

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA E CIÊNCIAS
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

THAIS MARCHETTI RIBEIRO

**DESEMPENHO MECÂNICO DE COMPÓSITOS GEOPOLIMERICOS
REFORÇADOS COM FIBRAS DE SISAL**

Guaratinguetá - SP
2025



THAIS MARCHETTI RIBEIRO

**DESEMPENHO MECÂNICO DE COMPÓSITOS GEOPOLIMÉRICOS
REFORÇADOS COM FIBRAS DE SISAL**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá - SP, para obtenção do título de Grau acadêmico Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Francisco dos Santos

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Giseli Cristina Ribeiro

Guaratinguetá - SP

2025

R484d Ribeiro, Thais Marchetti
Desempenho mecânico de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal / Thais Marchetti - Guaratinguetá, 2025.
115 f : il.
Bibliografia: f. 101-114

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, 2025.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Francisco dos Santos
Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Giseli Cristina Ribeiro

1. Compósitos poliméricos. 2. Fibras vegetais.
3. Polímeros inorgânicos. 4. Desenvolvimento sustentável. I. Título.

CDU 620.1(043)

IMPACTO POTENCIAL DESTA PESQUISA

Pode-se dizer que a pesquisa sobre o desempenho mecânico de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal apresenta um impacto significativo em diversas esferas. Ela contribui para o avanço no desenvolvimento de materiais sustentáveis, ampliando o conhecimento sobre compósitos alternativos ao cimento Portland, com menor pegada de carbono e melhor desempenho mecânico. A utilização de fibras naturais, promovendo o uso de recursos renováveis e a redução de resíduos industriais, pode impulsionar cadeias produtivas locais, beneficiando pequenos produtores de sisal e incentivando a bioeconomia.

Quanto à internacionalização dessa pesquisa, pode-se afirmar que ela ocorre pela crescente demanda global por soluções construtivas sustentáveis, alinhando-se às metas ambientais de descarbonização. À nível local, regional e nacional, a aplicação desses compósitos pode fortalecer setores da construção civil e da engenharia de materiais, especialmente em regiões produtoras de sisal, como o a região do nordeste brasileiro.

Essa pesquisa também pode ter um papel relevante na educação e cultura, ao fomentar a formação de profissionais capacitados para atuar com materiais sustentáveis e difundir conhecimentos sobre tecnologias mais limpas. No contexto de desenvolvimento sustentável, o uso de geopolímeros reforçados com fibras naturais reduz impactos ambientais, promovendo a transição para uma construção mais limpa e ecológica.

Sendo assim, essa pesquisa está alinhada às demandas contemporâneas por inovação e sustentabilidade, com potencial para transformar tanto o setor acadêmico quanto o setor da construção civil, consolidando o Brasil como referência em materiais de baixo impacto ambiental.

POTENTIAL IMPACT OF THIS RESEARCH

Research on the mechanical performance of sisal fiber-reinforced geopolymer composites demonstrates a significant impact across multiple domains. It contributes to the advancement of sustainable materials science by enhancing the understanding and development of alternative binders to Portland cement, offering a reduced carbon footprint and improved mechanical properties. The incorporation of natural fibers promotes the use of renewable resources and the minimization of industrial waste, potentially strengthening local value chains, supporting small-scale sisal producers, and fostering the growth of the bioeconomy.

In terms of internationalization, this research aligns with the increasing global demand for sustainable construction solutions and is consistent with international environmental goals related to decarbonization. At local, regional, and national levels, the application of such composites may reinforce the construction and materials engineering sectors, particularly in sisal-producing regions such as Northeastern Brazil.

Furthermore, this line of research holds relevance for education and cultural development by supporting the training of professionals skilled in sustainable materials and facilitating the dissemination of knowledge regarding cleaner technologies. In the broader context of sustainable development, the use of natural fiber-reinforced geopolymers contributes to the reduction of environmental impacts and promotes a transition toward more environmentally responsible construction practices.

Thus, this research is well-aligned with contemporary imperatives for innovation and sustainability, holding the potential to transform both the academic sphere and the construction industry, while positioning Brazil as a leading reference in the development of low environmental impact materials.


THAIS MARCHETTI RIBEIRO

**Desempenho mecânico de compósitos geopoliméricos reforçados com fibra
de sisal**


Dissertação apresentada à Universidade Estadual Paulista (UNESP), Faculdade de Engenharia e Ciências de Guaratinguetá, para obtenção do título de Mestre em Engenharia

Data da defesa: 10/04/2025


Banca Examinadora:

Documento assinado digitalmente
 **SERGIO FRANCISCO DOS SANTOS**
Data: 14/04/2025 22:14:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. SERGIO FRANCISCO DOS SANTOS
Orientador - UNESP

Documento assinado digitalmente
 **JOSE VITOR CANDIDO DE SOUZA**
Data: 14/04/2025 16:55:12-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. JOSE VITOR CANDIDO DE SOUZA
UNESP

Documento assinado digitalmente
 **RONALDO SOARES TEIXEIRA**
Data: 15/04/2025 08:22:36-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. RONALDO SOARES TEIXEIRA
USP

Dedico este trabalho a toda minha família,
em especial aos meus amados filhos Luna
Ribeiro Ferreira e Abel Ribeiro Ferreira.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus que me proporcionou força e determinação para que este trabalho fosse realizado.

Aos meus pais, pelo amor, carinho, apoio e suporte principalmente na fase final do trabalho cuidando dos meus amados filhos.

Aos meus avós, pela educação, carinho e principalmente incentivo nos estudos.

Ao meu marido, Diego Marins Ferreira, por todo amor, carinho, paciência e apoio, durante todo o mestrado.

Ao Prof. Dr. Sérgio Francisco dos Santos, pelo aceite na orientação e toda atenção dispensada ao longo deste trabalho.

À minha tia e Coorientadora, Dra. Giseli Cristina Ribeiro, pela amizade e dedicação com a realização dessa pesquisa, pelo incentivo e, principalmente, pela paciência e atenção dedicados à minha pessoa.

A todos os membros da banca examinadora, titulares e suplentes, por aceitarem o convite e também por fazerem parte da construção do meu aprendizado;

Ao Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia e Ciências, Campus de Guaratinguetá, da Universidade Estadual Paulista, em especial aos técnicos dos laboratórios e das oficinas.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP), em especial ao Prof. Dr. Sebastião Ribeiro, responsável pelo laboratório de cerâmica, por disponibilizar o mesmo e seus equipamentos. Ao Técnico Francisco Paiva, pela colaboração na realização dos ensaios mecânicos. Agradeço também à aluna de doutorado, Gabriela Guimarães, pela colaboração na etapa de análise microestrutural.

Aos meus familiares, amigos e colegas que contribuíram direta ou indiretamente para realização desse trabalho, em especial ao meu amigo Carlos Eduardo Cardoso Gonçalves.

À FAPESP, pelo apoio financeiro, concedido por meio do Processo nº 2019/23603-9, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

“Tudo o que temos que decidir é o que fazer com o tempo” (GANDALF, O Senhor dos Anéis – a Sociedade do Anel, 2021).

RESUMO

O geopolímero é um material obtido pela ativação alcalina de fontes de aluminossilicatos e apresentando-se como uma alternativa sustentável parcial ao cimento Portland. Sua produção demanda menos energia, reduzindo o impacto ambiental, o que torna os elementos construtivos à base de geopolímero atraentes para a construção civil. O uso de fibras lignocelulósicas, como as fibras de sisal, tem sido amplamente estudado como reforço em matrizes geopoliméricas, devido à sua disponibilidade, baixo custo e capacidade de melhorar significativamente as propriedades mecânicas dos compósitos. Este projeto desenvolveu compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal, tanto com tratamento químico de mercerização quanto sem tratamento superficial, utilizando metacaulim ativado com solução alcalina de silicato de sódio e hidróxido de sódio, além de aditivos para otimizar a trabalhabilidade, como a hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e surfactante. Foram produzidos compósitos com diferentes teores de fibras não tratadas e tratadas pelo processo de mercerização (0,5%p, 1%p e 2%p) para avaliar seu desempenho mecânico. Os resultados mostraram que a incorporação de fibras naturais elevou a resistência à compressão. Com relação ao tempo de cura, de 7 para 28 dias, observa-se que pasta geopolimérica (M1) aumentou cerca de 69% a resistência à compressão; no entanto, os compósitos com 0,5% em massa de fibra (MF-0,5) apresentaram um aumento de 58,8%; com relação aos compósitos com 1% em massa de fibra (MF-1) foi observado um aumento de 43,40%, e, finalmente, os compósitos com 2% em massa de fibra (MF-2) a resistência à compressão teve um aumento de 120,56%. No entanto, o módulo de elasticidade dinâmico diminuiu devido ao aumento da porosidade e à menor rigidez das fibras. Com relação à resistência à flexão a três pontos, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas do módulo de ruptura entre a pasta geopolimérica (M1) e os compósitos geopoliméricos com 1% (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2). Além disso, os testes iniciais de impressão 3D com geopolímero sem fibras indicaram desafios relacionados à reologia e aderência entre camadas.

Palavras-chave: Comportamento reológico; pasta geopolimérica; fibras vegetais; aditivos químicos.

ABSTRACT

Geopolymer is a material obtained through the alkaline activation of aluminosilicate sources, presenting itself as a partially sustainable alternative to Portland cement. Its production requires less energy, thereby reducing environmental impact, which makes geopolymer-based building elements attractive for the construction sector. The use of lignocellulosic fibers, such as sisal fibers, has been widely studied as reinforcement in geopolymeric matrices due to their availability, low cost, and capacity to significantly enhance the mechanical properties of the resulting composites. This project developed geopolymer composites reinforced with sisal fibers, both untreated and chemically treated via mercerization, using metakaolin activated with an alkaline solution of sodium silicate and sodium hydroxide, along with additives to optimize workability, such as hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) and surfactants. Composites containing different weight fractions of untreated and mercerized fibers (0.5 wt%, 1 wt%, and 2 wt%) were produced to evaluate their mechanical performance. The results demonstrated that the incorporation of natural fibers increased compressive strength. Regarding the curing time, from 7 to 28 days, the geopolymeric paste (M1) exhibited an increase of approximately 69% in compressive strength; composites with 0.5 wt% fiber (MF-0.5) showed an increase of 58.8%; composites with 1 wt% fiber (MF-1) showed an increase of 43.40%; and composites with 2 wt% fiber (MF-2) demonstrated a 120.56% increase. However, the dynamic modulus of elasticity decreased due to increased porosity and the lower stiffness of the fibers. As for the three-point flexural strength, no statistically significant differences were found in the modulus of rupture between the geopolymeric paste (M1) and the composites containing 1 wt% (MF-1, MFT-1) and 2 wt% (MF-2, MFT-2) of fibers. Moreover, preliminary 3D printing tests using fiber-free geopolymer indicated challenges related to rheology and interlayer adhesion.

Keywords: Rheological behavior; geopolymeric paste; plant-based fibers; chemical additives.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 – Esquema da produção do cimento portland e do geopolímero | 22 |
| Figura 2 – Esquema da estrutura do caulim | 25 |
| Figura 3 – Esquema da estrutura e etapas da formação do geopolímero | 29 |
| Figura 4 – Principais etapas da síntese do geopolímero | 30 |
| Figura 5 - Reações químicas da etapa 2 da dissolução dos aluminossilicatos | 30 |
| Figura 6 – Reações químicas da etapa 4 do início da polimerização do geopolímero..... | 31 |
| Figura 7 - Microestruturas de geopolímero (a) cinzas de fundo e (b) metacaulim | 35 |
| Figura 8 – Esquema da estrutura de uma fibra vegetal..... | 39 |
| Figura 9 – Ilustração da planta do sisal | 40 |
| Figura 10 – Foto das fibras de sisal sendo secas ao ar livre..... | 42 |
| Figura 11 - Classificação dos tipos de compósitos..... | 43 |
| Figura 12 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras (1) contínuas e alinhadas (2) descontínuas e alinhadas e (3) descontínuas e orientadas aleatoriamente | 44 |
| Figura 13- Representação esquemática de uma fissura em um compósito reforçado com fibras lignocelulósicas. (1) fibra rompida; (2) fibra arrancada; (3) fibra integra atravessando a fissura..... | 45 |
| Figura 14 – Ilustração de um processo típico de impressão 3D baseado em extrusão, em impressora de coordenadas cartesianas | 48 |
| Figura 15 - Esquema do processo de impressão 3D baseado no jateamento em pó: (a) Espalhamento de pó, (b) deposição de gotículas de ligante, (c) amostra acabada..... | 49 |
| Figura 16 – Fluxograma indicando as vantagens da tecnologia de impressão 3D utilizando geopolímeros | 50 |
| Figura 17 – Fluxograma do procedimento experimental - corpos de prova | 53 |
| Figura 18 - Fluxograma das técnicas utilizadas para caracterização do metacaulim | 55 |
| Figura 19 – Fluxograma da caracterização das fibras de sisal..... | 56 |
| Figura 20 - Detalhes do ensaio de tração para fibras vegetais..... | 58 |

| | |
|---|----|
| Figura 21 – Foto do corpo de prova de fibra de sisal preparada para o ensaio de tração | 59 |
| Figura 22 – Sequência de atividades para o tratamento das fibras de sisal | 61 |
| Figura 23 – Moldes dos corpos de prova, (a) Cilíndrico de policloreto de vinila (PVC) (b) de aço inoxidável para produzir barra prismática | 64 |
| Figura 24 – Ilustração da Impressora 3D acoplada ao reservatório pneumático e ao sistema computacional | 64 |
| Figura 25 - Desenho dos corpos de prova, (a) Cilíndrico (b) Barra prismática para serem utilizados no programa de fatiamento e para subsequente impressão | 65 |
| Figura 26 - Corpos de prova moldados com geometrias cilíndricas e prismáticas no processo de cura | 66 |
| Figura 27 - Esquema de uma barra prismática submetida ao ensaio de flexão em três pontos, em que P é a carga de carregamento, L a distância entre os roletes, b é a largura e h a altura da amostra | 68 |
| Figura 28 - Ilustração esquemática de alguns parâmetros do ensaio de compressão axial | 69 |
| Figura 29 - Difratoograma de raios X com identificação das fases do metacaulim | 72 |
| Figura 30 – Destaque na escala do difratograma de raio X com identificação do pico largo da fase amorfa do metacaulim..... | 72 |
| Figura 31 – Gráfico com distribuição granulométrica discreta do metacaulim | 73 |
| Figura 32 - Micrografias das fibras de sisal não tratadas (a) e tratadas (b) | 76 |
| Figura 33 - Difratoograma da pasta geopolimérica com 7, 14 e 28 dias de cura | 77 |
| Figura 34 – Ampliação do difratograma das pastas geopoliméricas com (a) 7, (b) 14 e (c) 28 dias de cura..... | 78 |
| Figura 35 - Valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a compressão da pasta e dos compósitos geopoliméricos | 81 |
| Figura 36 - Exemplos de corpos de prova cilíndricos após o ensaio de compressão axial. (a) Sem adição de fibras de sisal; (b) com a adição de 2% em massa de fibras de sisal | 82 |
| Figura 37 - Valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a compressão da pasta e dos compósitos geopoliméricos com fibras tratadas e não tratadas..... | 83 |

| | |
|--|----|
| Figura 38 – Gráfico com os valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a flexão da pasta e dos compósitos geopoliméricos | 88 |
| Figura 39 – Micrografias mostrando a distribuição da porosidade e de tricas da superfície de fratura da pasta geopolimérica..... | 89 |
| Figura 40 – Micrografias indicando a presença de poros e fibras rompidas da superfície do compósito geopolimérico com adição de 0,5% em massa de fibras | 90 |
| Figura 41 – (a) Micrografia mostrando a porosidade com indicação de fibras arrancadas da superfície de fratura do compósito geopolimérico com 1% em massa de fibra de sisal e (b) o detalhe do rastro de uma fibra arrancada | 90 |
| Figura 42 – Micrografias ilustrando a porosidade e detalhes de fibras arrancadas da superfície de fratura do compósito geopolimérico com 2% em massa de fibra de sisal | 91 |
| Figura 43 – Micrografias ilustrando exemplos de aglomerados de fibras em compósitos: (a) com 0,5% em massa; (b) com 2% em massa..... | 92 |
| Figura 44 - Gráfico com os valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a flexão da pasta e dos compósitos geopoliméricos com fibras tratadas e não tratadas..... | 92 |
| Figura 45 - Micrografias mostrando a porosidade e com indicações de fibras arrancadas da superfície de fratura dos compósitos geopoliméricos com (a) 0,5% em massa; (b) 1% em massa e (c) 2% em massa..... | 94 |
| Figura 46 – Ilustração de um corpo de prova impresso em 3D de pasta geopolimérica, sem fibra..... | 98 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|---|----|
| Tabela 1 - Classificação das soluções ativadoras..... | 27 |
| Tabela 2 - Características físicas de diferentes tipos de fibras vegetais | 37 |
| Tabela 3 - Propriedades mecânicas de diferentes fibras vegetais | 38 |
| Tabela 4 - Composição das fibras de sisal | 41 |
| Tabela 5 - Especificações do Na_2SiO_3 | 54 |
| Tabela 6 - Especificações do NaOH | 54 |
| Tabela 7 - Dimensões da base e os parâmetros do ensaio..... | 59 |
| Tabela 8 – Formulação da matriz geopolimérica..... | 62 |
| Tabela 9 – Lista das formulações em função ao teor de fibras..... | 63 |
| Tabela 10 - Análise química de pôr fluorescência de raios x e perda ao fogo (PF) do metacaulim | 71 |
| Tabela 11 - Propriedades físicas das fibras de sisal sem tratamento superficial alcalino | 74 |
| Tabela 12 - Valores de módulo de elasticidade e resistência a tração das fibras de sisal sem tratamento | 75 |
| Tabela 13 - Propriedades físicas da pasta e do compósito geopolimérico | 79 |
| Tabela 14 – Análise de variância (ANOVA) dos resultados MEA | 80 |
| Tabela 15 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados PA | 80 |
| Tabela 16 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados AA | 80 |
| Tabela 17 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de compressão axial. | 84 |
| Tabela 18 – Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança para a compressão | 84 |
| Tabela 19 – Valores médios e os respectivos desvio padrão do módulo de elasticidade (GPa) da pasta geopolimérica e dos compósitos geopoliméricos das fibras não tratadas..... | 85 |
| Tabela 20 – Valores médios e os respectivos desvio padrão do módulo de elasticidade (GPa) da pasta geopolimérica e dos compósitos geopoliméricos das fibras tratadas..... | 86 |
| Tabela 21 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados dos resultados de módulo de elasticidade..... | 86 |
| Tabela 22 – Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança para o módulo de elasticidade | 87 |

| | |
|---|----|
| Tabela 23 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados dos resultados de módulo de ruptura | 95 |
| Tabela 24 – Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança para o módulo de ruptura | 95 |

