracted from rice husk ash in the physical and mechanical characteristics of cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 94, p. 296-306, 2018.

CHEN, Z.; HUANG, Z.; LIU, J.; WU, E.; ZHENG, Q.; CUI, L. Phase transition of Mg/Al-flocs to Mg/Al-layered double hydroxides during flocculation and polystyrene nanoplastics removal. **Journal of Hazardous Materials**, 406, p. 124697, 2021.

CHENG, H.; LIU, Q.; YANG, J.; FROST, R. L. Thermogravimetric analysis of selected coal-bearing strata kaolinite. **Thermochimica Acta**, 507-508, p. 84-90, 2010.

CONCONI, M. S.; MOROSI, M.; MAGGI, J.; ZALBA, P. E.; CRAVERO, F.; RENDTORFF, N. M. Thermal behavior (TG-DTA-TMA), sintering and properties of a kaolinitic clay from Buenos Aires Province, Argentina. **Cerâmica**, v. 65, p. 227–235, 2019.

CORRÊA, A. A. R. **Avaliação das propriedades físicas e mecânicas do adobe (tijolo de terra crua)**. 62f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2003.

CORRÊA, A. A; TEIXEIRA, V.H.; LOPES, S.P.; OLIVEIRA, M.S. Avaliação das propriedades físicas e mecânicas do adobe (tijolo de terra crua). **Ciência Agrotécnica**, v. 30, n. 3, p. 503-515, 2006.

COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E.; DE PAULA, G. F.; PICCIANI, P. H.S.; MEDEIROS, E.S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Eletrofiação de Polímeros em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 170-177, 2012.

COUCEIRO, C. P. R.; SANTANA, G. P. Caulinita em solo da Amazônia: caracterização e permutabilidade. **Acta Amazônica**, v. 29, p. 267-275, 1999.

DALHAT, M. A.; AL-ABDUL WAHHAB, H. I. Cement-less and asphalt-less concrete bounded by recycled plastic. **Construction and Building Materials**, v. 119, p. 206-214, 2016.

DATSYUK, V.; TROTSENKO, S.; PEIKERT, K.; HÖFLICH, K.; WEDEL, N.; ALLAR, C.; SICK, T.; DEINHART, V.; REICH, S.; KRCMAR, W. Polystyrene nanofibers for nonwoven porous building insulation materials. **Engineering Reports**, 1, e12037, 2019.

DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic Polymeric New Materials. **Journal of Thermal Analysis**, 37, p. 1633-1656, 1991.

DAVIDOVITS, J.; DAVIDOVICS, M.; DAVIDOVITS, N. Process for obtaining a geopolymeric alumino-silicate and products thus obtained. 9 p. **U.S. Patent n. 5,342,595**, 1994.

DAVIDOVITS, C. B. J. Réticulation géopolymérique (LTGS) et matériaux de construction. **Geopolymer**, v. 1, n. 1, p. 79-88, 2003.

DAYAL, P.; LIU, J.; KUMAR, S.; KYU, T. Experimental and Theoretical Investigations of Porous Structure Formation in Electrospun Fibers. **Macromolecules**, 40, p. 7689-7694, 2007.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM **DNER-ME 093/94**: Solos – determinação da densidade real. Rio de Janeiro, 1994.

DHASMANA, A.; SINGH, S. Long-term mechanical characteristics of fibre reinforced metakaolin-based geopolymer concrete: a review. **Materials Today: Proceedings**, v. 93, p. 106–119, 2023.

DOAT, P.; HAYS, A.; HOUBEN, H.; MATUK, S.; VITOUX, F. **Construire em Terre**. France CRAterre- École d´Architecture de Grenoble, 1979.

DOGNANI, G.; SILVA, A. A.; CABRERA, F. C.; FAITA, F. L.; SAÉNZ, C. A. T.; BECHTOLD, I. H.; JOB, A. E.; AGOSTINI, D. L. S. Electrospun natural rubber fibers-based flexible conductive membranes. **Revista Matéria**, v. 25, n. 3, 2020.

DOLLENTE, I. J. R.; VALERIO, D. N. R.; QUIATCHON, P. R. J.; ABULENCIA, A. B.; VILLORIA, M. B. D.; GARCIANO, L. E. O.; PROMENTILLA, M. A. B.; GUADES, E. J.; ONGPENG, J. M. C. Enhancing the mechanical properties of historical masonry using fiber-reinforced geopolymers. **Polymers**, v. 15, p. 1017, 2023.

DONKOR, P. **Sustainable and resilient earthen masonry systems: enhancing strength properties and flexural performance using polypropylene fibers**. 167f. Thesis (Doctor of Philosophy), University of Florida, Florida, 2014.

DONKOR, P.; OBONYO, E. Earthen construction materials: Assessing the feasibility of improving strength and deformability of compressed earth blocks using polypropylene fibers. **Materials & Design**, 83, p. 813–819, 2015.

DUAN, P., YAN, C.; LUO, W. A novel waterproof, fast setting and high early strength repair material derived from metakaolin geopolymer. **Construction and Building Materials**, 124, p. 69–73, 2016.

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. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 269, p. 47–58, 2005.

DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G.C.; VAN DEVENTER, J. S. J. The Role of Inorganic polymer Technology in the Development of Green Concrete. **Cement Concrete Research**, 37(12), p. 1590-1599, 2007.

EATEMADI, A.; DARAEE, H.; ZARGHAMI, N.; YAR, H. M.; AKBARZADEH, A. Nanofiber: synthesis and biomedical applications. **Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology**, v. 42, n. 1, p. 1–11, 2014.

ELGUBBI, H. M.; OTHMAN, S. S.; HARUN, F. W. Comparative Study on Lipase Immobilized onto Organo-Cation Exchanged Kaolin and Metakaolin: Surface Properties and Catalytic Activity. **Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis**, v. 16, n. 2, p. 214-233, 2021.

ELIMBI, A.; TCHAKOUTE, H.K.; NJOPWOUO, D. Effects of calcination temperature of kaolinite clays on the properties of geopolymer cements. **Construction and Building Materials**, 25, p. 2805–2812, 2011.

FABBRI, B.; GUALTIERI, S.; LEONARDI, C. Modifications induced by the thermal treatment of kaolin and determination of reactivity of metakaolin. **Applied Clay Science**, v. 73, p. 2-10, 2013.

FAITA, F. L.; TUZIMOTO, P.; FARIAS, G.; ANDRADE, K. L.; AGOSTINI, D. L. S.; JOB, A.; VIEIRA, E. A. A.; GALARDO, H.; CANEJO, J.; GODINHO, M. H.; BECHTOLD, I. H. Strongly polarized light from highly aligned electrospun luminescent. **Journal of Luminescence**, Volume 241, January, p. 118498, 2022.

FASHANDI, H.; KARIMI, M. Characterization of porosity of polystyrene fibers electrospun at humid atmosphere. **Thermochimica Acta**, v. 547, p. 38–46, 2012.

FELIX, A. **Terra crua e ativação de alcalina. Ativação alcalina de terra crua**. 114f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2016.

FERNANDES, S. C. **Avaliação do comportamento mecânico de misturas de concretos reforçados com microfibra de vidro e microfibra de polipropileno**. 113f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Faculdade de Tecnologia, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2023.

FERREIRA, C. **A sustentabilidade do sistema construtivo em terra: um projeto de reabilitação**. 81f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura) – Universidade da Beira Interior, Portugal, 2012.

FRANCO, F.; PÉREZ-MAQUEDA, L. A.; PÉREZ-RODRÍGUEZ, J. L. The effect of ultrasound on the particle size and structural disorder of a well-ordered kaolinite. **Journal of Colloid and Interface Science**, 274, p. 107-117, 2004.

FROST, R. L.; KRISTOF, J.; HORVATH, E.; KLOPROGGE, J.T. Rehydration and phase changes of potassium acetate-intercalated halloysite at 298 K. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 226, p. 318-327, 2000.

FROST, R. L.; MAKO, E.; KRISTOF, J.; HORVÁTH, E.; KLOPROGGE, J. T. Modification of Kaolinite Surfaces by Mechanochemical Treatment. **Langmuir**, v. 17, p. 4731-4738, 2001.

FUKAMACHI, C. R. B.; WYPYCH, F.; MANGRICH, A. S. Use of Fe3+ ion probe to study the stability of urea-intercalated kaolinite by electron paramagnetic resonance. **Journal of Colloid and Interface Science**, 313, 537–541, 2007.

GANDIA, R. M.; GOMES, F. C.; CORRÊA, A. A. R.; RODRIGUES, M. C.; MENDES, R. F. Physical mechanical and thermal behavior of adobe stabilized with glass fiber reinforced polymer waste. **Construction and Building Materials**, v. 222, p. 168–182, 2019.

GAO, K.; LIN, K.-L.; WANG, D.; HWANG, C.-L.; SHIU, H.-S.; CHANG, Y.-M.; CHENG, T.-W. Effects SiO2/Na2O molar ratio on mechanical properties and the microstructure of nano-SiO2 metakaolin-based geopolymers. **Construction and Building Materials**, v. 53, p. 503–510, 2014.

GIL-JASSO, N.D. G.; GONZÁLEZ, M. A.; GILES, G.S.; HIPOLITO, J.N.; LÓPEZ, C. N.; HERNÁNDEZ, E. M.; DÍAZ, C. E. B.; GUERRERO, V. V.; RIVA, M. F. B. Dissolution and recovery of waste expanded polystyrene using alternative essential oils. **Fuel**, v. 239, p. 611-616, 2019.

GOIS, B. H. S. **Desenvolvimento e caracterização de nanofibras condutoras de poli(álcool vinílico) com poli(3,4-etilenodioxitiofeno):poli(estireno sulfonado) (PVA/PEDO:PSS) e polipirrol (PVA/PPy), obtidas por eletrofiação para aplicação em sensores**. 70f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais) – Universidade Estadual Paulista, Presidente Prudente, 2020.

GOIS, B. H. S.; BITTENCOURT, J. C.; DAVID-PARRA, D. N.; OLIVATI, C. A.; MERLINI, C.; AGOSTINI, D. L. da S. Electrospun PPY.DBSA/PVA Nanofibers for Ammonium Gas Sensor. **Materials Research**, v. 24, suppl. 1, p. e20210031, 2021.

GONÇALVES, L F.C. **Estudo da álcali-ativação na produção de tijolos modulares ecológicos**. 98f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais). Universidade Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 2022.

GOPALAKRISHNA B. DINAKAR P. Life cycle assessment (LCA) and the influence of alkaline activator content on mechanical and microstructural properties of geopolymer mortar. **Journal of Engineering Research**. 13 1462–1474.2025.

GRANDE. F.M. **Fabricação de tijolos Modulares de solo-cimento por prenagem manual com e sem adição com sílica ativa**. 164f. Dissertação (Mestrado em Arquitetura) - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos, 2003.

GUERRA, D.; LEIDENS, V.; VIANA, R.; AIROLDI, C. Amazon kaolinite functionalized with diethylenetriamine moieties for U(VI) removal: thermodynamic of cation-basic interactions. **Journal of Hazardous Materials**, v. 180, p. 683-692, 2010.

GUO, J.; BERBANO, S.S.; GUO, H.; BAKER, L. A.; LANAGAN, M. T.; RANDALL, C. A. Cold Sintering Process of Composites: Bridging the Processing Temperature Gap of Ceramic and Polymer Materials. **Advanced Functional Materials**, 26, p. 71145-7121, 2016.

HADDAJI, Y.; HAMDANE, H.; MAJDOUBI, H.; MANSOURI, S.; ALLAOUi, D.; EL BOUCHTI, M.; TAMRAOUI, Y.; MANOUN, B.; OUMAM, M.; HANNACHE, H. Eco-

friendly geopolymer composite based on non-heat-treated phosphate sludge reinforced with polypropylene fibers. **Silicon,** v. 13, p. 2389–2400, 2021.