SUMÁRIO

| | | |
|----------------|---|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 18 |
| 2 | OBJETIVOS | 21 |
| 2.1 | GERAL | 21 |
| 2.2 | ESPECÍFICOS..... | 21 |
| 3 | REVISÃO BIBLIOGRAFICA | 22 |
| 3.1 | GEOPOLÍMERO | 22 |
| 3.1.1 | Geopolímeros X Cimento Portland | 22 |
| 3.1.2 | Definição..... | 24 |
| 3.1.3 | Precusores geopoliméricos: Caulim e Metacaulim | 25 |
| 3.1.4 | Ativadores alcalinos | 26 |
| 3.1.5 | Aditivos químicos..... | 27 |
| 3.1.6 | Estrutura do geopolímero..... | 28 |
| 3.1.7 | Geopolimerização | 29 |
| 3.1.8 | Efeito da água no processo de geopolimerização..... | 31 |
| 3.1.9 | Mistura e cura | 32 |
| 3.1.10 | Propriedades reológicas dos geopolímeros | 32 |
| 3.1.11 | Propriedades físicas, mecânicas e microestruturais dos geopolímeros ... | 34 |
| 3.1.12 | Aplicações dos geopolímeros | 36 |
| 3.2 | FIBRAS VEGETAIS..... | 36 |
| 3.2.1 | Propriedades mecânicas das fibras | 37 |
| 3.2.2 | Estruturas das fibras vegetais..... | 38 |
| 3.2.3 | Fibra de sisal | 40 |
| 3.2.3.1 | Composição das folhas de sisal | 40 |
| 3.2.3.2 | Processo de extração das fibras | 41 |
| 3.2.4 | Mercerização das fibras..... | 42 |
| 3.3 | COMPÓSITOS | 43 |
| 3.3.1 | Orientação e concentração das fibras..... | 44 |
| 3.3.2 | Interface fibra-matiz | 45 |
| 3.3.3 | Compósitos reforçados com fibras vegetais..... | 46 |
| 3.3.4 | Compósitos geopoliméricos | 46 |
| 3.4 | IMPRESSÃO 3D..... | 47 |

| | | |
|----------------|---|-----------|
| 3.4.1 | Técnicas para impressão 3D | 47 |
| 3.4.2 | Limitações e desafios da impressão 3D..... | 49 |
| 3.4.3 | Impressão 3D com geopolímeros | 50 |
| 3.5 | ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA) | 51 |
| 4 | MATERIAS E MÉTODOS..... | 53 |
| 4.1 | MATERIAIS | 53 |
| 4.2 | METODOLOGIA EXPERIMENTAL | 55 |
| 4.2.1 | Caracterização do metacaulim..... | 55 |
| 4.2.1.1 | Determinação da massa específica..... | 55 |
| 4.2.1.2 | Granulometria a laser | 56 |
| 4.2.1.3 | Difração de raios X (DRX)..... | 56 |
| 4.2.1.4 | Espectroscopia por fluorescência de raios x (FRX)..... | 56 |
| 4.2.2 | Caracterização das fibras de sisal | 56 |
| 4.2.2.1 | Medidas de diâmetro médio das fibras | 57 |
| 4.2.2.2 | Determinação do teor de umidade | 57 |
| 4.2.2.3 | Absorção de água..... | 57 |
| 4.2.2.4 | Determinação da massa específica..... | 58 |
| 4.2.2.5 | Ensaio de tração da fibra | 58 |
| 4.2.2.6 | Microscopia eletrônica de varredura (MEV)..... | 60 |
| 4.2.2.7 | Tratamento alcalino superficial das fibras..... | 60 |
| 4.2.3 | Preparação do geopolímero..... | 61 |
| 4.2.3.1 | Preparação da solução alcalina..... | 61 |
| 4.2.3.2 | Preparação da pasta e do compósito geopolimérico | 62 |
| 4.2.3.3 | Moldagem e impressão | 63 |
| 4.2.4 | Processo de Cura | 65 |
| 4.2.5 | Caracterização da pasta e do compósito geopolimérico | 66 |
| 4.2.6 | Análise de variância..... | 70 |
| 5 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 71 |
| 5.1 | CARACTERIZAÇÃO DO METACAULIM | 71 |
| 5.2 | CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE SISAL | 73 |
| 5.3 | CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DAS PASTAS E DOS COMPÓSITOS GEOPOLIMERICOS | 74 |
| 5.4 | PROPRIEDADES MECÂNICAS | 80 |
| 5.4.1 | Resistência a compressão | 80 |

| | | |
|----------|---------------------------------------|------------|
| 5.4.2 | Módulo de elasticidade dinâmico | 85 |
| 5.4.3 | Módulo de ruptura..... | 87 |
| 5.5 | IMPRESSÃO DA PASTA..... | 96 |
| 6 | CONCLUSÃO..... | 99 |
| | REFERÊNCIAS | 101 |

1 INTRODUÇÃO

Segundo a ONU a população mundial alcançou o 8 bilhões de pessoas no mundo no ano 2022, e com isso deve-se buscar soluções comprovadas e eficazes para suavizar os desafios do nosso mundo e alcançar os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da ONU. Com isso novos estudos vêm sendo realizados a fim de se alcançar esses.¹

Nesse sentido, este trabalho está diretamente alinhado às ODS da ONU, que estabelecem metas globais para promover um futuro mais justo e ambientalmente responsável até 2030. Os geopolímeros contribuem especialmente para o ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis) e ODS 13 (Ação Contra a Mudança Global do Clima), ao fomentar inovação tecnológica, reutilização de resíduos e redução da pegada de carbono.

Devido à crescente preocupação com a preservação do meio ambiente, o geopolímero surgiu, há algum tempo, como alternativa para substituir parcialmente o cimento Portland.²⁻⁴ O cimento Portland é um dos materiais mais importante da construção civil, porém, sua produção consome muita energia e matérias primas e, ao mesmo tempo, emite muitos gases, como o SO₂ (dióxido de enxofre) e o CO₂ (dióxido de carbono) que estão relacionadas à poluição do meio ambiente. Para cada tonelada de cimento Portland produzido, uma tonelada de CO₂ é emitida na atmosfera.^{2,3}

Dentro desse contexto, o geopolímero produzido a partir de resíduos industriais ricos em aluminossilicatos, como cinza volante e escória de alto-forno, é um material promissor para a indústria da construção civil, pois além de gerar uma significativa redução nas emissões de CO₂, também economiza energia, em comparação ao cimento Portland convencional. Dessa forma, o geopolímero não representa apenas uma alternativa técnica viável ao cimento Portland, como também fortalecem o compromisso com práticas sustentáveis na construção civil.¹

Geopolímeros são polímeros inorgânicos derivados de ativação alcalina de aluminossilicatos. São materiais cimentícios de natureza amorfa que possuem cadeia de sílica e alumina. Quando a matéria-prima (resíduos ricos de aluminossilicatos, metacaulim, argila, casca de arroz, etc.) são misturadas com diferentes concentrações de ativadores alcalinos, como hidróxido de potássio (KOH), hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (Na₂SiO₃), ou silicato de potássio (K₂SiO₃), ocorre a policondensação, e assim é obtido a pasta geopolimérica. Essa pasta apresenta

propriedades vantajosas, sustentabilidade ambiental, durabilidade, propriedades mecânicas iguais ou superiores das pastas de cimento Portland, versatilidade de aplicação, rápido ganho de resistência, menor consumo de energia na produção, redução do uso de recursos naturais, baixa expansão térmica.²⁻⁷

A proposta de produzir compósitos geopoliméricos reforçados com fibras vegetais tem maior potencial de desempenho mecânico. As fibras vegetais apresentam vantagens propriedades mecânicas e baixa densidade, equivalentes as fibras sintéticas de polímeros (fibras de polipropileno (PP) ou álcool polivinílico (PVA), por exemplo), mas são materiais parcialmente biodegradáveis, provenientes de fontes renováveis e tem baixo custo quando esses materiais são obtidos localmente.⁸ Compósitos com matriz inorgânica com fibras vegetais, que também são conhecidos como compósitos lignocelulósicos, podem ser utilizados para a fixação do carbono na natureza, com redução da emissão de CO₂ na atmosfera durante o ciclo de produção, sendo também uma alternativa economicamente sustentável.⁸

A fibra de sisal é uma fibra natural de origem vegetal, extraída da folha e produzida em larga escala no mundo e particularmente no Brasil, sendo aproximadamente 70% da produção comercial de todas as fibras vegetais. O sisal, cujo o nome científico é *Agave sisalana*, é cultivado em regiões semiáridas no Brasil. As vantagens para utilizar as fibras de sisal em relação às fibras sintéticas vão além das boas propriedades mecânicas e térmicas, o aumento da sua comercialização pode contribuir para o melhor aproveitamento do potencial agrícola brasileiro, criando empregos em áreas de baixo índice de desenvolvimento.⁹⁻¹³

Outro aspecto importante relacionado ao processamento com geopolímero, é possibilidade de usar a impressão 3D, que é um tipo de tecnologia de manufatura aditiva, que possibilita a produção de produtos desenhados em softwares CAD, com diferentes tipos de materiais, formando um modelo tridimensional por sucessivas camadas de material. Com o tempo, a impressora 3D gerou muito interesse na construção civil, pois apresenta tecnologia impressionante, como a possibilidade de automação, produção no local, redução de custos, redução de desperdícios e menor efeito de contaminação no meio ambiente.^{14,15}

Este trabalho teve como objetivo avaliar o desempenho mecânico, bem como as propriedades físicas e microestruturais, de compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal tratada por mercerização e não tratada, comparando-os com a pasta geopolimérica sem fibras, a fim de compreender o impacto do reforço natural nas

características do material final, incluindo sua viabilidade para aplicações estruturais e o potencial uso da manufatura aditiva.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Avaliar a influência da incorporação de fibras de sisal, em diferentes teores (0,5%p, 1%p e 2%p) com e sem de tratamento de mercerização, nas propriedades mecânicas, físicas e microestruturais de compósitos geopoliméricos, com o intuito de compreender seu potencial de aplicação em sistemas estruturais.

2.2 ESPECÍFICOS

- Caracterização das matérias-primas geopoliméricas e das fibras de sisal.
- Aplicar o tratamento químico de mercerização nas fibras de sisal.
- Preparação dos compósitos geopoliméricos com e sem adição de fibras tratadas ou não tratadas.
- Caracterização física e microestrutural dos compósitos.
- Avaliação do desempenho mecânico dos compósitos geopoliméricos por meio de ensaios de resistência à compressão, módulo de elasticidade dinâmico e módulo de ruptura, verificando a influência da adição de fibras, com e sem tratamento de mercerização.
- Estudo da viabilidade da impressão 3D de geopolímeros sem fibras, avaliando suas características estruturais e mecânicas

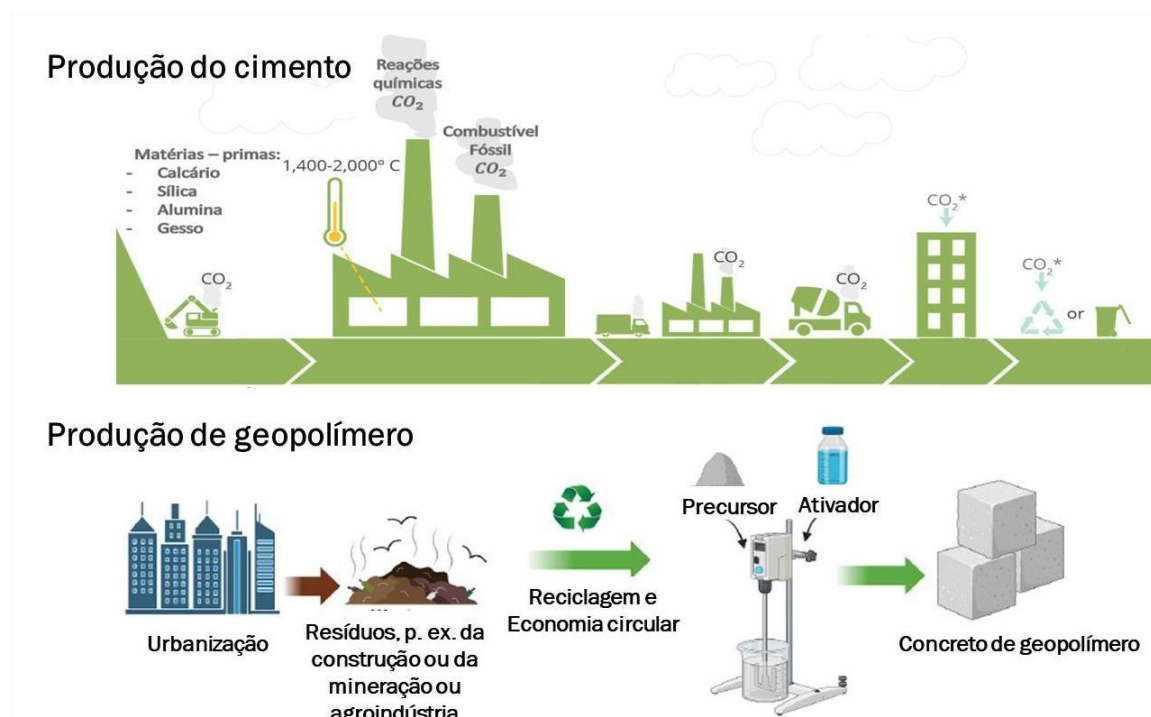
3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

3.1 GEOPOLIMEROS

3.1.1 Geopolímero X Cimento Portland

A Figura 1 apresenta uma comparação esquemática entre os processos de produção do cimento Portland e do concreto geopolimérico. Observa-se que a fabricação do cimento Portland envolve a extração intensiva de matérias-primas (como calcário, sílica, alumina e gesso), além da utilização de fornos a altas temperaturas ($1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $2000\text{ }^{\circ}\text{C}$), que demandam grande quantidade de energia proveniente de combustíveis fósseis. Esse processo resulta na emissão significativa de dióxido de carbono (CO_2), tanto pela queima de combustíveis quanto pelas reações químicas de calcinação do calcário, contribuindo para o agravamento das mudanças climáticas.^{16,17}

Figura 1 - Esquema da produção do Cimento Portland e do geopolímero.



Fonte: Adaptado Carbon Smart Materials Palette, et al.¹⁶ e Poblacki et al.¹⁷.

Em contrapartida, a produção de geopolímeros, ilustrada na parte inferior da Figura 1, baseia-se na utilização de resíduos sólidos oriundos da construção civil, mineração ou agroindústria, os quais são reciclados e empregados como precursores na síntese de ligantes geopoliméricos por meio de ativação alcalina. Esse processo não requer altas temperaturas e apresenta uma pegada de carbono consideravelmente inferior à do cimento Portland. Além disso, está alinhado aos princípios da economia circular e sustentabilidade, promovendo o reaproveitamento de materiais descartados e reduzindo a pressão sobre os recursos naturais.¹⁶⁻¹⁷

Os geopolímeros tem sido estudado por mais de 25 anos, mas ainda não são muito utilizados por falta de normas técnicas, quando comparados aos materiais comerciais à base de cimento Portland, ou de cerâmica, mesmo apresentando muitas vantagens.¹⁸

Os cimentos geopoliméricos apresentam as seguintes características quando comparadas ao cimento Portland:¹⁸

- grande disponibilidade de recursos minerais, pois apresentam materiais fontes de silicatos ou aluminossilicatos que são prontamente dissolvidos na solução alcalina para a produção dos geopolímeros;
- economia de energia e proteção ambiental, uma vez que a produção do geopolímero não requer grandes quantidades de energia. O processamento térmico dos aluminossilicatos, quando comparado à produção de cimento Portland, apresenta temperaturas relativamente baixas entre 600 e 800 °C, o que resulta em uma economia de 3/5 de energia. Um outro aspecto muito importante é a redução significativa da emissão de CO₂, cerca de 80 a 90% a menos;
- técnica de preparação simples, pois os geopolímeros podem ser sintetizados pela simples mistura de aluminossilicatos reativos às soluções alcalinas, e depois curados em temperatura ambiente. A preparação do geopolímero é muito similar à do cimento Portland;
- boa estabilidade volumétrica, uma vez que os geopolímeros apresentam menos retração quando comparada ao cimento Portland;
- elevado ganho de resistência em curto período de tempo, pois o geopolímero pode alcançar cerca de 70% de resistência à compressão nas primeiras 4 h de cura;

- excelente durabilidade, geopolímeros podem resistir a intempéries por milhares de anos sem grandes perdas de função;
- alta resistência ao fogo e baixa condutividade térmica, visto que podem suportar de 1000 °C a 1200 °C sem perda significativa de suas funções. O geopolímero possui condutividade térmica entre 0,24 – 0,30 W/m.K similares aos tijolos refratários de baixa densidade que variam entre 0,30 – 0,48 W/m.K.