HAMEED, A. M.; AHMED, B. A. Employment of plastic waste to produce lightweight concrete. **Energy Procedia**, v. 157, p. 30-38, 2019.

HAN, W.; LV, Y.; WANG, S.; QIAO, J.; ZOU, C.; SU, M.; PENG, H. Effects of Al/Na and Si/Na molar ratios on the alkalinity of metakaolin-based geopolymer pore solutions. **Materials**, v. 16, art. 1929, 2023.

HUAN, S.; LIU, G.; HAN, G.; CHENG, W.; FU, Z.; WU, Q.; WANG, Q. Effect of experimental parameters on morphological., mechanical., and hydrophobic properties of electrospun polystyrene fibers. **Materials**, 8(5), 2718–2734, 2015.

ILIĆ, B.; RADONJANIN, V.; MALESEV, M.; ZDUJIC, M.; MITROVIC, A. Effects of mechanical and thermal activation on pozzolanic activity of kaolin containing mica. **Applied Clay Science**, v. 123, p. 173-181, 2016.

ISHII, Y.; SANEMOTO, K.; IUMSRIVUN, C. Multi-sensing dye-doped electrospun polystyrene microfiber mats. **Materials Chemistry and Physics**, v. 278, p. 125666, 2022.

ISTOCK BY GETTY IMAGE. **Estireno e poliestireno (OS) molécula de polímero – fórmula química estrutural e modelo**. 1 Poster, 2017. Disponível em: link: https://www.istockphoto.com/br/vetor/estireno-e-poliestireno-mol%C3%A9cula-de-pol%C3%ADmero-f%C3%B3rmula-qu%C3%ADmica-estrutural-e-modelo-gm829782676-134975349. Acesso em: 28/02/2023.

JABER, A. A.; OBAID, A. A.; ADVANI, S. G. Influence of relative humidity on charge stability of ozone treated polystyrene particles. **Journal of Applied Polymer Science**, 22 de July de 2021, p. 138:e49900, 2021.

JALAL., N. M.; JABUR, A. R.; HAMZA, M. S.; ALLAMI, S. Sulfonated electrospun polystyrene as cation exchange membranes for fuel cells**. Energy Reports**, v. 6, p. 287-298, 2020.

JUENGSUWATTANANON, K.; WINNEFELD, F.; CHINDAPRASIRT, P.; PIMRAKSA, K. Correlation between initial SiO2/Al2O3, Na2O/Al2O3, Na2O/SiO2 and H2O/Na2O ratios on phase and microstructure of reaction products of metakaolin-rice husk ash geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 226, p. 406–417, 2019.

KABLAN, E.; NAZIH, F.-E.; BENSALAH, H.; NEKHLAOUI, S.; RAJI, M.; ESSABIR, H.; BOUHFID, R.; QAISS, A. E. K. Synergistic reinforcement of HDPE biocomposites with kaolinite nanoparticles and alfa fiber: A path toward enhanced performance. **Journal of Composite Materials**, v. 59, n. 14, p. 1793–1810, 2025.

KAKALI, G.; PERRAKI, T.; TSIVILIS, S.; BADOGIANNIS, E. Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy on the pozzolanic activity. **Applied Clay Science**, v. 20, p. 73-80, 2001.

KALAI, L. H. Thermally modified clay minerals. **Handbook of Clay Science. Developments in Clay Science**, Vol. 1, Elsevier, 2006.

KAMSEU, E.; ALZARI, V.; NUROLI, D.; SANNA, D.; LANCELLOTTI, I.; MARIANI, A.; LEONELLI, C. Dependence of the geopolymerization process and end-products to the nature of solid precursors: Challenge of the sustainability. **Journal of Cleaner Production**, 278, p. 123587, 2021.

KARBOWIAK, T.; DEBEAUFORT, F.; VOILLEY, A. Importance of surface tension characterization for food, pharmaceutical and packaging products: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 46(5), 391-407, 2013.

KAREN. **Fabricando tijolos de adobe**. Julho 2009. 1 fotografia. Disponível em : https://kdcs.wordpress.com/2009/07/29/fabricando-tijolos-de-adobe/. Acessado em: 01 de março de 2023.

KAZE, R. C.; MOUNGAM, L. M. B.; CANNIO, M.; ROSA, R.; KAMSEU, E.; MELO, U. C.; LEONELLI, C. Microstructure and engineering properties of Fe2O3(FeO)-Al2O3-SiO2 based geopolymer composites. **Journal of Cleaner Production**, 199, p. 849-859, 2018.

KENRY; LIM, C. T. Nanofiber technology: current status and emerging developments. **Progress in Polymer Science**, v. 70, p. 1–17, 2017.

KHALIFA, A. Z.; PONTIKES, Y.; ELSEN, J.; CIZER, Ö. Comparing the reactivity of different natural clays under thermal and alkali activation. **RILEM Technical Letters**, v. 4, p. 74-80, 2019.

KHALIFA, Z.; CIZER, Ö.; PONTIKES, Y.; HEATH, A.; PATUREAU, P.; BERNAL., A.; MARSH, A. T. M. Advances in alkali-activation of clay minerals. **Cement and Concrete Research**, v. 132, p. 106050, 2020.

KHAN, M. I.; KHAN, H. U.; AZIZLI, K.; SUFIAN, S.; MAN, Z.; SIYAL., A. A.; MUHAMMAD, N.; REHMAN, M. F. The pyrolysis kinetics of the conversion of Malaysian kaolin to metakaolin, **Applied Clay Science**, v. 146, p. 152–161, 2017.

KHAN, W. S.; ASMATULU, R.; DAVULURI, S.; DANDIN, V. K. Improving the economic values of the recycled plastics using nanotechnology associated studies. **Journal of Materials Science & Technology**, 30(9), 854–859, 2014.

KHATER, H. M.; EZZAT, M.; EL NAGAR, A. M. Engineering of low cost geopolymer building bricks applied for various construction purposes. **International Journal of Civil Engineering and Technology (IJCIET)**, v. 7, n. 4, p. 81–99, Jul./Aug. 2016.

KULKARNI, G. Introduction to Polymer and Their Recycling Techniques, In: THOMAS, S.; RANE, A. V.; KANNY, K. K.; THOMAS, M. G. (Editors.). **Recycling of Polyurethane Foams**, Pennsylvania: Plastic Design Library, p.1-16. 2018.

KUMI-LARBI, A. K.; YUNANA, D.; KAMSOULOU, P.; WEBSTER, M.; WILSON, D. C.; CHEESEMAN, C. Recycling waste plastics in developing countries: use of low-

density polyethylene water sachets to form plastic bonded sand blocks. **Waste Management**, v. 80, p. 112–118, 2018.

LAMBA, P.; KAUR, D. P.; RAJ, S.; SOROUT, J. Recycling/reuse of plastic waste as construction material for sustainable development: a review. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, p. 86156–86179, 2022.

LI, D.; XIA, Y. Electrospinning of Nanofibers: Reinventing the Wheel? **Adv. Mater.**, v. 16, n. 14, July 19, 2004.

LI, J.; SI, J.; LUO, F.; ZUO, C.; ZHANG, P.; SUN, Y.; LI, W.; MIAO, S. Self-compensating geopolymer utilizing nano-clay and chopped basalt fibers. **Construction and Building Materials**, v. 357, p. 129302, 2022.

LI, Y.; ZHANG, Y.; ZHANG, Y.; LIU, M.; ZHANG, F.; WANG, L. Thermal behavior analysis of haloysite selected from Inner Mongolia Autonomous Region in China. **Journal Thermal Analysis Calorimetry**, v. 129, p. 1333–1339, 2017.

LIEW, K.; SOJOBI, A.; ZHANG, L. Green concrete: Prospects and challenges. **Construction and Building Materials**, 156, 1063–1095, 2017.

LIMA, I.B. **Caracterização das argilas de várzea da região metropolitana de Manaus, para emprego como fluido estabilizante em perfuração de poços tubulares**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal do Amazonas, 2015.

LIMAMI, H.; MANSSOURI, I.; CHERKAOUI, K.; KHALDOUN, A. Study of the suitability of unfired clay bricks with polymeric HDPE & PET wastes additives as a construction material. **Journal of Building Engineering**, v. 27, p. 100956, 2020.

LIN, J.; DING, B.; YU, J.; HSIEH, Y. Direct fabrication of highly nanoporous polystyrene fibers via electrospinning. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 2, n. 2, p. 521–528, 2010.

LINHARES JUNIOR, J. A.; AZEVEDO, A. R. G.; MARVILA, M. T.; TEIXEIRA, S. R.; FEDIUK, R.; VIEIRA, C. M. F. Influence of processing parameters variation on the development of geopolymeric ceramic blocks with calcined kaolinite clay. **Case Studies in Construction Materials**, v. 16, 2022.

LIU, J.; DOH, J.-H.; DINH, H. L.; ONG, D. E. L.; ZI, G.; YOU, I. Effect of Si/Al molar ratio on the strength behavior of geopolymer derived from various industrial waste: A current state of the art review. **Construction and Building Materials**, v. 329, p. 127134, 2022.

LOMBARD, S.; LIU, T.; LIU, G.; TALLON, C. Thermal treatment of electrospun polystyrene fibers: microstructural evolution and mechanical behavior. **Journal of Materials Science**, 58(15), 6009–6024, 2023.

LORENTZ, B.; SHANAHAN, N.; STETSKO, Y. P.; ZAYED, A. Characterization of Florida kaolin clays using multiple-technique approach. **Applied Clay Science**, 161, p. 326-333, 2018.

LU, X.; WANG, C.; WEI, Y. One-Dimensional Composite Nanomaterials: Synthesis by Electrospinning and Their Applications. **Nano – Micro Small**, 5(21), p. 2349–2370, 2009.

MACÊDO NETO, J. C.; BOTAN, R.; LONA, L. M. F.; EVANGELISTA NETO, J.; PIPPO, W. A. Polystyrene/kaolinite nanocomposite synthesis and characterization via in situ emulsion polymerization. **Polymer Bull**, December, 2014.

MACHADO, M. S. **Nanocompósito de poliestireno reciclado, bentonita sódica e hemihidrato de sulfato de cálcio: obtenção e caracterização**. 229f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.

MALERE, C. P. S. **Síntese e Caracterização de Padrão de Poliestireno para Cromatografia de Permeação em Gel através da Polimerização via Radical Livre Controlada mediada por Radicais Nitróxidos**. 74f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

MAO, JUNHENG; WANG, QING; QU, LEI; ZHANG, HAOHUI; SHI, ZENGQIN; XU, SHUANGSHUANG; LI, XIAODONG. Study of mortar layer property of superhydrophobic metakaolin based cement mortar. **Journal of Building Engineering**, v. 45, p. 103578, 2022.

MARUOKA. L. M. A.; PINHEIRO, I. F; FREITAS, H. S.; NOBRE, F. X.; SCALVI, L.V.A. Effect of thermal annealing on kaolin from the Amazon region, aiming at the production of geopolymer, **Journal of Materials Research and Technology,** 25:2471-2485 2023.

MASSIOT, D.; DION, P.; ALCOVER, J. F.; BERGAYA, F. 27Al and 29Si MAS NMR study of kaolinite thermal decomposition by controlled rate thermal analysis. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 78, p. 2940-2944, 1995.

MAT-SHAYUTI, M. S.; MEGAT-YUSOFF, P.S.; SHARUDIN, R. W.; BAKAR, W. Z.; JARNI, H. H.; FUAD, F. I.A. Arrhenius model for styrene monomer migration from single-use polystyrene cup. **Materials Today: Proceedings**, March, 2021.

MENG, T.; AHMED, S.; DAI, D.; YU, Y. Effects of load types and critical molar ratios on strength properties and geopolymerization mechanism. **Reviews on Advanced Materials Science,** v. 60, p. 216–222, 2021.