No entanto, para que ocorra a substituição dos geopolímeros em larga escala na indústria da construção civil, importantes questões devem ser levantadas, como a padronização da síntese e das matérias primas utilizadas. Por isso, a origem da fonte do aluminossilicatos, a concentração e o tipo de ativador alcalino, e a relação sólido/líquido da pasta, influenciam diretamente a resistência mecânica e a reologia do geopolímero. Dessa forma, faz-se necessário alguns parâmetros de processamento a fim de tornar a produção mais simples.¹⁹

3.1.2 Definição

O geopolímero é um polissialato que é uma nomenclatura escolhida para abreviação de poli-sílico-aluminatos. O geopolímero foi estudado e cunhado no final da década de 70 por um pesquisador francês, professor Joseph Davidovits, para designar uma família de ligantes minerais com composição química semelhante à da zeólita, porém com uma microestrutura mista, sendo amorfa à semicristalina.²⁰⁻²²

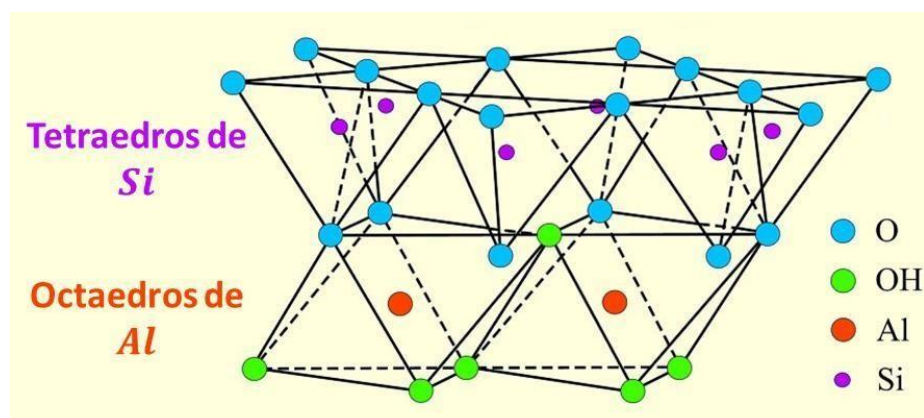
“Geo” simboliza a semelhança com materiais geológicos e “polímero”, a química dos sílico-aluminatos.²¹ O geopolímero nada mais é que polímeros inorgânicos derivados da ativação alcalina de materiais aluminossilicatos, ou seja, apresentam um ou mais materiais constituídos por SiO₂ e Al₂O₃ em quantidades suficientes e em forma reativa (como cinzas, argilas e escórias), que são misturados a uma solução alcalina aquosa ativadora, que contém, hidróxido de potássio (KOH), hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (Na₂SiO₃) silicato de potássio (K₂SiO₃).^{14,15,20,21} O composto de geopolímero pode substituir como um total ou parcial o cimento Portland convencional, pois ele apresenta características particulares que revelam grande potencial de aplicação como aglomerante.^{5,6,21}

3.1.3 Percursos geopoliméricos: Caulim e Metacaulim

O termo caulim é derivado da palavra chinesa KAO-LIN que significa colina alta e se refere a uma colina de Jauchau Fu, ao norte da China, onde o material é obtido desde a antiguidade. Atualmente, o termo caulim é utilizado tanto para denominar a rocha que contém a caulinita, como o seu principal constituinte, quanto para o produto resultante do seu beneficiamento. Caulim é uma rocha de granulometria fina, constituída de material argiloso, normalmente com baixo teor de ferro, de cor branca ou quase branca.^{4,23,24}

O caulim é definido como uma rocha constituída de material argiloso, de coloração branca ou quase branca, devido ao baixo teor de ferro. A Figura 2 ilustra a estrutura cristalina típica dos caulins, isto é, de silicatos de alumínio hidratados, cuja composição química aproximada é $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, podendo conter outros metais como impureza.²⁵⁻²⁷

Figura 2 - Esquema da estrutura do caulim.



Fonte: Adaptado Cheng et al.²⁵

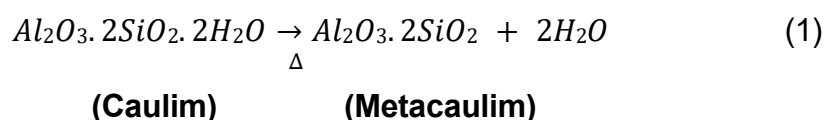
O caulim foi utilizado industrialmente pela primeira vez, na fabricação de artigos cerâmicos e de porcelanas. A partir da década de 1920 ele teve uma aplicação na indústria de papel e em seguida na indústria de borracha. Posteriormente, o caulim começou a ser utilizado como carga de reforço em plásticos, pesticidas, rações, e dependendo do grau de pureza, em produtos alimentícios e farmacêuticos, fertilizantes, entre outras aplicações industriais.²⁷⁻³¹

Em 1984, Davidovits utilizou o caulim e o caulim calcinado (metacaulim) como fonte de óxidos de alumínio-silicato, de modo a sintetizar geopolímeros. Vários outros

pesquisadores também focaram na fabricação de produtos geopoliméricos, e suas aplicações industriais utilizando caulim ou metacaulinita como reagente principal.³¹⁻³³

Materiais calcinados como escórias, cinzas volantes e metacaulins, que são parcialmente amorfos, normalmente apresentam uma reatividade maior durante o processo de geopolimerização, quando comparados com materiais não calcinados. Isso pode ser explicado porque alguns materiais calcinados podem apresentar mais fase amorfa.³¹⁻³⁴

No caso do caulim quando aquecido entre 500 °C e 900 °C durante um período relativamente longo, de algumas horas, ocorre a desidroxilação, sendo que as hidroxilas se agrupam duas a duas, liberando uma molécula de água e deixando no seu lugar um oxigênio, ocorrendo a alteração da coordenação do alumínio, que passa para tetraédrica (maioria) e pentaédrica (parcial).²⁰ A reação básica é a seguinte Equação 1:



As argilas calcinadas, como o metacaulim, são muito utilizadas na formulação do geopolímero e pode favorecer propriedades mecânicas comparáveis ou superior ao do cimento portland.²⁰

3.1.4 Ativadores alcalinos

A classificação das soluções ativadoras e alcalinas se dá em função de suas composições químicas, e são constituídas de metal alcalino ou alcalino-terroso, todos representados pela letra M. Na Tabela 1 são apresentadas as classificações das soluções ativadoras.^{34,35}

Tabela 1 - Classificação das soluções ativadoras.

| Soluções Ativadoras | |
|--------------------------------------|--|
| Álcalis cáusticos ou hidróxidos | MOH |
| Sais não silicatos fracamente ácidos | M_2CO_3 , M_2SO_3 , M_3PO_4 , MF |
| Silicatos | $M_2O.nSiO_2$ |
| Aluminatos | $M_2O.nAl_2O_3$ |
| Aluminossilicatos | $M_2O.Al_2O_3.(2-6)SiO_2$ |
| Sais não silicatos fortemente ácidos | M_2SO_4 |

Fonte: Adaptado Pinto et al. ³⁵

Para que ocorra a geopolimerização, o material precursor deve estar em um meio alcalino, na forma aquosa, o qual pode ser obtido através da combinação de soluções alcalinas. Os materiais ativadores tradicionais são os hidróxidos de sódio (NaOH), hidróxido de cálcio ($Ca(OH)_2$), hidróxido de potássio (KOH), silicatos sódio (Na_2SiO_3), silicato de potássio (K_2SiO_3), e são os mais apropriados para a utilização em geopolímeros. ^{34,36-38}

A resistência de materiais geopoliméricos é influenciada pela natureza da solução ativadora, além disso quanto maior a concentração de ativadores na solução maior a resistência mecânica dos geopolímeros. Porém, tanto a falta quanto o excesso de ativadores, pode ocasionar uma perda de resistência. Adicionalmente, há outros fatores da solução alcalina que influenciam o desempenho do geopolímero, tais como tempo e a temperatura, água excessiva na mistura, e a viscosidade. ^{34,36,37}

3.1.5 Aditivos Químicos

Os aditivos químicos são substâncias adicionadas a formulações, como geopolímeros, concreto, polímeros, entre outros, a fim de modificar ou melhorar suas propriedades no estado fresco, como reológicas, ou no estado endurecido. Nos materiais geopoliméricos, eles desempenham um papel crucial na redução de água e na modificação e otimização das propriedades reológicas, e conseqüentemente pode melhorar a distribuição e redução da porosidade. ^{39,40}

O HPMC (hidroxipropilmetilcelulose), ou hipromelose, é um éter monoiónico classificado como polímero semissintético, derivado de celulose natural modificada.

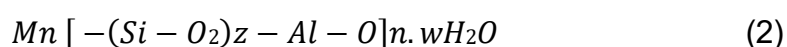
Comercializado na forma de pó, apresenta a particularidade de ser solúvel em água fria e insolúvel em água quente. É amplamente empregado como espessante, emulsificante, estabilizante e agente formador de filme em diversas formulações industriais. Possui elevada viscosidade mesmo em baixas concentrações aquosas. Em solução, comporta-se como doador de prótons devido à presença de grupos hidroxila livres em sua estrutura, promovendo um meio aquoso com alta densidade de prótons.⁴¹⁻⁴³

Os aditivos a base de policarboxila são formulados especialmente para concretos de alto desempenho, concretos autodensáveis (CAA) e concretos com baixo fator água/cimento incluindo geopolímeros. Eles servem para melhorar a fluidez e a trabalhabilidade dos materiais sem aumentar a relação água/cimento.⁴⁴ Esses aditivos são conhecidos como surfactante, também conhecido como tensoativo, que é uma substância que diminui a tensão superficial entre duas fases diferentes, como água e óleo, ou entre um gás e um líquido. Os surfactantes são geralmente moléculas anfifílicas, com uma parte hidrofóbica (que repele a água) e uma parte hidrofílica (que atrai a água). Essas características permitem aos surfactantes desempenhar várias funções, como aumentar a fluidez do concreto, melhorar a incorporação de ar, e atuar como plastificante.^{44,45}

3.1.6 Estrutura do Geopolímero

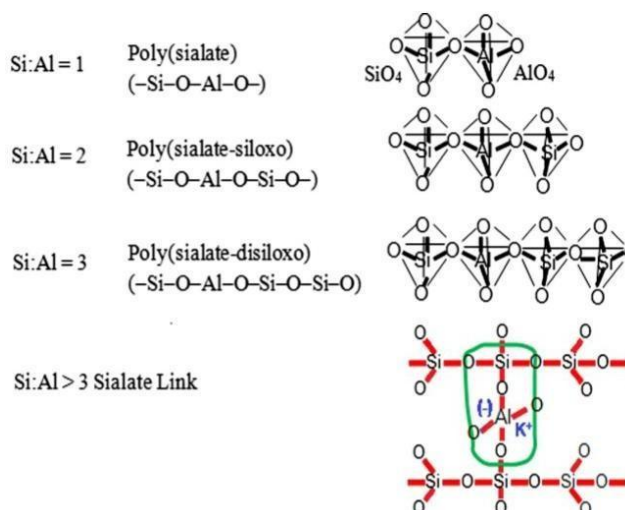
Quando os materiais a base de aluminossilicatos são misturados em concentrações desejadas de soluções alcalinas ocorre um processo de policondensação para formação do geopolímero, ou seja, inicia um processo de alta alcalinidade de dissolução do aluminossilicato e de geopolymerização. A estrutura do geopolímero é dividida inicialmente em 3 classes que dependem das origens Si/Al. Essas três classes estão apresentadas na Figura 3, sendo elas: PS→Poli (sialato) com razão Si/Al = 1, PSS→Poli (sialato-siloxo) com razão Si/Al = 2 e PSDS→Poli (sialato-disiloxo) com razão Si/Al = 3.^{2,4,46,47}

A estrutura do geopolímero está descrita na Equação 2.



onde **M** é o elemento alcalino; — representa as ligações; **z** pode ser 1, 2 ou 3; e **n** é o grau de polimerização. ^{1,3,18}

Figura 3 - Esquema da estrutura e etapas de formação do geopolímero



Fonte: Borges et al. ⁶

Portanto, o geopolímero nada mais é que um polímero inorgânico que durante a reação química, em condições alcalinas, é formada uma estrutura tridimensional de cadeia polimérica de tetraedros e octaedros coordenados pelo Si e Al.⁴

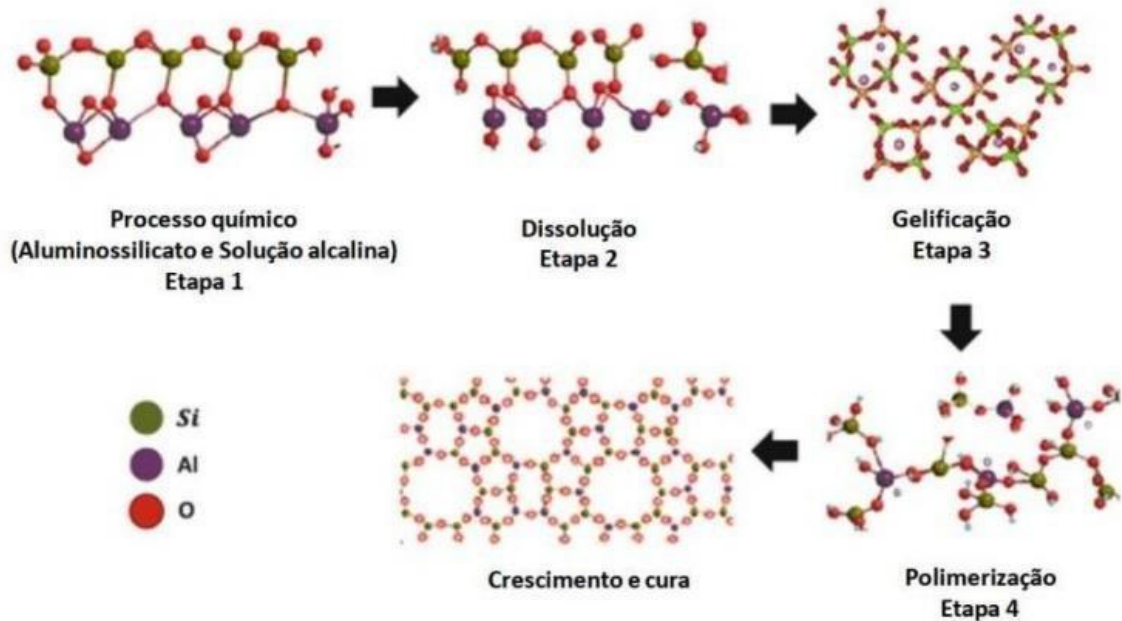
3.1.7 Geopolimerização

Normalmente os geopolímero são sintetizados a temperatura ambiente ⁴². A síntese do geopolímero ocorre quando uma solução alcalina forte, misturada com materiais reativos, à base de aluminossilicatos, gera uma reação de polimerização, conforme a Figura 4. Ou seja, as matérias-primas de aluminossilicatos quando misturadas com diferentes concentrações de ativadores alcalinos, como NaOH (hidróxido de sódio), KOH (hidróxido de potássio), Na₂SiO₃ (silicato de sódio), K₂SiO₃ (silicato de potássio), é obtido o geopolímero.^{3,5,42,43}

A sintetização de geopolímeros pode ser visto como um processo sol-gel em temperatura ambiente. Na primeira etapa, ocorre o primeiro contato entre precursor e a solução alcalina, e após esse contado, ocorre uma intensa liberação de calor, que indica que a etapa 2 já está em andamento e é altamente exotérmica. A segunda etapa que é a dissolução tem o início com a hidrólise na superfície sólida por meio da

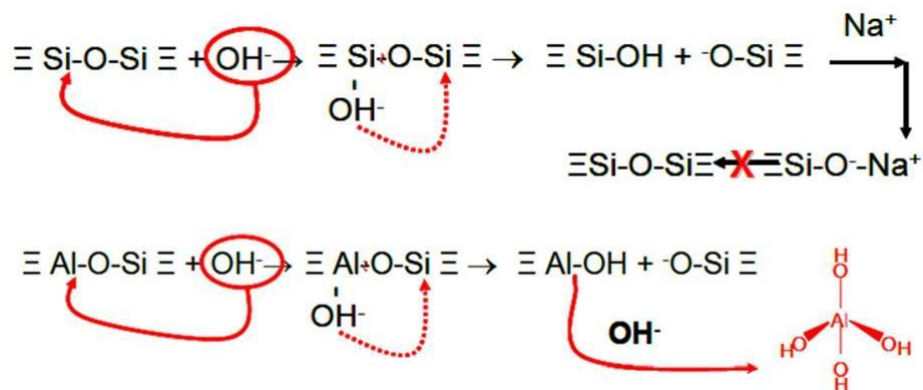
substituição de H^+ com cátions monovalentes (K^+ ou Na^+)⁴³. Essa dissolução continua de precursores aluminossilicatos pela quebra das ligações Si-O-Al das partículas do SOA para formar os precursores reativos $Si(OH)_4$ e $Al(OH)_4$, conforme apresentado na Figura 5.^{36,50-52}

Figura 4 - Principais etapas da síntese do geopolímero



Fonte: Adaptado de Sotelo-Piña et al.⁵⁰

Figura 5 - Reações químicas da etapa 2 da dissolução dos aluminossilicatos

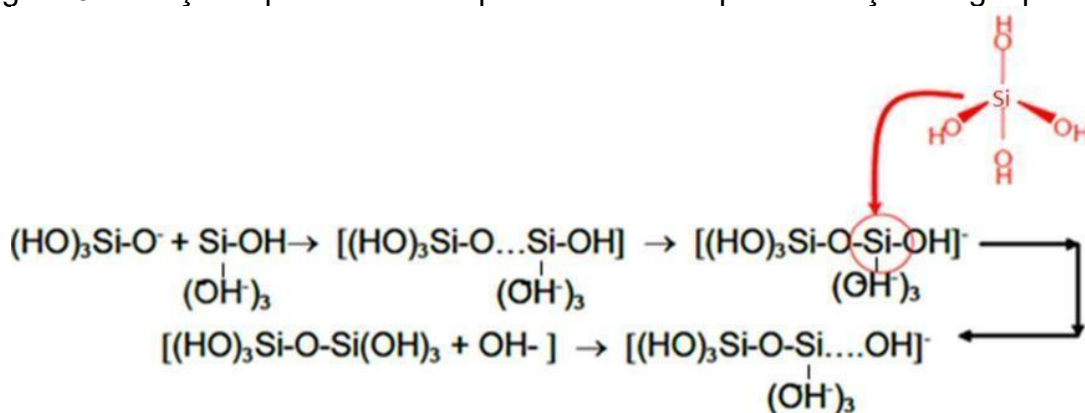


Fonte: Adaptado de Palomo et al.³⁴

Na etapa 3, como mostrada na Figura 5, os monômeros começam a se aglomerar, produzindo moléculas maiores, as quais precipitam na forma de gel e começam a formar anéis secundários com os tetraedros de Si e Al, e com cátions no

interior dos anéis para balanceamento de carga elétrica ⁴⁴. Na etapa 4, o acúmulo de espécies iônicas favorece o contato entre os produtos desagregados e a policondensação se inicia, conforme a Figura 6. Nesse caso, a polimerização ocorre por meio da condensação de Si e Al, expelindo água e deixando excesso de álcali não reagido na fase líquida. Em seguida ocorre o crescimento e a cura do geopolímero.⁴⁵