MERCANTE, L. A.; ANDRE, R. S.; MACEDO, J. B.; PAVINATTO, A.; CORREA, D. S. Nanofibras eletrofiadas e suas aplicações: avanços na última década. **Química Nova**, Vol. 44, No. 6, p. 717-736, 2021.

MONDAL, M. K.; BOSE, B. P.; BANSAL., P. Recycling waste thermoplastic for energy efficient construction materials: An experimental investigation. **Journal of Environmental Management**, v. 240, p. 119–125, 2019.

MOSER, M. R.; ALISON, P.; WILLIAMS, B.; WEISS JR, C.; DIAZ, A.; GORE, E.; MALONE, P. Improvement in the geopolymer-to-steel bond using a reactive vitreous enamel coating. **Construction and Building Materials**, 49, p. 62–69, 2013.

MUÑOZ, P.; LETELIER, V.; MUÑOZ, L.; BUSTAMANTE, M. A. Adobe bricks reinforced with paper & pulp wastes improving thermal and mechanical properties. **Construction and Building Materials**, v. 254, p. 119314, 2020.

MUÑOZ-VILLARREAL M.S.; MANZANO-RAMÍREZ A.; SAMPIERI-BULBARELA S.; GASCA-TIRADO J. R.; REYES-ARAIZA J.L.; RUBIO-ÁVALOS J.C.; PÉREZ-BUENO J.J.; APATIGA L.M.; ZALDIVAR-CADENA A.; AMIGÓ-BORRÁS V.The effect of temperature on the geopolymerization process of a metakaolin-based geopolymer. **Materials Letters**. 65. 995–998. 2011.

MURRAY, H. H. Overview - Clay mineral applications. **Applied Clay Science**, v. 5, p. 379-395, 1991.

MURRAY, H. H. **Applied Clay Mineralogy. Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays**. Developments in Clay Science. Volume 2, 2006.

NAJAR, M.; SAKHARE, V.; KARN, A.; CHADDHA, M.; AGNIHOTRI, A. A study on the impact of material synergy in geopolymer adobe: Emphasis on utilizing overburden laterite of aluminium industry. **Open Ceramics**, 7, p. 100163, 2021.

NATALI, A.; MANZI, S.; BIGNOZZI, M. C. Novel fiber-reinforced composite materials based on sustainable geopolymer matrix. **Procedia Engineering**, v. 21, p. 1124–1131, 2011.

NAWAZ, M.; HEITOR, A.; SIVAKUMAR, M. Geopolymers in construction: recent developments. **Construction and Building Materials**, 260, 120472, 2020.

NERGIS, D. D. B.; ABDULLAH, M. M. A. B.; VIZUREANU, P.; TAHIR, M. F. M. Geopolymers and Their Uses: Review. **IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering**, 374, p. 012019, 2018.

NITANAN, T.; OPANASOPIT, P.; AKKARAMONGKOLPORN, P.; ROJANARATA, T.; NGAWHIRUNPAT, T. Effects of Solution Parameters on Morphology and Diameter of Electrospun Polystyrene Nanofibers. **Advanced Materials Research**, v. 194-196, p. 629-632, 2011.

OLIVEIRA, E. F. R. DE; BONFIM, K. S.; AOUADA, F. A.; AZEREDO, H. M. C. DE; MOURA, M. R. DE. A sustainable approach on the potential use of kale puree in edible wraps. **Applied Food Research**, 3, 100261, 2023.

OLIVEIRA, M. S. **Efeito da substituição parcial da areia por resíduo de PEBD em argamassas geopoliméricas para a produção de chapas cimentícias**. 108f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2025.

OLMOS, D.; MARTÍN, E. V. E.; GONZÁLEZ-BENITO, J. New molecular-scale information on polystyrene dynamics in PS and PS–BaTiO3 composites from FTIR spectroscopy. **Phys. Chem. Chem. Phys.**, 16, 24339, 2014.

OLOFINNADE, O.; CHANDRA, S.; CHAKRABORTY, P. Recycling of high impact polystyrene and low-density polyethylene plastic wastes in lightweight based concrete for sustainable construction. **Materials Today: Proceedings**, 2020.

PACURARIU, C.; LAZAU, I.; LAZAU, R. Kinetic studies of the dehydroxylation and crystallization of raw kaolinite and fluorides-modified kaolinite. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 127, p. 239-246, 2017.

PAI, C.-L.; BOYCE, M. C.; RUTLEDGE, G. C. Morphology of Porous and Wrinkled Fibers of Polystyrene. **Macromolecules,** v. 42, n. 6, p. 2102-2114, 2009.

PETERSON, J. D.; VYAZOVKIN, S.; WIGHT, C. A. Kinetics of the Thermal and Thermo-Oxidative Degradation of Polystyrene, Polyethylene and Poly(propylene). **Macromolecular Chemistry and Physics**, 202(6), 775-784, 2001.

PINTO, C.S. **Curso básico de mecânica dos solos em 16 aulas**. 3ª Edição. Oficina de Textos: São Paulo, 2006.

PROVIS, J.; YONG, S.; DUXSON, P. Nanostructure/microstructure of metakaolin geopolymers. In: PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. (Eds.). **Geopolymers**. Cambridge: Woodhead Publishing, p. 72-88, 2009.

RACANELLI, L. A**. Obtenção de geopolímero a partir de rejeito da lavagem de bauxita amazônica.** 121 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Recursos Naturais). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia (PRODERNA/ITEC), Universidade Federal do Pará, Belém, 2022.

RAFATULLAH, M.; OZER, D.; KHALEQUE, A. Q.; ISLAM, M. A.; AHMAD, H. Adsorption of methylene blue on low-cost adsorbents: a review. **Journal of Environmental Management**, v. 92, n. 10, p. 2303-2318. 2010.

RAJAK, A.; HAPIDIN, D. A.; ISKANDAR, F.; MUNIR, M. M.; KHAIRURRIJAL., K. Electrospun nanofiber from various source of expanded polystyrene (EPS) waste and their characterization as potential air filter media. **Waste Management**, 103, p. 76–86, 2020.

RAJI, Y. O.; OTHMAN, M.H. D.; NORDIN, N.A. H. S.; KURNIAWAN, T. A.; ISMAIL, A. F.; RAHMAN, M. A.; JAAFAR, J.; ADAM, M.R.; ALFTESSI, S. A.; BADAWY, T. E.; FARAG, T. M. Wettability improvement of ceramic membrane by intercalating nano-Al2O3 for oil and water separation. **Surfaces and Interfaces**, 25, 10117, 2021.

RANJBAR, N.; TALEBIAN, S.; MEHRALI, M.; KUENZEL, C.; METSELAAR, H. S. C.; JUMAAT, M. Z. Mechanisms of interfacial bond in steel and polypropylene fiber reinforced geopolymer composites. **Composites Science and Technology**, v. 122, p. 73-81, 2016.

RASHAD, A. Metakaolin as cementitious material: History, sources, production and composition – A comprehensive overview. **Construction and Building Materials**, v. 41, p. 303-318, 2013.

RAVNANÍK, P. Effect of curing temperature on the development of hard structure of metakaolin-based geopolymer. **Construction and Building Materials**, v. 24, p. 1176-1183, 2010.

RIBEIRO, R.A. S.; RIBEIRO, M.G.; KRIVE, W.M. A Review of Particle- and Fiber Reinforced Metakaolin-Based Geopolymer Composites. **Journal of Ceramic Science and Technology**, p. 307-322, 2017.

RIEDEL, J.C.; ANTICO, F. C.; LETELIER, A. G. Mechanical and damage similarities of adobe blocks reinforced with natural and industrial fibres. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, edição 4, 2020.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Acta Crystallographica**, v. 2, p. 65-71, 1969.

ROWLES, M.; O'CONNOR, B. Chemical optimisation of the compressive strength of aluminosilicate. **Journal of Materials Chemistry**, v. 13, n. 13, p. 1161–1165, 2003.

ROŻEK, P.; KRÓL, M.; MOZGAWA, W. Geopolymer-zeolite composites: a review. **Journal of Cleaner Production**, v. 230, p. 557–579, 2019.

RUDIN, A.; PHILLIP, C. **Ciência e Engenharia de Polímeros**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2014.

SALIH, M. M.; OSOFERO, A. I.; IMBABI, M. S. Critical review of recent development in fiber reinforced adobe bricks for sustainable construction. **Frontiers of Structural and Civil Engineering**, v. 14, n. 4, p. 839–854, 2020.

SANTOS, C. M. F. **Quantificação de fases argilominerais em matérias-primas cerâmicas pelo método de Rietveld**. 152f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia dos Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

SEGHIRI, M.; BOUTOUTAOU, D.; KRIKER, A.; HACHANI, M. I. The Possibility of Making a Composite Material from Waste Plastic. **Energy Procedia**, v. 119, p. 163–169, 2017.

SEIFFARTH, T.; HOHMANN, M.; POSERN, K.; KAPS, C. Effect of thermal pre-treatment conditions of common clays on the performance of clay-based geopolymeric binders. **Applied Clay Science**, v. 73, p. 35-41, 2013.

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, p. 405-416, 2003.

SILVA, M.; SANTANA, G. P. Caulinita: estrutura cristalina, técnicas físicas de estudo e adsorção. **Scientia Amazonia**, v. 2, n. 3, p. 54-70, 2013.

SILVA, D. L.; GIL, J.; NASCIMENTO, E. P.; COSTA, H. A.; PAIXÃO, R. Poluição plástica no litoral brasileiro: percepções de gestores de meios de hospedagem sobre consumo de descartáveis. **Revista Brasileira de Pesquisa em Turismo**, 16, p. 2481, 2022.

SILVA, R. A.; TEIXEIRA, S.R.; SOUZA, A.E.; SANTOS, D. I.; ROMERO, M.; RINCÓN, J.MA. Nucleation kinetics of crystalline phases from a kaolinitic body used in the processing of red ceramics. **Applied Clay Science**, v. 52, p. 165-170, 2011.

SINGH, B.; ISHWARYA, G.; GUPTA, M.; BHATTACHARYYA, S.K. Geopolymer concrete: A review of some recent developments. **Construction and Building Materials**, 85, p. 78-90, 2015.

SINGH, N. B.; CLAYS, C. L. M.; MINERALS, M. Clays and Clay Minerals in the Construction Industry. **Minerals**, v. 12, p. 301, 2022.

SOARES, I.; NOBRE, F. X.; VASCONCELOS, R.; RAMÍREZ, M. A. Study of Metakaolinite Geopolymeric Mortar with Plastic Waste Replacing the Sand: Effects on the Mechanical Properties, Microstructure, and Efflorescence. **Materials**, v. 15, n. 15, p. 8626, 2022.

SORE, S. O.; MESSAN, A.; PRUD'HOMME, E.; ESCADEILLAS, G.; TSOBNANG, F. Stabilization of compressed earth blocks (CEBs) by geopolymer binder based on local materials from Burkina Faso. **Construction and Building Materials**, v. 165, p. 333-345, 2018.

SOURI, A.; GOLESTANI-FARD, F.; NAGHIZADEH, R.; VEISEH, S. An investigation on pozzolanic activity of Iranian kaolins obtained by thermal treatment. **Applied Clay Science**, v. 103, p. 34–39, 2015.

SPERINCK, S.; RAITERI, P.; MARKS, N.; WRIGHT, K. Dehydroxylation of kaolinite to metakaolin—a molecular dynamics study. **Journal of Materials Chemistry**, v. 21, p. 2118-2125, 2011.

SU, Y.; FAN, T.; CUI, W.; LI, Y.; RAMAKRISHNA, S.; LONG, Y. Advanced electrospun nanofibrous materials for efficient oil/water separation. **Advanced Fiber Material**, v. 4, p. 938–958, 2022.

TCHADJIÉ, L. N.; EKOLU, S. O. Enhancing the reactivity of aluminosilicate materials toward geopolymer synthesis. **Journal of Materials Science**, 53, p. 4709–473, 2018.