Figura 6 - Reações químicas da etapa 4 do início da polimerização do geopolímero



Fonte: Adaptado de Palomo et al.³⁴

3.1.8 Efeito da água no processo de geopolimerização

A água desempenha um papel muito importante durante a síntese dos geopolímeros, participando das etapas da dissolução, hidrólise e nas reações de policondensação, mas pode influenciar no desempenho dos materiais geopoliméricos, tanto positiva como negativamente.⁵³⁻⁵⁶

A água fornece o meio adequado para a dissolução de aluminossilicatos e transferência de vários íons, além da hidrólise do Al^{3+} e de compostos de Si^{4+} . A alta proporção de líquido/sólido poderia acelerar a etapa de dissolução das matérias-primas e a hidrólise de Si^{4+} e Al^{3+} , mas pode dificultar a etapa da policondensação. No processo de geopolimerização, a água confere plasticidade à mistura e é essencial para o processo de dissolução dos compostos, além de ser o meio onde acontece a policondensação.⁵³⁻⁵⁵

3.1.9 Mistura e cura

O pilar para a produção do geopolímero é a mistura da solução alcalina com o material precursor, que é quando inicia as reações químicas responsáveis pela gelificação e polimerização. Uma questão que pode afetar significativamente o desenvolvimento do produto final é a ordem de mistura dos reagentes, tanto do ponto de vista químico, como do ponto de vista físico. Por isso, soluções alcalinas, que incluem NaOH (hidróxido de sódio), geralmente são reações exotérmicas e precisam de um dia para esfriar e atingir a temperatura ambiente, para serem adicionadas às misturas.⁵⁶⁻⁵⁹ Se o excesso de calor da solução alcalina não for dissipado antes da mistura com o material precursor, pode levar à aceleração de tempo de geopolimerização e impedir a compactação adequada. Por isso, é interessante numa primeira fase, misturar as soluções e só depois, numa fase posterior, adicionar o material precursor e se desejado adicionar os materiais de reforço como as fibras.⁶⁰

As condições de cura podem ter impactos significativos no desempenho final dos geopolímeros, logo, os parâmetros de cura, como temperatura, tempo e umidade, devem ser observados. Uma cura adequada depende tanto do precursor como das condições às quais o material é submetido. Os geopolímeros são produzidos à temperatura ambiente, entretanto o aumento de temperatura pode beneficiar as propriedades desse material.⁶¹

3.1.10 Propriedades reológicas dos geopolímeros

A reologia é o ramo da ciência que estuda o escoamento da matéria e as suas deformações, sob a influência de uma força ou tensão. A tensão de escoamento e a viscosidade são duas propriedades de extrema importância na reologia. A tensão de escoamento é a medida de resistência do material ao fluxo após o mesmo começar a fluir, enquanto a viscosidade é uma medida da tensão de cisalhamento necessária para iniciar o fluxo.⁶²

As propriedades reológicas de geopolímeros são muito importantes para moldar e/ou usar a impressão 3D, uma vez que esse material precisa escoar em uma mangueira sem que aja o entupimento da mesma, tendo que possuir uma viscosidade suficiente para manter a forma escolhida após a processo de moldagem ou de impressão. Por isso, o geopolímero deve ser de natureza tixotrópica, devendo

apresentar alta tensão de escoamento em repouso e baixa viscosidade durante o escoamento.^{61,63}

Outra propriedade importante relacionada com a viscosidade, é a trabalhabilidade, pois ela determina a consistência, plasticidade e facilidade de mistura, sendo que estas propriedades variam de acordo com a aplicação. As mesmas podem ser alteradas aumentando ou diminuindo a quantidade de água na mistura, ou alterando a relação sólido/líquido.⁶⁴

Os geopolímeros apresentam propriedades muito interessantes no estado fresco como boa trabalhabilidade, boa coesão e acabamento superficial, o que, conseqüentemente, gera um ganho rápido de resistência mecânica e dureza superficial³⁰. Essas propriedades podem ser afetadas por conta de uma pequena alteração da razão Si e Al das matérias primas, por exemplo, sendo necessário fazer um estudo completo de reatividade das mesmas⁵⁹. Se não houver um controle rigoroso da reologia no estado fresco, as propriedades no estado endurecido, como a retração, porosidade, resistência mecânica e a durabilidade, podem ser afetadas significativamente.^{61,63,66}

A reologia dos geopolímeros é influenciada por vários fatores, tais como distribuição de tamanho de partículas, assim como morfologia das partículas, área superficial da matéria-prima e principalmente pelo teor de água na composição da massa, fazendo que o material permaneça por mais tempo no estado fresco, dependendo da estratégia da cura. Aumentando a quantidade de água na solução e reduzindo a molaridade, obtém-se uma massa com uma viscosidade mais baixa.^{67,68}

Os ativadores alcalinos também têm um papel importante quando se estuda a reologia de geopolímero. Por exemplo, um aumento na molaridade de NaOH pode acarretar no aumento da viscosidade aparente e no limite de escoamento da pasta geopolimérica.^{69,70} Entretanto, outro estudo atestou que com uma alta molaridade de NaOH o limite de escoamento e viscosidade diminuíram na pasta geopolimérica.⁷¹

A razão $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ é outro fator que afeta as propriedades reológicas das pastas geopoliméricas. Um estudo relatou que um aumento na razão $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ provocou a diminuição da viscosidade e do limite de escoamento.^{72,73} Outro estudo descobriu que um aumento da razão $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ provocou um aumento na viscosidade e diminuição do limite de escoamento.⁷⁴⁻⁷⁶

3.1.11 Propriedades físicas, mecânicas e microestruturais dos geopolímeros

Propriedades físicas:

Os geopolímeros apresentam propriedades físicas promissoras para diversas aplicações, especialmente na construção civil e na indústria. A densidade aparente dos geopolímeros varia muito conforme a composição, as matérias-primas utilizadas e as condições de produção para geopolímeros a base de metacaulim, podendo estar entre $1,8 \text{ g/cm}^3$ e $2,2 \text{ g/cm}^3$.⁷⁷ A porosidade aparente do geopolímero é baixa variando de 10% a 20%, pois os geopolímeros apresentam uma microestrutura densa e compacta, logo, os poros fechados são os mais encontrados. A absorção de água dos geopolímeros está relacionada com as matérias primas, a proporção de ativador alcalino, condições de cura e aditivos, mas geralmente apresentam uma baixa absorção de água que varia entre 4% e 10%, pois apresentam uma quantidade maior de poros fechados, o que impede a migração de água e outros líquidos.⁷⁸⁻⁸¹

Os geopolímeros se destacam por apresentar propriedades físicas como: alta resistência mecânica, estabilidade térmica, durabilidade e baixo impacto ambiental, por isso são considerados matérias versáteis e sustentáveis.⁸²

Propriedades mecânicas:

A resistência mecânica pode variar de acordo com alguns parâmetros, como a distribuição do tamanho de partículas, a natureza amorfa da matéria-prima sólida, a relação Si/Al, concentração do ativador, etc., bem como a temperatura e o tempo de cura pode interferir no comportamento mecânico.^{83,84}

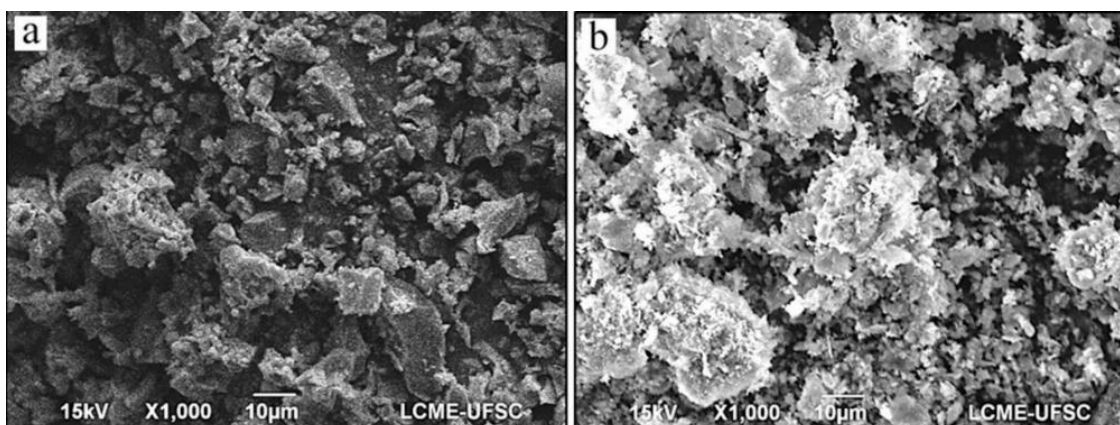
De todas as propriedades mecânicas, a resistência à compressão se destaca como um parâmetro fundamental para os cálculos estruturais de várias obras da construção civil. O geopolímero apresenta ótima resistência à compressão, sendo que após 4 h de sua aplicação ele já apresenta uma resistência ótima. Aos 28 dias a resistência à compressão pode variar de 20 MPa até acima de 100 MPa, dependendo da composição e das condições de cura. Devido a sua elevada resistência mecânica, quando comparada ao cimento Portland, o geopolímero vem sendo usado na produção de pavimentos.⁸³

Propriedades microestruturais:

A microestrutura dos geopolímeros depende, em grande parte, das matérias-primas. O uso do metacaulim como aluminossilicato pode amenizar problemas, pois ele fornece um material menos impuro e mais fácil de ser caracterizado, o que facilitaria o entendimento da microestrutura. Outras matérias-primas como as escórias, cinzas volantes, entre outras, são complexas por conta das diversas fases amorfas e da difícil caracterização, por isso os geopolímeros a base de metacaulim são considerados como modelo.^{59,60,84}

Boca-Santa et. al.⁸⁵ avaliaram as microestruturas de geopolímeros a base de cinzas de fundo, oriundas da queima de carvão mineral, e a base de metacaulim, conforme apresentado na Figura 7. Analisando as micrografias puderam perceber que os geopolímeros a base de cinzas de fundo apresentou partículas porosas e de tamanhos irregulares, com fragmentos maiores e poucas partículas finas, enquanto os geopolímeros a base de metacaulim, apresentam microestrutura desorganizada e livre das folhas tetraédricas e octaédricas do caulim, devido à desidroxilação. A maioria das partículas de metacaulim era abaixo de 100 μm , favorecendo a dissolução durante a ativação, reduzindo o tempo de reação.

Figura 7 - Microestruturas de geopolímero (a) cinzas de fundo e (b) metacaulim



Fonte: Adaptado de Boca-Santa, et al.⁸⁵

Chouksey et al.⁸⁶ avaliaram microestruturas de concretos geopoliméricos à base de cinzas volantes, curados em temperatura ambiente e em estufa. As amostras curadas em temperatura ambiente apresentaram um endurecimento gradual ao longo do tempo e com menos poros. As amostras curadas na estufa curaram mais rápido e

apresentaram estruturas de favo de mel, pois apresentam uma quantidade de água reduzida na matriz. Isso mostra que as condições de secagem em estufa promovem processos de geopolimerização mais rápidos e desenvolvimento acelerado de resistência.

Segundo Ye et al.⁸⁷ o tipo e a dosagem do ativador alcalino também apresenta uma influência significativa nas características microestruturais dos ligantes. O uso do silicato de sódio como ativador resulta em uma microestrutura muito mais homogênea e densa, independentemente da proporção de cinza volante de baixo teor de cálcio /escória, o que corrobora com as descobertas anteriores de que SiO₂ pode homogeneizar a microestrutura.

3.1.12 Aplicações dos geopolímeros

Atualmente, a tecnologia do geopolímero está voltada para a redução de CO₂ na área da construção civil como uma alternativa ao cimento Portland. Outras propriedades dos geopolímeros proporcionam muitas vantagens sobre os materiais de construção tradicionais, vantagens as quais foram citadas na seção 3.1.10. Conseqüentemente, devido ao seu excelente comportamento mecânico e produção ambiental, os geopolímeros apresentam potencial para substituir parcialmente, ou pelo menos diminuir a demanda para a produção do cimento Portland.⁸⁸⁻⁹⁰

Os geopolímeros apresentam um elevado desempenho e vem sendo utilizado nas mais diversas áreas, como: materiais refratários, materiais para aplicações balísticas, cimentos para ambientes agressivos, cimentos para reparos estruturais, pavimentação, cimentação de poços de petróleo, suporte catalíticos, contenção de resíduos tóxicos e radioativos, remediação de solos contaminados e isolamento de vazamento de reatores nucleares.⁹⁰

3.2 FIBRAS VEGETAIS

As fibras vegetais podem ser classificadas de acordo com a sua origem em: gramínea; folhas; caule; sementes e frutos; e madeira e tem estruturas alongadas, de secção transversal quase sempre arredondada. As fibras vegetais apresentam como principais vantagens: a abundância, o baixo custo, a baixa massa volumétrica, a

capacidade de absorção de dióxido de carbono do meio ambiente, e também apresentam desvantagens como a biodegradabilidade e a baixa resistência em meio alcalino.⁹¹⁻⁹²

3.2.1 Propriedades mecânicas das fibras vegetais

As propriedades mecânicas das fibras vegetais depende das propriedades físicas, como o diâmetro da fibra, comprimento, densidade, o ângulo da microfibrila e ganho de umidade, etc. Na Tabela 2 pode-se observar várias características físicas das fibras.⁹³

Tabela 2 - Características Físicas de diferentes tipos de fibras vegetais.

| Fibras | Diâmetro (μm) | Comprimento (mm) | Densidade (kg/m^3) | Ganho de Umidade (%) | Ângulo de microfibrila (graus) |
|---------------|--|-----------------------------|---|-------------------------------------|---|
| Bambu | 12-30 | 2 | 1500 | - | - |
| Algodão | 10-45 | 42 | 1550 | 8,5 | 25 |
| Curaúá | 7-10 | - | 1400 | - | - |
| Linho | 12-600 | 31,7 | 1450 | 12 | 10 |
| Juta | 20-200 | 2,6 | 1550 | 17 | 8,1 |
| Rami | 20-80 | 160 | 1400 | 8,5 | - |
| Sisal | 8-200 | 2,5 | 1400 | 14 | 16 |

Fonte: Adaptado Yan, et al. ⁹³

As fibras vegetais se diferem pelo diâmetro, comprimento, densidade, ganho de umidade e ângulo de microfibrila. Normalmente, com o aumento do comprimento da fibra a resistência a tração diminui. Logo, quanto mais longa a fibra, maior a possibilidade de conter defeitos, em comparação a uma fibra mais curta. Como as fibras tem características de alta absorção de umidade e baixa estabilidade dimensional, elas podem degradar. Além disso, as características superficiais da fibra podem causar uma má adesão fibra/matriz devido à presença de grupos hidroxila e polares pendentes nos componentes, o que leva a uma alta absorção de umidade e diminuindo seriamente as propriedades das próprias fibras, e conseqüentemente, interferir nas propriedades finais do compósito ao qual a fibra será inserida.⁹³⁻⁹⁶

A resistência à tração e o módulo de elasticidade das fibras, são as propriedades que influenciam diretamente no desempenho dos compósitos. A elevada resistência das fibras é função da sua geometria, que reduz a possibilidade de ocorrer efeitos de composição. Todavia, o elevado módulo de elasticidade das fibras permite que elas atuem como reforço por apresentarem elevado nível de rigidez no momento de ruptura da matriz.⁹⁶⁻⁹⁹

A densidade é uma propriedade física interessante para as fibras vegetais, pois refere-se à um certo grau da natureza do empacotamento molecular, cristalinidade, e o alinhamento molecular na fibra.^{98,100,101-105}

O módulo de elasticidade, enquanto propriedade mecânica, é bem interessante, uma vez que as fibras vegetais apresentam módulos baixos, mas quando associadas a compósitos elevam essa propriedade devido à sua elevada absorção de energia e resistência a esforços dinâmicos.¹⁰⁶ A Tabela 3 apresenta algumas fibras vegetais e suas propriedades mecânicas.

Tabela 3 - Propriedades mecânicas de diferentes fibras vegetais.

| Fibras | Densidade relativa (g/cm³) | Resistência a tração (MPa) | Módulo de elasticidade (GPa) | Módulo específico (GPa.cm³/g) | Alongamento na falha (%) |
|---------------|--|-----------------------------------|-------------------------------------|---|---------------------------------|
| Bambu | 0,6 - 1,1 | 140 | 11 – 32 | 25 | 2,5 – 3,7 |
| Algodão | 1,5 – 1,6 | 287 – 800 | 5,5 – 12,6 | 6 | 3 – 10 |
| Curaúá | 1,4 | 87 – 1150 | 11,8 - 96 | 39 | 1,3 – 4,9 |
| Linho | 1,4 – 1,5 | 342 – 2000 | 27,6 – 103 | 45 | 1,3 – 3,3 |
| Juta | 1,3 – 1,49 | 320 – 800 | 30 | 30 | 1,0 – 1,8 |
| Rami | 1,0 – 1,55 | 400 – 1000 | 24,5 – 128 | 60 | 1,2 – 4,0 |
| Sisal | 1,33 – 1,5 | 363 - 700 | 9,0 - 38 | 17 | 2,0 – 7,0 |

Fonte: Adaptado Yan et al.¹⁰⁶

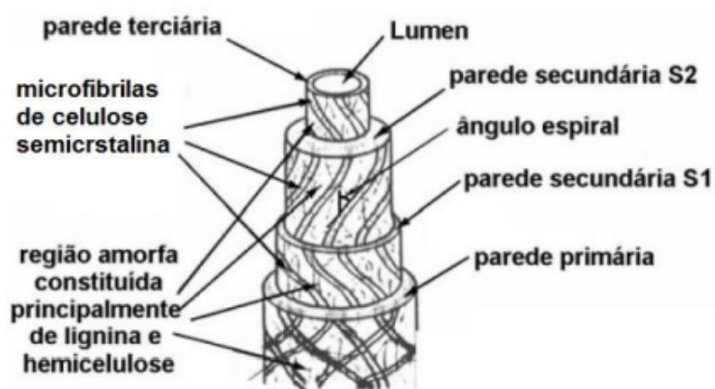
3.2.2 Estrutura das fibras vegetais

Todas as fibras são compostas por uma grande quantidade de células, que formam microfibrilas cristalinas baseadas em celulose e conectadas por lignina amorfa

e hemicelulose, formando uma camada completa. Essas camadas são formadas por uma parede primária e três paredes secundárias.¹⁰⁷

A fibra-celular individual tem uma estrutura complexa formada por paredes celulares que circulam o lúmen. Essas paredes são compostas por quatro camadas, conforme a Figura 8: parede primária, mais externa e de estrutura reticulada; camada secundária S1, de estrutura também reticulada; camada secundária S2, em que as microfibrilas estão orientadas segundo o ângulo θ , com relação ao eixo longitudinal da célula, em espiral; camada S3, mais interna, também com as microfibrilas em forma de espiral.¹¹⁵

Figura 8 - Esquema da estrutura de uma fibra vegetal.