TCHAKOUTÉ, H. K.; MELELEA, S. J. K.; DJAMENA, A. T.; KAZE, C. R.; KAMSEU, E. C.; NANSEU, N. P.; LEONELLI, A.; RÜSCHER, C. C. H. Microstructural and mechanical properties of poly(sialate-siloxo) networks obtained using metakaolins from kaolin and haloysite as aluminosilicate sources: a comparative study. **Applied Clay Science**, v. 186, p. 105448, 2020.

THAKUR, S.; VERMA, A.; SHARMA, B.; CHAUDHARY, J.; TAMULEVICIUS, S.; THAKUR, V. K. Recent developments in recycling of polystyrene-based plastics. **Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry**, 13, p. 32–38, 2018.

THOUDAM, K.; HOSSINEY, N.; LAKSHMISH KUMAR, S.; ALEX, J.; BHALKIKAR, A.; FATHIMA, A. Assessing performance of alkali-activated bricks incorporated with processed surgical masks. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 25, p. 6432–6445, 2023.

TORGAL., F. P.; EIRAS, M. C.; JALALI, S. **Construção Terra: o que é e como se faz?** Guimarães: TecMinho, 2009.

UYAR, T.; BESENBACHER, F. Electrospinning of uniform polystyrene fibers: The effect of solvent conductivity. **Polymer**, 49(24), 5336–5343, 2008.

VIZCAYNO, C.; GUTIÉRREZ, R. M.; CASTELLO, R.; RODRIGUEZ, E.; GUERRERO, C. E. Pozzolan obtained by mechanochemical and thermal treatments of kaolin. **Applied Clay Science**, v. 49, p. 405–413, 2010.

WALBRÜCK K, DREWLER L, WITZLEBEN S, STEPHAN D. Factors influencing thermal conductivity and compressive strength of natural fiber-reinforced geopolymer foams. **Open Ceramics,** 5:100065, 2021.

WHITE, C. E.; PROVIS, J. L.; PROFFEN, T.; RILEY, D. P.; DEVENTER, J. S. J. V. Combining density functional theory (DFT) and pair distribution function (PDF) analysis to solve the structure of metastable materials: the case of metakaolin. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 12, p. 3239, 2010.

WILSON, I. R.; SANTOS, H. S.; SANTOS, P. S. Kaolin and haloysite deposits of Brazil. **Clay Minerals**, v. 41, p. 697-716, 2006.

WU, Y.; LU, B.; BAI, T.; WANG, H.; DU, F.; ZHANG, Y.; CAI, L.; JIANG, C.; JIANG, W. Geopolymer, green alkali activated cementitious material: Synthesis, applications and challenges. **Construction and Building Materials**, 224, p. 930–949, 2019.

YAN, Z.; MENG, D.; HUANG, Y.; HOU, Z.; WU, X.; WANG, Y.; DU, X.; XIE, H. Modification of kaolinite with alkylimidazolium salts Nanocomposites with tunable d-spacing and thermal stability. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 118, p. 133–140, 2014.

YANG, H.; LIU L.; YANG W.; LIU H. ; AHMAD W. ; AHMAD A. ; ASLAM F.; JOYKLAD P . A comprehensive overview of geopolymer composites: A bibliometric analysis and literature review. **Case Studies in Construction Materials**. 16 e00830. 2022.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. New York: Oxford University Press, 1995.

ZHANG, D. W.; WANG, D.; LIN, X.; ZHANG, T. The study of the structure rebuilding and yield stress of 3D printing geopolymer pastes. **Construction and Building Materials**, 184, p. 575–580, 2018.

ZHANG, Y.; YANG, J.-H.; LI, L.-L.; CUI, C.-X.; LI, Y.; LIU, S.-Q.; ZHOU, X.-M.; QU, L.-B. Facile fabrication of superhydrophobic copper-foam and electrospinning polystyrene fiber for combinational oil–water separation. **Polymers**. 11(1), 97, 2019.

ZHANG, Z.; WANG, K.; MO, B.; LI, X.; CUI, X. Preparation and characterization of a reflective and heat insulative coating based on geopolymers. **Energy and Buildings**, 87, p. 220–225. 2015.

ZHAO, W.; WANG, Y.; WANG, X.; WU, D. Fabrication, mechanical performance and tribological behaviors of polyacetal-fiber-reinforced metakaolin-based geopolymeric composites**. Ceramics International.** v. 42, p. 6329-6341, 2016.

ZU-HUA, Z.; XIAO, Y.; HUA-JUN, Z.; SU-DONG, H.; YUE, C. Preparation and mechanical properties of polypropylene fiber reinforced calcined kaolin-fly ash based geopolymer. **Journal of Central South University of Technology**, v. 16, p. 49-52, 2009.

ZUHUA, Z.; XIAO, Y.; HUAJUN, Z.; YUE, C. Role of water in the synthesis of calcined kaolin-based geopolymer. **Applied Clay Science**, 43, p. 218–223, 2009.

APÊNDICE A

Estudos preliminares da eletrofiação da MPS.

Estudos preliminares foram realizados para produção de MPS por eletrofiação horizontal sob pressão mecânica, variando os parâmetros apresentados na Tabela 18. O estudo inicial foi desenvolvido por Bruno Gois, grupo de pesquisa do Prof. Deuber Agostini, Laboratório de Eletrofiação e Tecnologia (LabEITec). Isso está apresentado na Tabela A1.

Tabela A1: Estudos preliminares com eletrofiação horizontal.

Amostras	Concentração	Distância de trabalho (cm)	Tensão	Vazão mL/h	Resultado
1ª Amostra	30	12	5kV	0,25	Não produziu fibra
2ª Amostra	30	12	5kV	1	Não produziu muita fibra
3ª Amostra	30	12	10	0,5	Produção fibra com *beats*
4ª Amostra	30	12	10	1	Produção fibra sem *beats*

Fonte: Elaborado pela autora.