Fonte: Coutts, et al.⁹⁸

A camada S2 é a de maior espessura e também de maior teor de celulose. No interior de cada fibra, há uma cavidade central de seção elíptica, com dimensão de 5 μm a 10 μm , denominada lúmen.¹⁰⁸

O componente principal das microfibrilas é a celulose, e elas são rodeadas por uma matriz de hemicelulose e lignina. O diâmetro das microfibrilas é de cerca de 10 – 30 nm e são responsáveis por dar a resistência mecânica às fibras. A matriz de hemicelulose é ligada por pontes de hidrogênio com as microfibrilas de celulose formando uma rede tridimensional. A lignina forma outra rede que se intercala tridimensionalmente com a rede de hemicelulose e microfibrilas, e ajuda na rigidez da parede da célula.¹⁰⁹⁻¹¹²

3.2.3 Fibra de Sisal

A fibra de sisal é uma fibra natural de origem vegetal, conhecida como a fibra vegetal mais dura produzida no mundo, sendo aproximadamente 70% da produção comercial de todas as fibras desse tipo.⁹³ O sisal, cujo nome científico é *Agave sisalana*, é cultivado em regiões semi-áridas. Foi trazida para o Brasil no início do século XX, o seu cultivo se concentra na região do nordeste, sendo os estados da Bahia, Paraíba e Rio grande do Norte. Atualmente, a Bahia é um dos principais produtores de sisal do mundo, com uma produção de 90%, sendo o Brasil o país que mais cultiva o sisal no planeta, segunda a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa). No estado, são produzidas, em média, 140 mil toneladas de fibras de sisal por ano, e cerca de 50% desse total é vendido para Ásia, Europa e, principalmente, para a América Central.¹¹³

A Figura 9 mostra a uma planta do sisal, sendo suas folhas verdes, compridas e estreitas ⁹³.

Figura 9 - Ilustração da planta do sisal



Fonte: Yan, et al. ⁹³

3.2.3.1 *Composição das folhas de sisal*

A composição das folhas do sisal depende muito do local de plantação, da espécie e do tempo decorrido depois das extrações das folhas. Qualquer fibra de origem vegetal é composta por celulose, hemicelulose, lignina e pectina que, por se tratarem de compostos polares, conferem à fibra um caráter hidrofílico. O teor de cada

um dos componentes quanto à caracterização das fibras de sisal está apresentado na Tabela 4.^{93,114-118}

Tabela 4 - Composição das fibras de sisal.

| Composição (%) | Sisal |
|-----------------------|--------------|
| Celulose | 65,8 |
| Hemicelulose | 12 |
| Holocelulose | 77,8 |
| Pectina | 0,8 |
| Lignina | 9,9 |
| Teor de Cinzas | - |
| Umidade | 11 |

Fonte: Adaptado Leão, et al.¹²⁴

3.2.3.2 Processo de extração das fibras de sisal

A colheita só pode ocorrer de 5 a 6 anos após o plantio. O corte das folhas do sisal é feito manualmente com foice ou faca, bem rente ao troco, tomando o cuidado de deixar de 12 a 18 folhas em cada planta. Após a colheita, as fibras passam por um processo de desfibramento das folhas, que pode ser manual ou mecânico. Esse processo ocorre logo após o corte, pois a armazenagem provoca rápida putrefação, prejudicando a qualidade das fibras, principalmente seu brilho e resistência. O primeiro passo para a extração das fibras é a lavagem. Em seguida elas são batidas com o uso de uma haste para separar o fardo. Das folhas são extraídas as fibras por um processo irregular chamado “forca”. Atualmente, elas podem ser extraídas por um equipamento chamado “perquita”, que pode alcançar um teor de 5 a 8% de fibras em massa e geram um resíduo chamado de mucilagem, utilizado como comida de animal ou adubo orgânico.^{119,120}

Após essa fase, as fibras são secas ao ar livre conforme a Figura 10 , e após a sua secagem é realizada outra limpeza, mecanicamente com escovas para deixar as fibras aptas para o processo de fiação. As fibras são rígidas, inflexíveis e apresentam superior resistência em comparação às demais fibras vegetais, além de boa durabilidade.¹²¹

Figura 10 - Foto das fibras de sisal sendo secas ao ar livre.



Fonte: Florestal Brasil, et al. ¹²²

3.2.4 Mercerização das fibras vegetais

O uso de fibras naturais em compósitos, principalmente em compósitos geopoliméricos, ainda encontra algumas limitações, pois os componentes orgânicos não celulósicos das fibras, como a pectina, hemicelulose e a lignina, são sensíveis a condições alcalinas, logo, pode ocorrer a degradação em meio alcalino e a durabilidade das fibras serão reduzidas. Com isso, os tratamentos químicos nas fibras naturais vêm sendo muito estudados, com objetivo de melhorar a interface fibra/matriz, entre eles pode-se citar a mercerização, acetil, isocianato, permanganato, peróxido, tratamento com ácidos e tratamento com grupos silano. ¹¹⁴⁻¹¹⁶

Mercurização

O tratamento de fibras com mercerização é um dos processos químicos mais utilizados em fibras vegetais. Seu uso pressupõe a solubilização de hemicelulose e de lignina, além de alterar a cristalinidade da celulose. Em fibras vegetais e compósitos, a mercerização aumenta a rugosidade da superfície da fibra e melhora a aderência mecânica entre fibra e matriz pelo mecanismo de ancoragem mecânica da fibra. Além disso, o tratamento aumenta a área superficial das fibras, reduz a retração e a deformação das fibras e, conseqüentemente, permite a produção de materiais com melhores propriedades mecânicas. ¹¹²

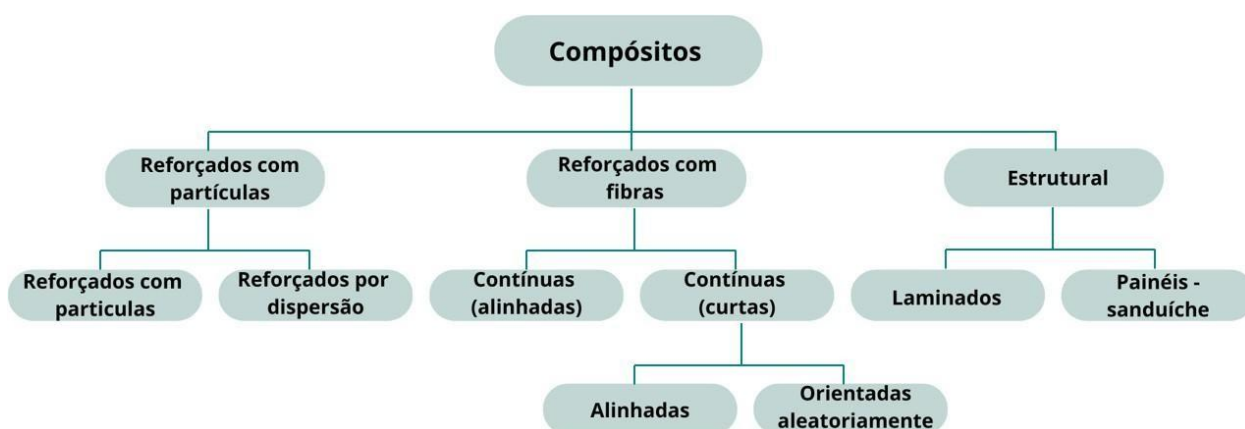
O tratamento de mercerização utiliza uma solução concentrada de hidróxido de sódio (NaOH) nas fibras que provem mudanças estruturais e moleculares, como redução de inchaço da fibra, transformação de celulose e a reorientação das cadeias

poliméricas, para modificar a estrutura física e química da fibra, resultando também em melhorias nas suas propriedades mecânicas.¹¹⁶

3.3 COMPÓSITOS

Compósitos são materiais resultantes de dois ou mais materiais de modo a formar um novo produto, diferente dos seus constituintes originais. Dessa maneira, um compósito pode ser considerado como qualquer material multifásico que exibe uma proporção significativa das propriedades de ambas as fases constituintes, tal que é obtida pela melhor combinação de propriedades. A Figura 11 apresenta um esquema de classificação para os tipos de compósitos.⁸

Figura 11 - Classificação dos tipos de compósitos.



Fonte: Adaptado de Callister, et al.⁸

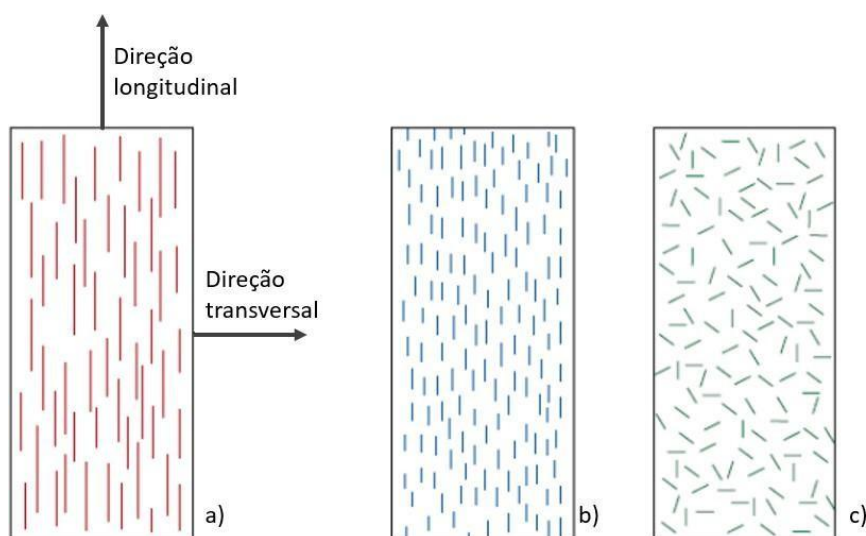
Os compósitos são materiais constituídos por uma fase contínua e uma fase descontínua e dispersa. A fase contínua é denominada de matriz e abrange três tipos: cerâmicas, poliméricas e metálicas. Ela também é responsável por transmitir as forças de cisalhamento entre as camadas de reforço e proteger o reforço de danos superficiais. A fase descontínua e dispersa é denominada de reforço, e é responsável por manter as suas posições relativas. Essa fase de reforço está distribuída na matriz e é geralmente mais rígida e resistente, por isso atua como um reforço para a matriz. Por isso os compósitos mais importantes são aqueles que a fase descontínua e dispersa está na forma de uma fibra, em que o objetivo dessa obtenção é incorporar

novas propriedades, principalmente propriedades mecânicas, como o aumento da resistência aliada à diminuição da densidade.^{8, 123,124}

3.3.1 Orientação e concentração das fibras

Um outro fator muito importante nas propriedades mecânicas dos compósitos está relacionado à orientação e concentração das fibras. A orientação das fibras umas com as outras, a concentração delas e sua distribuição, apresentam uma influência significativa sobre a resistência e outras propriedades dos compósitos reforçados com fibras. Em relação a orientação, são possíveis dois extremos: o primeiro com um alinhamento paralelo ao eixo longitudinal das fibras em uma única direção; e o segundo com um alinhamento aleatório. Normalmente, as fibras contínuas são alinhadas, conforme a Figura 12a; enquanto as fibras descontínuas podem ser alinhadas, conforme a Figura 12b; orientadas aleatoriamente ou parcialmente orientadas, como na Figura 12c. Em qualquer configuração, as propriedades mecânicas e/ou físicas dos compósitos são melhores quando a distribuição das fibras é uniforme.^{8,125}

Figura 12 - Representações esquemáticas de compósitos reforçados com fibras (a) contínuas e alinhadas (b) descontínuas e alinhadas e (c) descontínuas e orientadas aleatoriamente.



Fonte: Callister, et al.⁸

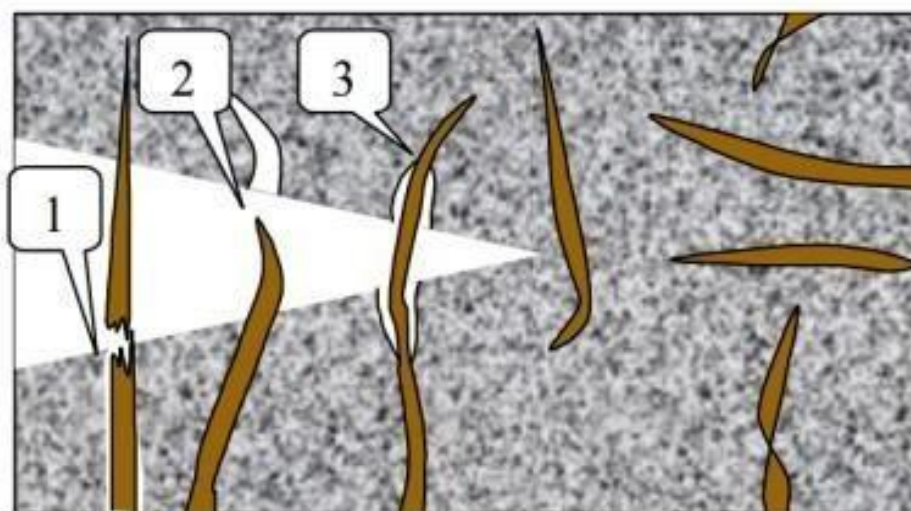
3.3.2 Interface fibra/matriz

Para uma melhor aderência na zona de transição entre a fibra e a matriz, é necessário que as duas fases trabalhem juntas, e com isso alguns fatores podem contribuir para um melhor desempenho da zona de transição, ressaltando entre eles a morfologia e rugosidade, a sua absorção e porosidade.¹⁰⁰

Avaliando a influência da microestrutura nas propriedades mecânicas dos compósitos com fibras, o mecanismo de arrancamento da fibra do interior da matriz é mais importante que a ruptura da própria fibra, ou seja, compósitos reforçados com fibras de baixo módulo tendem a se romper devido ao arrancamento das fibras do interior da matriz e não em função da sua ruptura. Isso é explicado pelas altas deformações suportadas por este tipo de fibra antes da ruptura, incompatível com as deformações da matriz, aliada à resistência de aderência fibra matriz inferior à resistência à tração da fibra.¹²⁶

Na Figura 13 é apresentado o esquema de uma fissura em um compósito reforçado com fibras, no qual aparece as diversas situações em que as fibras podem atuar, tanto na absorção de energia como no controle de propagação de fissuras: (1) fibra rompida; (2) fibra arrancada; (3) fibra íntegra atravessando a fissura⁹⁰.

Figura 13 - Representação esquemática de uma fissura em um compósito reforçado com fibras lignocelulósicas. (1) fibra rompida; (2) fibra arrancada; (3) fibra íntegra atravessando a fissura



3.3.3 Compósitos reforçados com fibras vegetais

Os compósitos reforçados com fibras vegetais estão ganhando popularidade no mundo moderno por conta da baixa densidade, isolamento acústico, comportamento mecânico e pegada ecológica. Com isso, vários estudos vêm sendo realizados com a aplicação de fibras vegetais para compósitos, com matriz orgânica e inorgânica, reforçados, a fim de analisar a melhoria das propriedades físicas e mecânicas.¹²⁸

As fibras de juta, rami e sisal são as fibras comerciais mais utilizadas, pois apresentam percentuais altos de celulose, sendo indicadas para o uso como material de reforço em compósitos. Os compósitos com matriz polimérica e com fibras vegetais são usados basicamente para peças internas como painéis de portas de automóveis, prateleiras de encomendas, almofadas de assentos, revestimentos de cabines e painéis.¹²⁸⁻¹³⁴ Muitos estudos mostram que empregar compósitos, com matriz orgânica ou inorgânica, reforçados com fibras vegetais podem contribuir em aproximadamente 20% de redução de custo e 30% de redução de peso. As fibras vegetais estão sendo utilizadas desde de reforço em concreto utilizado em vigas de pontes até em componentes automotivos, pois no caso da indústria automotiva sua densidade desempenha um papel importante na redução do consumo de combustível.^{132,136}

3.3.4 Compósitos geopoliméricos

No cenário atual, a matriz geopolimérica vem sendo amplamente pesquisada em todo mundo como um substituto promissor dos compósitos convencionais a base de cimento. Moradikhou et al.¹³⁵ avaliaram compósitos geopoliméricos com reforço híbrido de fibras poliolefina e de polipropileno, com quantidades de 0,15%; 0,2%; 0,25% em massa, e encontrou resultado de 27 MPa para a resistência a compressão e 6,8 MPa para flexão dos compósitos geopoliméricos com fibras híbridas de poliolefina com 0,2% em massa. Mohseni et al.¹⁰⁶ avaliaram as propriedades físicas e mecânicas de concretos geopoliméricos reforçados com fibras de polipropileno (PP) à base de cinzas de casca de arroz (RHA) ativado por álcalis contendo nano-alumina (NA) e partículas de escoria de baixa densidade (LWA). Os resultados indicaram que

as fibras de PP melhoram as propriedades mecânicas (especialmente a resistência à flexão), enquanto a incorporação de LWA reduziu a resistência à compressão devido ao aumento da quantidade de LWA que pode ser atribuída à natureza porosa de LWA. Wongsu et al.¹³⁶ investigaram as propriedades de argamassas geopoliméricas de cinzas volantes com alto teor de cálcio contendo fibras vegetais. Eles utilizaram dois tipos de fibras vegetais, a fibra de sisal e a fibra de coco, que foram incorporadas na argamassa geopolimérica em proporções variadas nas frações volumétricas de 0,5%, 0,75% e 1,0% e sem fibras. Com a adição de fibras vegetais como materiais de reforço em argamassas geopoliméricas à base de cinzas volantes resultaram em melhora significativa nos desempenhos de resistência a flexão semelhantes à fibra sintética.