Os estudos iniciais foram aprimorados, adotando-se a eletrofiação vertical, ou seja, eletrofiação por gravidade. Os parâmetros e os diâmetros estão apresentados na Tabela A2.

Tabela A2: Estudo preliminar da eletrofiação Produção de MPS via eletrofiação vertical.

Amostra	Tensão (kV)	Temperatura (°C)	Umidade (%)	Altura de Trabalho (cm)	Volume da solução (ml)	Diâmetro médio (µm)	Desvio Padrão
Amostra 01	15	22,20	46,52	17,5	1	8,33	±1,95
Amostra 02	10	22,40	46	17,5	1	5,77	±1,03
Amostra 03	20	22	40-42	20	1	3,68	±0,93
Amostra 04	8	23	45-46	17,5	1	6,08	±1,35
Amostra 05	10	22-23	45-46	17,5	1	6,62	±1,40

Fonte: Elaborado pela autora.

APÊNDICE B

Estudos prévio de parâmetros de produção das amostras de tijolo de geopolímero.

Foram realizados estudos preliminares para o estabelecimento do percentual de água, percentual de água e força conformação. A Tabela B1 apresenta alguns resultados.

Tabela B1: Estudos preliminares de resistência à compressão.

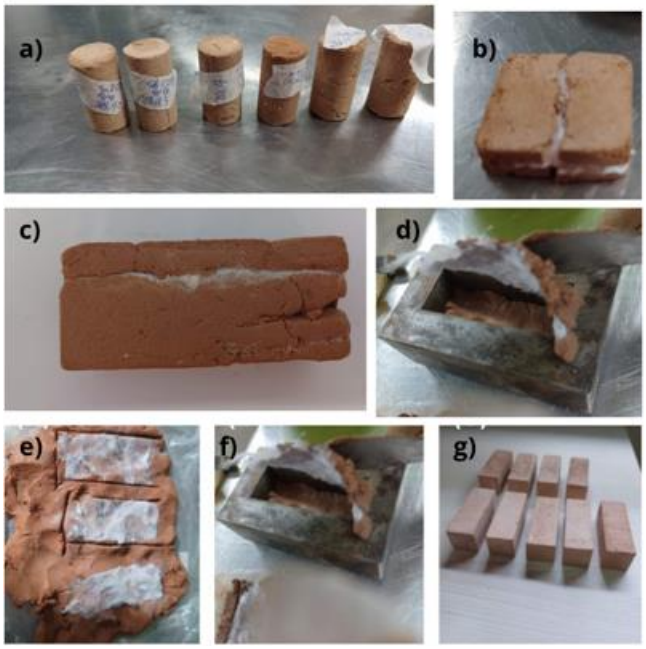
Amostras	Largura (cm)	Comprimento (cm)	Resistência à compressão MPa	Geopolímero (%)	Água (%)	Força de conformação (t)
A1	30	30	3,1	15,45	20	0
A2	30	30	1,57	11,27	16,03	0
A3	30	30	1,90	5	20	1
A4	30	30	2,84	5	20	1
A5	30	30	2,46	5	16	0,5
A6	30	30	2,47	5	17	0,5
A7	30	30	1,59	10	15	0,5
A8	30	30	7,27	10	11	0,5
A9	30	30	4,23	10	11	0,5
A10	30	30	2,99	15	18	0
A11	30	30	2,17	15	18	0
A12	30	30	5,84	15	16	0,5
A13	30	30	5,63	15	16	0,5
A14	30	30	1,21	10	12,9	0,5
A15	30	30	1,09	15	20	0
A16	30	30	0,95	15	20	0

Fonte: Elaborado pela autora.

APÊNDICE C

Estudos preliminares de produção da amostra de tijolos de geopolímero.

Figura C1: Estudos preliminares de produção de amostras de tijolo de geopolímero.



Fonte: Elaborado pela autora.

Legenda:

a) Amostras produzidas com solo, geopolímero, sílica ativa sem microfibra, pressão de conformação manual;

b)/c) Amostras produzidas com solo, geopolímero, sílica ativa, microfibra em camada (produzida por meio eletrofiação horizontal), pressão de conformação manual;

d) Amostra com solo, geopolímero, sílica ativa, microfibra em camada produzida por meio eletrofiação vertical, pressão de conformação manual;

e)/f)/g) Amostras produzidas com solo, geopolímero, sílica ativa, microfibra em camada produzida por meio eletrofiação vertical, pressão de conformação manual;

APÊNDICE D

Resistência à flexão e a compressão da amostra de tijolo de geopolímero.

Tabela D1: Resistência à Flexão da amostra de tijolo de geopolímero.

Amostras	**Resistência à Flexão (MPa)**					
	Amostra de Referência (sem MPS)	**MPS em manta**			**MPS em tira**	
		02 Camadas	**04 Camadas**	**05 Camadas**	**0,35%**	**0,45%**
1ª série	1,93	1,99	2,04	2,14	2,84	3,26
2ª série	2,79	2,09	2,61	1,75	2,75	2,72
3ª série	2,57	2,86	2,5	2,02	2,56	2,67
Média	2,43	2,31	2,3833	1,97	2,717	2,883
Desvio padrão	±0,45	±0,48	±0,30	±0,20	±0,14	±0,33

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela D2: Resistência à compressão da amostra de tijolo de geopolímero.

Amostras	**Resistência à Compressão**						
	Amostra de Referência (sem MPS)	**MPS em tira**				**MPS em manta**	
		0,15 %	**0,25%**	**0,35 %**	**0,45%**	**5 camadas**	**10 Camadas**
1ª série	7,48	5,22	6,98	7,16	7,87	7,36	7,5
2ª série	7,79	5,13	7,65	6,46	7,81	7,86	7,77
3ª série	8,17	5,19	5,68	8,16	7,31	6,55	6,34
4ª série	8,19	5,91	6,16		9,16		
Média	7,91	5,36	6,62	7,26	8,04	7,26	7,20
Desvio	±0,34	±0,37	±0,87	±0,85	±0,79	±0,35	±0,19

Fonte: Elaborado pela autora.