3.4 IMPRESSÃO 3D

Há aproximadamente 40 anos foi citado pela primeira vez o termo “impressão 3D”, que é uma forma de tecnologia de fabricação ativa que possibilita a produção de produtos desenhados em softwares CAD, com diferentes tipos de materiais, formando um modelo tridimensional. O termo de “manufatura aditiva” utilizado no meio científico, refere-se à deposição de camadas sucessivas de materiais para formação de um objeto. Essa técnica permite a criação de peças complexas e personalizadas, com maior agilidade e flexibilidade de geometria.¹³⁷

Dentro desse contexto, a impressora 3D tem como principal objetivo na construção, aumentar a produtividade do trabalho, além de reduzir os desperdícios de construção e aumentar a liberdade de forma dos objetos construídos. Em 2019 Zhang relatou que a utilização de impressão 3D na construção pode ajudar a reduzir o desperdício de fabricação, custo de mão de obra e tempo de produção em 30–60%, 50–80% e 50–70%, respectivamente.^{138,139}

3.4.1 Técnicas para impressão 3D

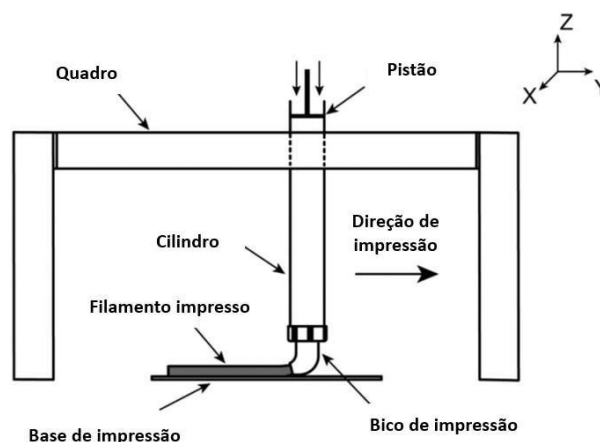
Em meados da década de 1990 na Califórnia, EUA, pesquisador Behrokh Koshnevis introduziu a primeira tecnologia de Impressão 3D de cimento Portland (3DCP) intitulada *Contour Crafting* (CC) conhecida como “fabricação de contorno”, que consiste na extrusão de concreto em estado pastoso com deposição controlada por computador. Outras iniciativas utilizando a 3DCP surgiram após o *Contour*

Crafting, como pesquisas em universidades, empresas de arquitetura e engenharia, ainda iniciativas individuais não filiadas a nenhum tipo de organização. São exemplos os projetos *D-Shape*, na Itália, *Concrete Printing*, no Reino Unido, e o *WinSun*, na China, projetos tecnicamente distintos, que utilizam a fabricação digital de peças grandes por sobreposição de camadas de concreto.^{14,15} Atualmente o setor da construção civil se baseia em duas técnicas de manufatura aditiva, sendo a extrusão e o jateamento de ligante, tudo por conta do tamanho dos elementos construtivos, dos tipos de materiais utilizados e das características específicas de cada técnica de impressão.¹⁴⁰

O processo de impressão 3D baseado em extrusão é apresentado na Figura 14. Esta técnica baseia-se na extrusão através de um bico que é aplicada camada a camada para criar o objeto. As partes mecânicas dessas impressoras são acionadas por um sistema cinemático representado por um pórtico. As impressoras 3D baseadas em extrusão tipo pórtico implementam um esquema para mover a cabeça de impressão em relação à plataforma ao longo dos eixos de coordenadas especificados.

141

Figura 14 - Ilustração de um processo típico de impressão 3D baseado em extrusão, em impressora de coordenadas cartesianas.

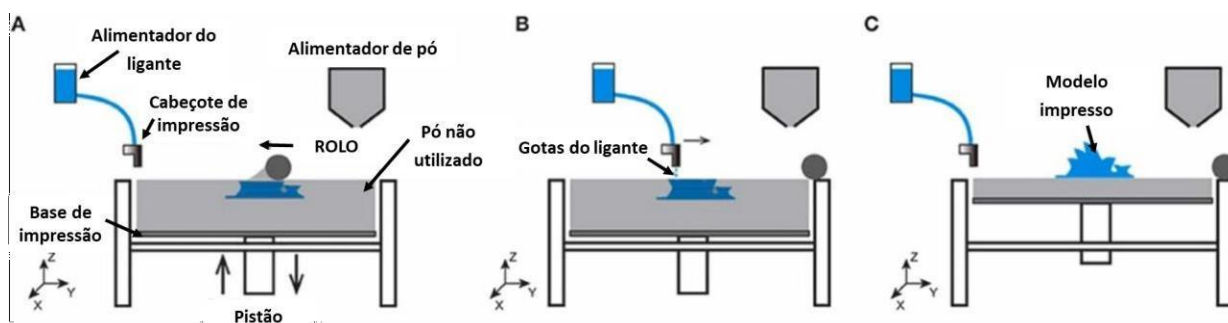


Fonte: Bong et al.¹⁴¹

A impressão à base de jateamento em pó, cria estruturas altamente precisas de geometria complexa, injetando seletivamente um líquido de ligação ('tinta') em uma camada de pó de um precursor, que é distribuído uniformemente e compactado por rolos para unir as partículas. Este processo continua até a conclusão da formação do produto, após a secagem do qual o resíduo de pó de fluxo livre é soprado. Um exemplo

de uma impressora 3D adequada aplicando esta técnica é apresentado na Figura 15.¹⁴²

Figura 15 - Esquema do processo de impressão 3D baseado no jateamento em pó: (a) Espalhamento de pó, (b) deposição de gotículas de ligante, (c) amostra acabada.



Fonte: Adaptado de Nematollahi et al.¹⁴²

3.4.2 Limitações e desafios da impressão 3D

Edificações com elementos construtivos com tamanhos significativos são pesados e de difícil locomoção, motivo pelo qual a impressão 3D se torna cada vez mais importante nas abordagens de construção in loco. No entanto, essa tecnologia ainda é nova e apresenta limitações que necessitam ser superadas. Perkins e Skitmore et. al,¹⁴³ listaram quatro limitações da tecnologia de impressão 3D de construções:

1. o tempo de inatividade do bico não pode ser muito longo, caso contrário, o concreto pode solidificar e obstruir o orifício de saída do extrusor;
2. a camada inferior deve suportar o peso das camadas subsequentes; portanto, o intervalo de tempo entre a deposição das camadas subsequentes não pode ser menor que o tempo necessário para que a camada inferior adquira características reológicas adequadas para suportar o carregamento ou resfriamento;
3. de acordo com os materiais utilizados, as camadas subsequentes devem aderir às camadas anteriores, portanto o intervalo entre a deposição das camadas também não pode ser elevado;
4. os bicos da impressora não podem colidir com a camada previamente depositada durante a movimentação, logo, ao se mover entre os pontos, pode ser necessário aumentar a altura do bico durante percurso, conseqüentemente

aumentando o tempo de impressão.

Para uma precisão dimensional e uma qualidade do acabamento de um elemento impresso em 3D, a altura da camada é muito importante, pois quanto menor a altura da camada, provavelmente melhor será a qualidade da impressão. Por isso, quando se reduz a espessura das camadas é afetada diretamente o tempo de impressão, assim, camadas menos espessas resultam em maior tempo de impressão. Existem também limitações das ferramentas utilizadas para projeção dos modelos tridimensionais. Como o tempo para projeção dos objetos em 3D, e fato de um novo usuário dominar a prática da impressão e os softwares de projeção e codificação.¹⁴⁴

3.4.3 Impressão 3D com geopolímeros

A impressão 3D com geopolímeros é uma área nova com um rápido crescimento das tecnologias de manufatura aditiva. Com a possibilidade de usar resíduos sólidos como precursor, com baixa emissão de CO₂ e baixo consumo de energia, aliando ainda a uma alta resistência em pouco tempo, pode-se considerar essas matérias como uma alternativa “verde” promissora ao cimento Portland comum. E com isso, o envolvimento ativo dos geopolímeros na impressão 3D, vem crescendo tanto em ter benefícios ambientais quanto técnicos e econômicos, conforme apresentado na Figura 16.¹⁴⁵

Figura 16 - Fluxograma indicando as vantagens da tecnologia de impressão 3D utilizando geopolímeros.



Fonte: Adaptado de Lazorenko, et al.¹⁴⁵

A composição da mistura, para a produção de geopolímero, desempenha um papel significativo no uso correto da tecnologia de impressão 3D. Além do material de origem e os agentes ativadores silicato/hidróxido, pode-se incluir plastificante aceleradores ou retardadores de endurecimento, e outros componentes que conferem aos geopolímeros as propriedades necessárias para impressão 3D. A inclusão de elementos de reforço na mistura também é utilizada, ajudando a reduzir as deformações de retração e melhorar a tenacidade à fratura e as características mecânicas do material endurecido.¹⁴⁵

Archez et al,¹⁴⁶ testou corpos de provas impressos de geopolímero sem aditivos orgânicos, e encontraram o resultado de 15 MPa para o ensaio de flexão. Wolf et al.¹⁴⁷ testaram corpos de prova impressos de concreto elaborados com diferentes tempos de intervalo entre camadas, altura de bocal ou hidratação superficial, e encontraram valores de tensão de flexão de 3 a 4 MPa. Panda et al.¹⁴⁸ utilizou materiais ativados por álcali impressos baseados em cinzas volantes, com adição em massa 0,25% 1% de fibras de vidro de 3–8 mm e apresentam resistência à flexão de 5 MPa a 7 MPa. Com isso, de acordo com os trabalhos mencionados anteriormente, pode-se afirmar que os materiais geopoliméricos quando impressos em 3D, apresentam uma resistência a flexão relativamente maior que a do concreto e ativado por álcali.

3.5 ANÁLISE DE VARIÂNCIA (ANOVA)

A Análise de variância, ou ANOVA foi desenvolvida por um estatístico britânico chamado Ronald Fisher no início do século XX. A ANOVA é método estatístico que permite comparar as médias de diferentes grupos e determinar se as diferenças observadas são devidas ao acaso ou se são estatisticamente significativas. Na prática, a ANOVA é considerada a um nível de significância de 5%, e testa a hipótese nula de que as médias dos grupos são iguais (H_0) contra a hipótese alternativa de que pelo menos uma das médias é diferente (H_1).^{149,160}

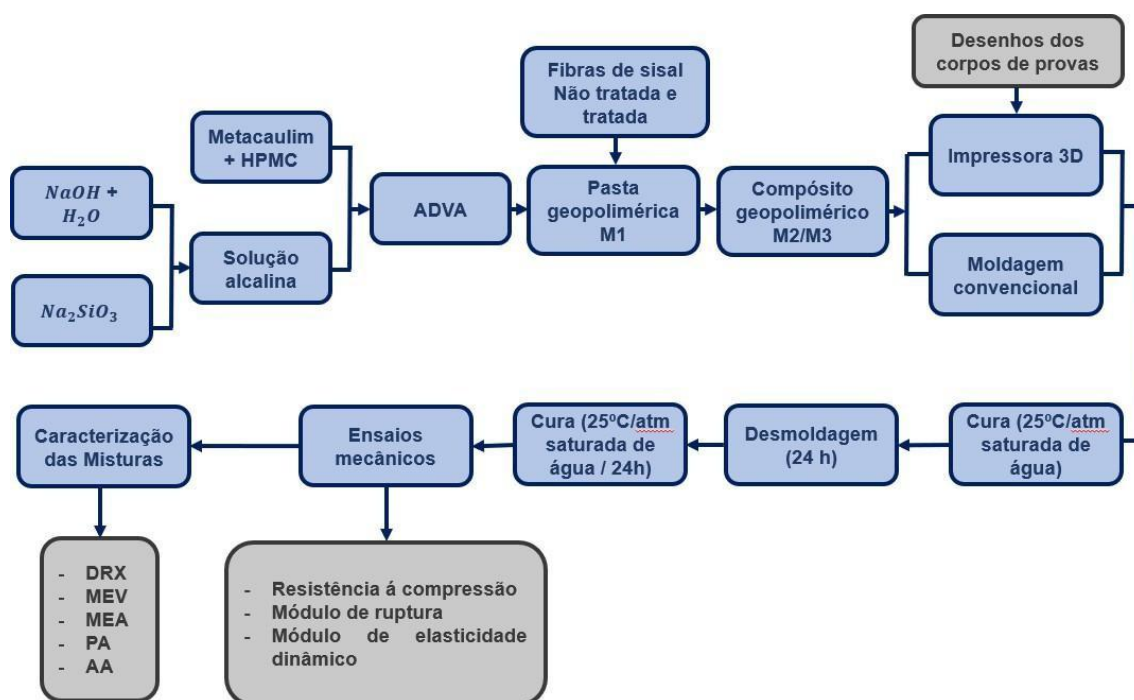
Ao aplicar a ANOVA, e constatado que houve um efeito significativo, aplica-se os testes de comparações de médias, a fim de verificar quais médias diferem entre si e em quando oscila essa diferença. O teste de Tukey foi desenvolvido por John Tukey para interpretar corretamente a significância estatística da diferença entre médias.

Quando o P-valor (probabilidade P) inferior ao nível de significância (0,05) existe uma diferença significativa entre os grupos então implica em rejeitar H0, agora quando o P-valor é maior ou igual ao nível de significância (0,05) a diferença entre os grupos não é significativa. Então compara-se as médias duas a duas e agrupando usando o teste de Tukey e 95% de confiança.¹⁵¹

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 17 apresenta um fluxograma do procedimento experimental com todo o processo de preparação dos corpos de prova, desde a mistura das soluções com o metacaulim até os ensaios mecânicos que foram realizados e a caracterização dos mesmos.

Figura 17 – Fluxograma do procedimento experimental - corpos de prova.



Fonte: Produção da própria autora.

4.1 MATERIAS

Para a produção do geopolímero, foi utilizado como precursor o Metacaulim HP Ultra produzido pela empresa Metacaulim do Brasil, como fonte de sílica e alumina. Como solução ativadora uma mistura foi realizada entre silicato de sódio (Na_2SiO_3), Hidróxido de sódio ($NaOH$) e água destilada, sendo o Silicato de sódio fornecido pela empresa Diatom Mineração Ltda; e o Hidróxido de sódio da empresa Dinâmica Química Contemporânea Ltda. Como agente surfactante utilizou-se ADVA 175, fornecido pela empresa GCP Applied Technologies. Como agente plastificante utilizou-se hidroxipropilmetilcelulose (HPMC). Como reforço foi utilizado a fibra de sisal, fornecida pela empresa Sisalsul.

A composição do silicato de sódio e hidróxido de sódio foram fornecidas pelos fabricantes, e estão apresentados nas Tabelas 5 e 6, respectivamente.

Tabela 5 - Especificações do Na_2SiO_3 .

| Silicato de Sódio (Na_2SiO_3) | |
|---|---------------|
| Na_2O (%) | 8,7 – 9,0 |
| SiO_2 (%) | 28,5 – 30,0 |
| $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (%) | 3,30 – 3,45 |
| Sólidos Totais (%) | 37,2 – 39,0 |
| Umidade (%) | 61,0 – 62,8 |
| Densidade (g/l) | 1,309 – 1,410 |
| Densidade Baumé(°C) | 40,5 – 42,0 |
| Viscosidade (cP) | 400 - 800 |

Fonte: Diatom Mineração Ltda. (2022)

Tabela 6 - Especificações do NaOH .

| Hidróxido de Sódio (NaOH) | |
|--|---------------|
| Teor (%) | Mín. 98% |
| Na_2CO_3 | Máx. 1,0% |
| Sulfato (SO_4) | Máx. 0,003% |
| Cloreto (Cl) | Máx. 0,005% |
| Comp. Nitrogenados | Máx. 0,001% |
| Fosfato (PO_4) | Máx. 0,001% |
| Metais pesados (Pb) | Máx. 0,002% |
| Ferro (Fe) | Máx. 0,001% |
| Níquel (Ni) | Máx. 0,001% |
| Mercúrio (Hg) | Máx. 0,00001% |
| Cálcio (Ca) | Máx. 0,005% |
| Magnésio (Mg) | Máx. 0,002% |
| Potássio (K) | Máx. 0,02% |

Fonte: Dinâmica Química Contemporânea Ltda. (2022)

Foram realizadas 7 formulações. A formulação 1 serviu como base para as outras composições; as formulações 2, 3 e 4 correspondem as composições com as fibras não tratadas adicionando 0,5%;1% e 2% em massa; e as formulações 5, 6 e 7 correspondem as com fibras tratadas com as mesmas quantidades adicionadas. O detalhamento das formulações será apresentado na seção 4.2.3.2.

4.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.2.1 Caracterização do metacaulim

A Figura 18 ilustra o fluxograma das análises utilizadas para caracterização do metacaulim.

Figura 18 – Fluxograma das técnicas utilizadas para a caracterização do metacaulim.



Fonte: Produção da própria autora.

4.2.1.1 Determinação da massa específica

A massa específica do metacaulim foi determinada em picnômetro a gás hélio, da marca Micromeritics, modelo Multivolume 1305, no Instituto Nacional de pesquisa espaciais (INPE) na cidade de Cachoeira Paulista – SP. Para realização do ensaio a amostra foi seca em estufa a 60 °C por 24 h. Em seguida foi determinada a massa da amostra e, quando inserida no equipamento, o valor da massa foi registrado. O equipamento fornece a massa específica média do número de leituras solicitadas.

4.2.1.2 Granulometria a laser

Para a determinação das dimensões das partículas foi realizada a análise granulométrica do metacaulim, pelo método espalhamento de laser. Utilizando-se o analisador de partículas por espalhamento de luz da marca Malvern, modelo Mastersizer 3000E. Os ensaios foram realizados na Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (EEL/USP).

4.2.1.3 Difratometria de raios X (DRX)

Para a caracterização cristalográfica dos materiais, foi realizada difratometria de raios X no difratômetro marca Bruker, modelo D8 Advance ECO no Laboratório na Faculdade de Engenharia e Ciências, campus de Guaratinguetá (FEG – UNESP).

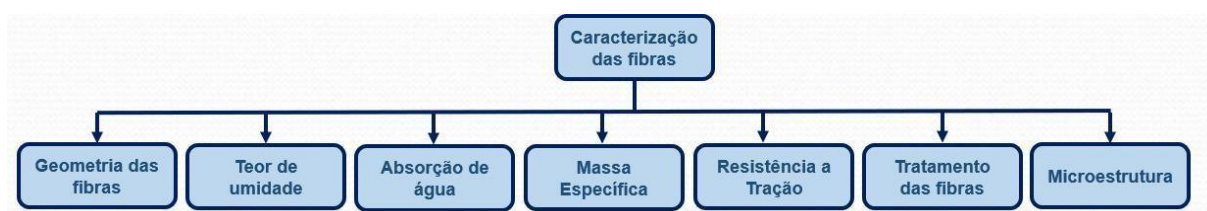
4.2.1.4 Espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX)

Para a caracterização química do metacaulim, foi realizada espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX), no Laboratório de Caracterização Tecnológica na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo utilizando-se um espectrômetro modelo Zetium, da marca Malvern Panalytical. A análise de perda ao fogo (PF) foi realizada a 1.020°C por 2 h.

4.2.2 Caracterização das fibras

A Figura 19 mostra o fluxograma com as análises utilizadas para caracterização das fibras de sisal.

Figura 19 - Fluxograma da caracterização das fibras de sisal.



Fonte: Produção da própria autora.

4.2.2.1 Medidas do diâmetro médio das fibras

Para as medidas de diâmetro médio das fibras foram preparadas 50 amostras de fibras. As fibras foram previamente cortadas em comprimento de 50 cm. Para a determinação do diâmetro da fibra foi utilizado um estereoscópio da marca Zeiss, modelo Stemi 2000, sendo realizada três medidas, duas nas extremidades e uma no centro da fibra.

4.2.2.2 Determinação do teor de umidade

Para obtenção do teor de umidade da fibra de sisal foi utilizada a norma ASTM 1413-76 (*American Society for Testing and Materials*)¹⁵¹. Em recipiente, foi adicionada uma amostra da fibra in natura, como recebida de aproximadamente 1,0 g (m_1). Em seguida foram colocadas na estufa 105 ± 5 °C por um período de 4 h. Após esse período o vidro de relógio com a amostra foi transferido para um dessecador com sílica gel, e após o resfriamento foi determinada a massa da amostra (m_2). O teor de umidade foi calculado de acordo com a equação (3):

$$\text{Teor de umidade} = \frac{[(m_1 - m_2)]}{m_1} \times 100 \quad (3)$$

Sendo:

m_1 = massa (g) da amostra das fibras in natura;

m_2 = massa (g) da amostra das fibras secas.

4.2.2.3 Absorção de água

Para determinação da absorção de água, 2,0 g das amostras foram secas em estufa a 105 ± 3 °C até a constância de massa. As fibras secas foram transferidas para um dessecador e resfriadas a temperatura ambiente, assim foi determinado a massa das fibras secas (P_e) em uma balança eletrônica de precisão marca Ohaus Corporation, modelo PR523BR/E. As amostras foram imersas em água. Foram feitas

várias determinações até o ponto de saturação atingir valor constante. Para o cálculo da absorção de água da fibra (AF) utilizou-se a equação (4).¹⁵³

$$AF = \frac{(Put - Pe)}{Pe} \times 100 \quad (4)$$

Em que:

Put = peso úmido das fibras.

Pe = peso das fibras secas em estufa.

4.2.2.4 Determinação da massa específica

A massa específica do metacaulim foi determinada em picnômetro a gás hélio, da marca Micromeritics, modelo Multivolume 1305, no Instituto Nacional de pesquisa espaciais (INPE) na cidade de Cachoeira Paulista – SP. Para realização do ensaio a amostra foi seca em estufa a 60 °C por 24 h. Em seguida foi determinada a massa da amostra e, quando inserida no equipamento, o valor da massa foi registrado. O equipamento fornece a massa específica média após cinco leituras.

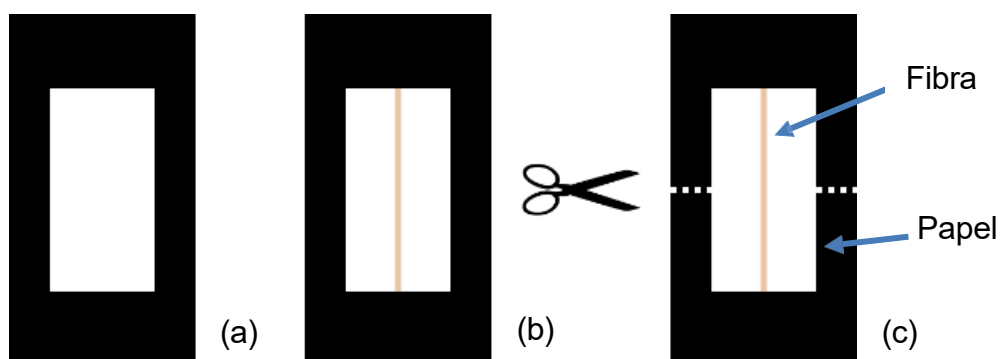
4.2.2.5 Ensaio de tração direta

O ensaio de tração no fio do sisal exige uma metodologia específica na preparação da amostra, sendo necessária a utilização de: papel, adesivo epóxi bicomponente e tesoura. A preparação para o ensaio é feita conforme a norma ASTM C1557 ¹⁵⁴, e um esquema dessa montagem pode ser visto na Figura 20.

Primeiramente as fibras foram cortadas aproximadamente no tamanho de 30 mm. Em seguida, as amostras foram coladas em uma base papel de forma alinhada ao centro dos recortes, conforme a Figura 20b, sendo que essa base de papel segue as dimensões apresentadas na Tabela 7. Após a secagem da cola, foram fixadas nas garras do dispositivo da máquina universal de ensaios mecânicos, marca Shimadzu, modelo Autograph AG-X 50, e aí sim as laterais do papel foram cortadas antes do início do ensaio, a fim de que entre as garras tenha somente a fibra (Figura 20c). Os testes foram conduzidos na velocidade e com a célula de carga apresentados na

Tabela 7. A Figura 21 apresenta do modelo do dispositivo com a fibra a ser submetida ao ensaio de tração das fibras

Figura 20 - Detalhes do ensaio de tração para fibras vegetais.



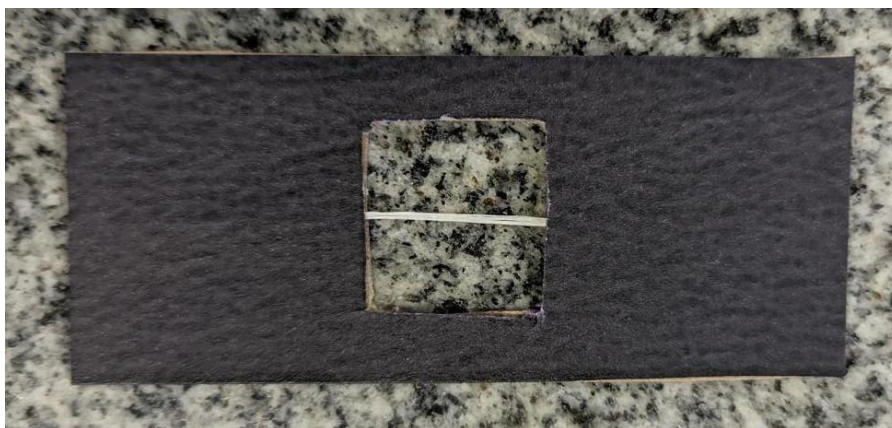
Fonte: Adaptado de Motta et al. ¹⁵³

Tabela 7 - Dimensões da base e os parâmetros do ensaio.

| Descrição | Fibra de sisal |
|--|--------------------------|
| Dimensões da base do papel | 6,5 x 25 mm ² |
| Dimensões da Janela recortada no centro do papel | 15 x15 mm ² |
| Distância entre as garras | 15 mm |
| Velocidade do ensaio | 3 mm/min |
| Capacidade da célula de carga | 50 N |

Fonte: Produção da própria autora.

Figura 21 - Foto do corpo de prova de fibra de sisal preparado para o ensaio de tração.



Fonte: Produção da própria autora.

4.2.2.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada no equipamento marca TESCAN, modelo MIRA-4, Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo (EEL/USP). A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para análise morfológica das fibras vegetais, uma vez que é importante observar qualitativamente as características das superfícies, morfologia das fibras. Além disso, a observação prévia das fibras servirá como referencial para analisar as fibras embebidas na matriz geopoliméricas após as etapas de cura.

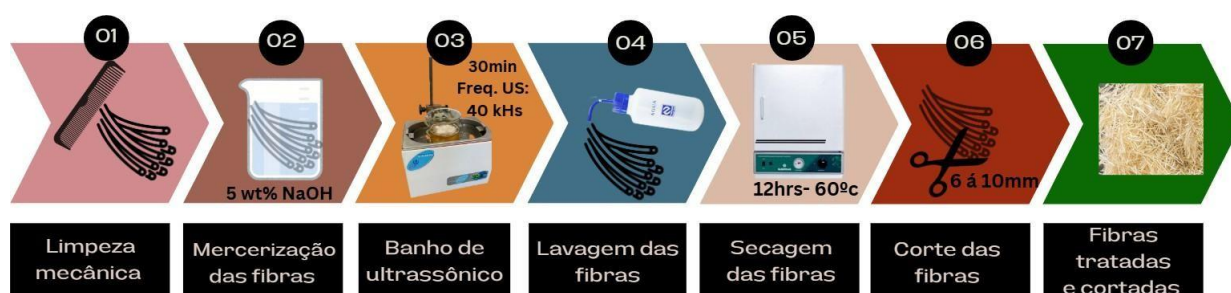
A superfície das fibras foi previamente recoberta com ouro, uma vez que as mesmas não são condutoras, e analisadas em um microscópio eletrônico de varredura no sentido longitudinal e transversal.

4.2.2.7 Tratamento alcalino superficial das fibras

Para o tratamento das fibras, primeiramente elas foram penteadas para uma limpeza mecânica preliminar. Após essa limpeza ocorreu o tratamento alcalino (mercerização), onde as fibras foram submersas em uma solução aquosa de NaOH, 5 M. O béquer com as fibras submersas foi colocado em ultrassom de marca Unique

modelo USC-1400 com a frequência 40 kHz por 30 min. Após o tratamento alcalino e ultrassônico as fibras foram lavadas com água abundante e secas por 12 h a 60 °C na estufa. Esses tratamentos alcalinos e ultrassônicos são utilizados, uma vez que ambos os métodos são de abordagem simples, econômica e eficaz para modificar as fibras.¹¹⁶ Depois de secas e frias, as fibras foram cortadas com tesoura em tamanhos entre 6 e 10 mm. A Figura 22 apresenta um fluxograma do processo de tratamento das fibras.

Figura 22 - Sequência de atividades para o tratamento o das fibras de sisal.



Fonte: Produção da própria autora.

4.2.3 Preparação do geopolímero

4.2.3.1 Preparação da solução alcalina

Para a dosagem das misturas foi preparada uma solução de 7,46 M conforme as especificações das matérias-primas. A escolha da solução foi realizada por um outro trabalho realizado pelo nosso grupo, afim de determinar a reologia ideal para impressão. Primeiramente, na capela, foi realizada a mistura da água destilada com as micropérolas de NaOH. Em seguida, a mistura foi agitada até obtenção de uma solução transparente. Toda solução de hidróxido foi produzida com pelo menos 24 h de antecedência da síntese dos corpos de prova. Essa preparação deve ser realizada com tal antecedência porque a reação que ocorre na produção é exotérmica, sendo necessário esperar o resfriamento da solução para que possa ser utilizada. Após as 24 h, a solução de hidróxido de sódio pôde ser misturada com a solução de silicato de sódio, para a obtenção da solução alcalina. O hidróxido deve ser misturado ao silicato pelo menos 5 min antes de ser adicionado ao material precursor. As quantidades em massa dos matérias está sendo apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8: Formulação da matriz geopolimérica

| Materiais | Porcentagem mássica |
|--------------------------------------|----------------------------|
| <i>Metacaulim</i> | 59,99% |
| <i>NaOH</i> | 5,10% |
| <i>Na₂SiO₃</i> | 24,27% |
| <i>H₂O</i> | 6,88% |
| <i>Plastificante - HPMC</i> | 1,80% |
| <i>Surfactante - ADVA</i> | 1,96% |

Fonte: Produção da própria autora.

4.2.3.2 Preparação da pasta e do compósito geopolimérico

A mistura da matéria-prima foi realizada em uma argamassadeira planetária de laboratório com capacidade nominal de 5 L, da marca Metal Cairo Ltda., modelo AG-5 2008, na qual ocorreu a homogeneização do metacaulim com o agente plastificante, hidroxipropilmetilcelulose (HPMC), por 1 min. Posteriormente foi adicionado solução alcalina na argamassadeira e misturada por mais 5 min em seguida foi adicionado o surfactante ADVA 175 e foi misturado por mais 5 min para obtenção da pasta geopolimérica.

Para a obtenção dos compósitos geopoliméricos, as fibras de sisal in natura e tratadas, foram cortadas aproximadamente entre 6 a 10 mm, a escolha do tamanho das fibras foi baseado nos tamanhos das fibras sintéticas comerciais, e posteriormente adicionadas na pasta geopolimérica. Foram produzidos compósitos com a substituição de 0,5, 1 e 2% em massa com as fibras não tratadas e tratadas. A Tabela 9 apresenta a lista das formulações em função do teor de fibras, em duas condições: as fibras com e sem tratamento superficial alcalino.

Tabela 9: Lista das formulações em função do teor de fibras

| Código das condições | Código das formulações | Teor de fibras |
|-----------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| G1 | M1 | Sem fibra |
| | MF-0,5 | Com 0,5% |
| | MF-1 | Com 1,0 % |
| | MF-2 | Com 2,0% |
| G2 | MFT-0,5 | Com 0,5% de fibras tratadas |
| | MFT-1 | Com 1,0 % de fibras tratadas |
| | MFT-2 | Com 2,0% de fibras tratadas |

Fonte: Produção da própria autora.

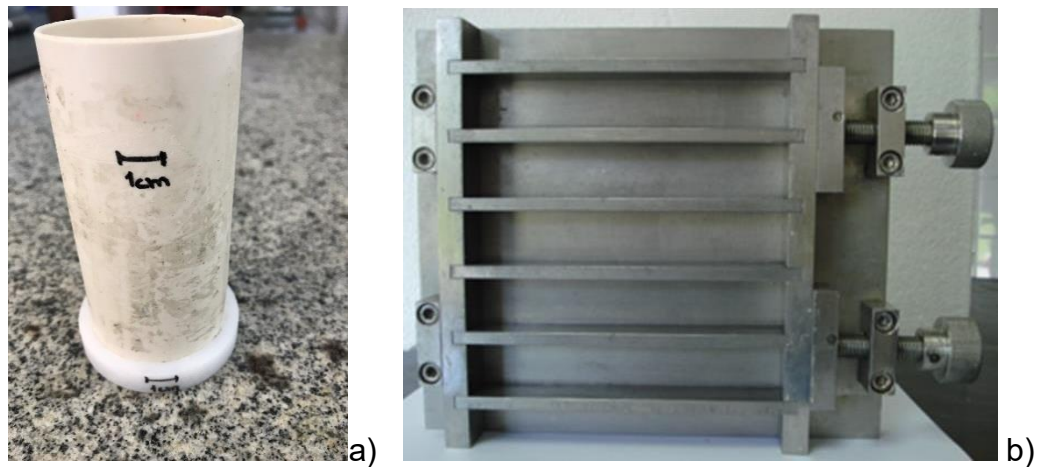
4.2.3.3 Moldagem e impressão

Para os corpos de provas moldados, a mistura final foi colocada nos moldes cilíndricos lubrificadas com óleo mineral com as seguintes medidas nominais: 50 mm de diâmetro x 100 mm de comprimento. E os corpos de provas na forma de e de barras prismáticas (150 mm x 25 mm x 25mm), em um molde de aço inoxidável recoberto com plástico filme. A Figura 23 ilustra os moldes utilizados para produzir os corpos de prova cilíndricos, neste caso, tubo de policloreto de vinila (PVC), e para produzir corpos de prova prismáticos, confeccionados de aço inoxidável. Os moldes foram colocados em mesa vibratória, a fim de auxiliar no escoamento da massa geopolimérica no interior do molde, melhorando as condições de liberação do ar aprisionado no interior da amostra, para assim, alcançar o máximo empacotamento.

Para os corpos de prova pela manufatura aditiva, foi utilizada uma impressora 3D, tipo delta, da marca Duracer, modelo Duraprinter3D E2, conforme a Figura 24, que originalmente produz materiais cerâmicos a base de argilas e foi adaptada para ser utilizada no projeto com geopolímero. A impressora apresenta bicos de extrusão

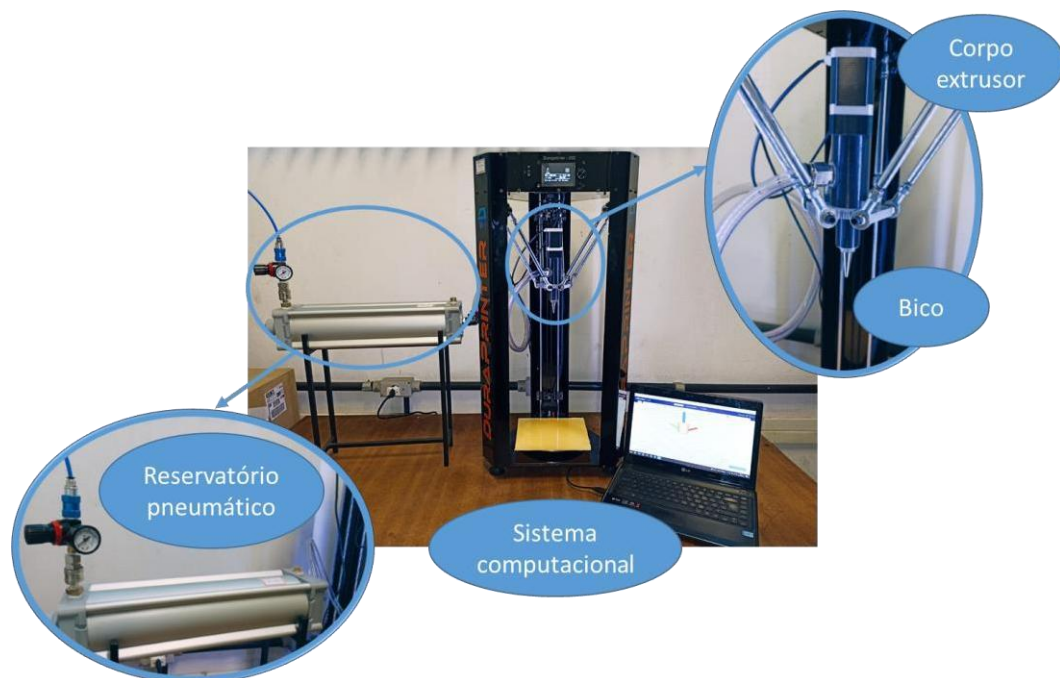
intercambiáveis com diâmetro de > 5 mm, com volume de impressão entre 20 e 36 cm^3 .

Figura 23 - Moldes dos corpos de prova, (a) Cilíndrico de policloreto de vinila (PVC) (b) de aço inoxidável para produzir barras prismáticas.



Fonte: Produção da própria autora

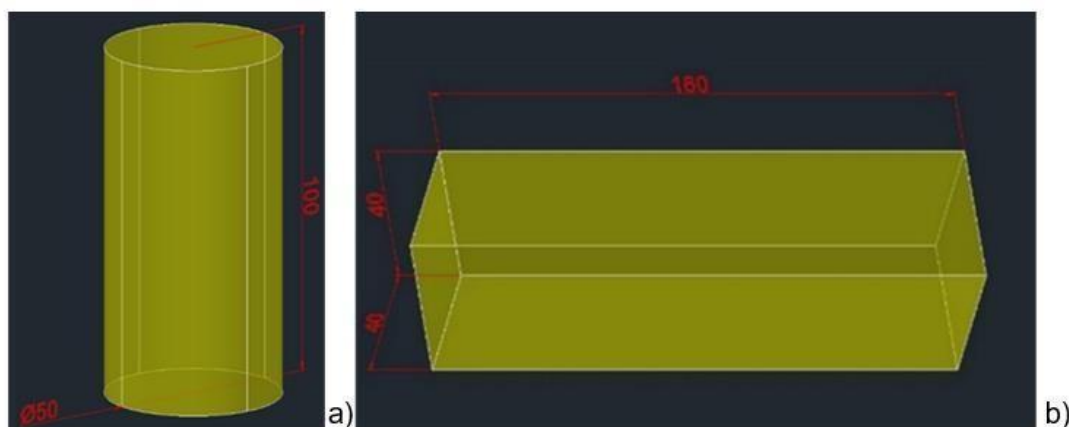
Figura 24 - Ilustração da Impressora 3D acoplada ao reservatório pneumático e ao sistema computacional.



Fonte: Produção da própria autora.

Primeiramente, foi realizado os desenhos no AutoCAD dos corpos de provas em forma cilíndrica e em barras prismáticas, conforme a NBR 5738 – 2015¹⁵⁶, conforme apresentado na Figuras 25.

Figura 25 - Desenhos dos corpos de prova, (a) Cilíndrico (b) Barra prismática para serem utilizados no programa de fatiamento e para subseqüente impressão.



Fonte: Produção da própria autora

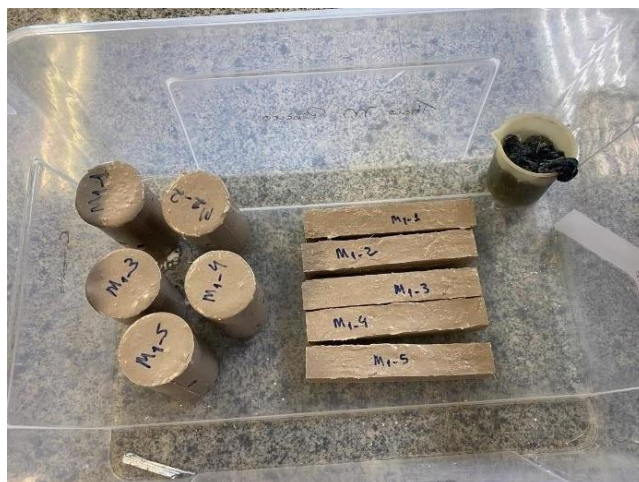
Os desenhos foram inseridos no software Ultimaker cura para o fatiamento e para a impressão de camada por camada até completar a impressão do corpo de prova no tamanho programado. Vale ressaltar que a densidade de preenchimento de um objeto fabricado por impressão 3D é a quantidade de material utilizada para preencher a área interna de uma camada. Desse modo, é possível definir o preenchimento de um material dentro de uma faixa que vai de 0%, representando um objeto oco, até 100%, representando um objeto sólido. Para tanto foi realizado alguns estudos sobre a forma de preencher e formar as camadas do corpo de prova, a fim de garantir melhor compactação, mas com uma velocidade adequada de impressão. Além disso, os corpos de prova foram obtidos em impressão 3D composto por uma boquilha montada em um dispositivo de extrusão preso ao pórtico para imprimir uma estrutura camada por camada acionada através de um software.

4.2.4 Processo de Cura

Após moldagem dos corpos de prova, os mesmos foram colocados em uma caixa com tampa em atmosfera saturada de água por 24 h em cura em temperatura

ambiente, após esse tempo foram desmoldados e colocados novamente na caixa até as idades de realização dos ensaios 7, 14 e 28 dias. Para os corpos de prova impressos, o mesmo foi feito. A Figura 26 apresenta corpos de provas cilíndricos e prismáticos na cura.

Figura 26 - Corpos de prova moldados com geometrias cilíndricas e prismáticas no processo de cura.



Fonte: Produção da própria autora.

4.2.5 Caracterização da pasta e do compósito geopolimérico

Os corpos de prova da pasta, sem fibras, obtidos na mistura M1, foram caracterizados para posterior comparação com os compósitos. Foram avaliadas as mesmas propriedades mecânicas, físicas, assim como foram realizadas as análises de fases e microestruturais.

Para análise de difratometria de raios X, uma fração significativa do corpo de prova da mistura M1 com idades de 7, 14 e 28 dias, foi previamente seca e triturada em seguida, passada em peneira ABNT 325 (45 μm), a fim de verificar as fases cristalinas presentes.

Caracterização física:

Para a caracterização física foi determinada a absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA), segundo a NBR 9778:2005¹⁵⁷ para argamassas e concretos endurecidos. Para essa caracterização

foram preparadas 3 amostras de cada condição estudada, a partir das amostras submetidas ao ensaio de flexão. As equações 5, 6 e 7 permitem determinar os resultados de massa específica aparente, absorção de água, porosidade aparente.

$$MEA = \frac{M_s}{V_a} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad (5)$$

$$AA = \frac{M_u - M_s}{M_s} \times 100 \text{ (\%)} \quad (6)$$

$$PA = \frac{M_u - M_s}{M_{e\text{ água}} \times V_a} \times 100 \text{ (\%)} \quad (7)$$

em que:

Mu = massa úmida;

Ms = massa seca;

Me_{água} = massa específica da água, e

M_i = massa imersa.

Caracterização mecânica:

Com relação à caracterização mecânica, destacam-se as seguintes análises:

a) Ensaio de módulo de elasticidade dinâmico:

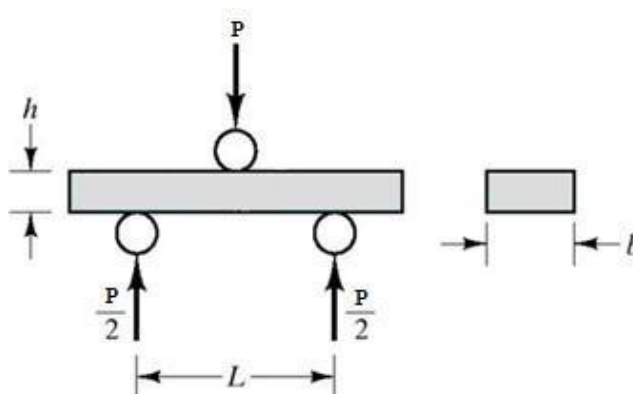
Foi determinado o módulo de elasticidade dinâmico pelo método não destrutivo de ressonância de barras, em que todos os 5 corpos de prova, na forma de barras prismáticas, são posicionados no equipamento, onde os transdutores de emissão e recepção vibracionais fiquem transversais à superfície da amostra. Os picos formados em função das ressonâncias geradas pela emissão de ondas ultrassônicas, são mostrados em um programa computacional, o qual permitirá o cálculo do módulo de elasticidade dinâmico (E), o módulo de cisalhamento dinâmico (G) e o coeficiente de Poisson (ν). O sistema utilizado foi da ATCP, modelo ME-C1198-91, obedecendo à

norma ASTM C1198-91 e a faixa de frequência adotada na varredura foi de 1 a 30 kHz.¹⁵⁸

b) Ensaio de módulo de ruptura:

Para calcular o módulo de ruptura, foram preparados 5 corpos de prova, onde foi utilizado o ensaio de flexão em 3 pontos, em que um carregamento central é aplicado em um corpo de prova prismático, que sob carregamento de compressão na parte superior gera-se simultaneamente tensões de tração na superfície da parte inferior do corpo de prova, que está mais provavelmente relacionada com o início da fratura, conforme a Figura 27. O ensaio de flexão em 3 pontos para a determinação do módulo de ruptura foi em uma máquina universal de ensaios marca EMIC DL, com célula de carga de 5 kN, com velocidade do atuador de 1 mm/s. O cálculo foi baseado na Equação 8.^{158,159}

Figura 27 - Esquema de uma barra prismática submetida ao ensaio de flexão em três pontos, em que P é a carga de carregamento, L a distância entre os roletes, b é a largura e h a altura da amostra.



Fonte: Garcia et al.¹⁵⁸

$$\sigma_f = \frac{3P_f L}{2bh^2} \quad (8)$$

em que:

σ_f = tensão de fratura ou módulo de ruptura (MPa);

P_f = carregamento máximo sofrido pelo corpo (N);

L = distância entre os dois apoios (mm);

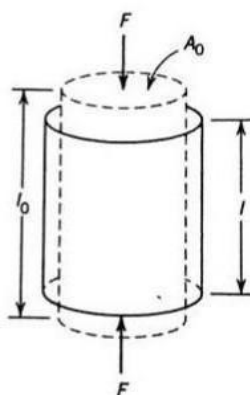
b = largura do corpo de prova (mm);

h = altura do corpo de prova (mm).

c) Ensaio de resistência à compressão simples:

Com base na NBR 5739 (2007)¹⁶⁰, o ensaio foi determinado por compressão axial, no qual a força de compressão é aplicada de forma uniaxial ao longo do eixo maior do corpo de prova, de forma que ocorra a contração do material. A Figura 28 é uma ilustração esquemática de como uma carga de compressão produz uma contração no corpo de prova. F é a força aplicada, A_0 é a área transversal inicial, l_0 é altura inicial e l a altura final da amostra. As linhas tracejadas representam o corpo de prova antes de ser ensaiado, enquanto que as linhas sólidas representam a forma do material após a deformação. Foram preparados 5 corpos de prova para o ensaio, onde foi utilizada a máquina universal de ensaios EMIC DL10000, célula de carga de 100 KN, com velocidade do atuador de 0,5 mm/s.⁸

Figura 28: Ilustração esquemática de alguns parâmetros do ensaio de compressão axial.



Fonte: Callister et al.⁸

A resistência à compressão deve ser calculada pela Equação 9, em que f_c é a resistência à compressão (MPa), F é a força máxima alcançada (N) e D é o diâmetro do corpo de prova (mm).

$$f_c = \frac{F}{A_0} = \frac{4F}{\pi D^2} \quad (9)$$

4.2.6 Análise de variância

Após a realização de todos os ensaios mecânicos, a análise de variância (ANOVA) foi realizada afim de verificar qual foi a melhor quantidade de fibras utilizadas. Para a realização da análise, foi utilizada o *software* Minitab ®, versão 22.2.1.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DO METACULIM

O metacaulim foi caracterizado quanto à composição química, massa específica e fases cristalinas.

A massa específica, determinada por picnometria a hélio, foi de $2,62 \text{ g/cm}^3 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$. Segundo a ficha técnica do Metacaulim do Brasil a massa específica é de $2,56 \text{ g/cm}^3$, o que pode variar de acordo com o lote ¹⁶¹.

A Tabela 10 mostra a análise química obtida por fluorescência de raios x (FRX) e perda ao fogo do metacaulim. Observa-se que a composição do metacaulim é majoritária em sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), sendo a sílica preponderante. Com base na literatura, observa-se que a quantidade de sílica presente no metacaulim é maior que os valores limites apresentados na NBR 15894-1:2010 ¹⁶², valores que variam entre 44% a 65%, já os valores de alumina são menores que os valores apresentados na norma, valores que variam entre 32% a 46%. Outros estudos mostram que as quantidades de sílica e alumina dentro desses valores limites apresentados na norma mencionada acima. ¹⁵³

Tabela 10: Análise química por fluorescência de raios X e perda ao fogo (PF) do Metacaulim.

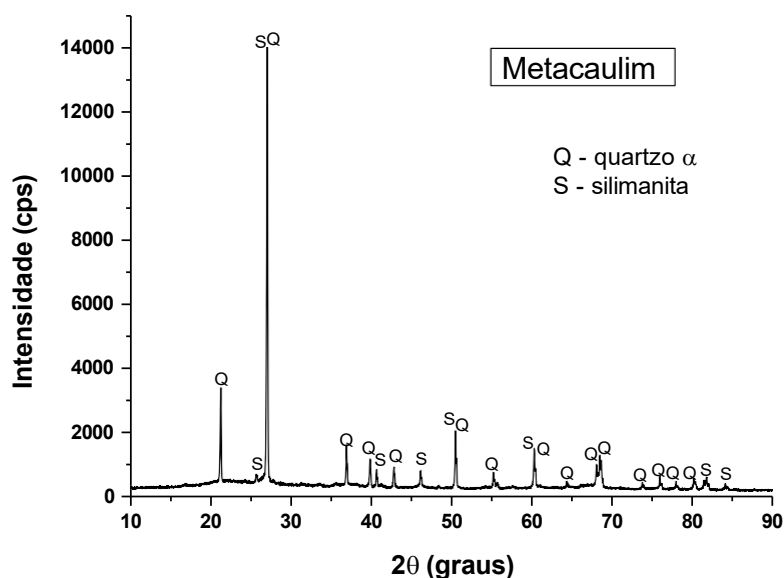
| Compostos do metacaulim | | | | | | | | | | |
|--------------------------------|------------------------------------|------------------------------------|------------|------------|------------|------------------------|-----------------------|------------------------|-----------------------------------|------------|
| SiO₂ | Al₂O₃ | Fe₂O₃ | MnO | MgO | CaO | Na₂O | K₂O | TiO₂ | P₂O₅ | PF |
| (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) | (%) |
| 69,5 | 24,1 | 2,10 | 0,10 | 0,28 | <0,10 | <0,10 | 0,39 | 1,68 | <0,10 | 0,85 |

Fonte: Produção da própria autora.

A Figura 29 mostra a análise de fases cristalinas do metacaulim a partir do difratograma de raios X obtido. Observa-se como presença predominante a sílica na forma de quartzo α (ficha cristalográfica JCPDS 01-085-0798). Também foram identificados picos da fase silimanita (ficha cristalográfica JCPDS 96-900-3990), que é um aluminossilicato. Tanto no difratograma desse metacaulim quanto no difratograma encontrado na literatura, o quartzo é um dos picos identificados em

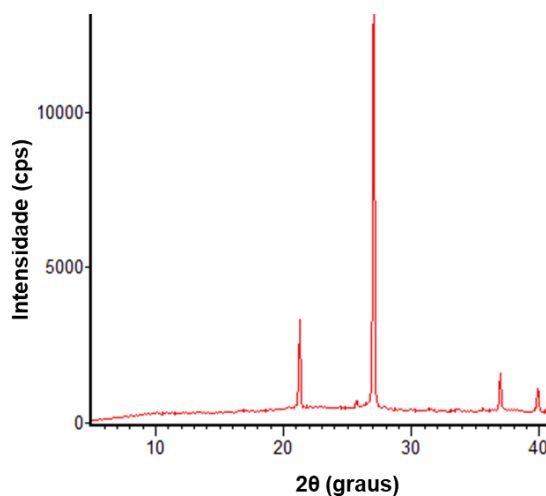
ambos, na literatura também é identificado os picos de caulinita e moscovita, o que não foi possível encontrar nesse metacaulim por conta da quantidade de sílica em forma de quartzo.¹⁵³ A Figura 30 mostra a ampliação de uma parte do difratograma do metacaulim (Figura 29), em que é possível observar na faixa (2θ) entre 18° e 38° uma banda larga sutil que corresponde a fase amorfa presente no metacaulim, conforme também foi observado na literatura.¹⁵⁴

Figura 29 - Difratograma de raios X com identificação das fases do metacaulim.



Fonte: Produção da própria autora.

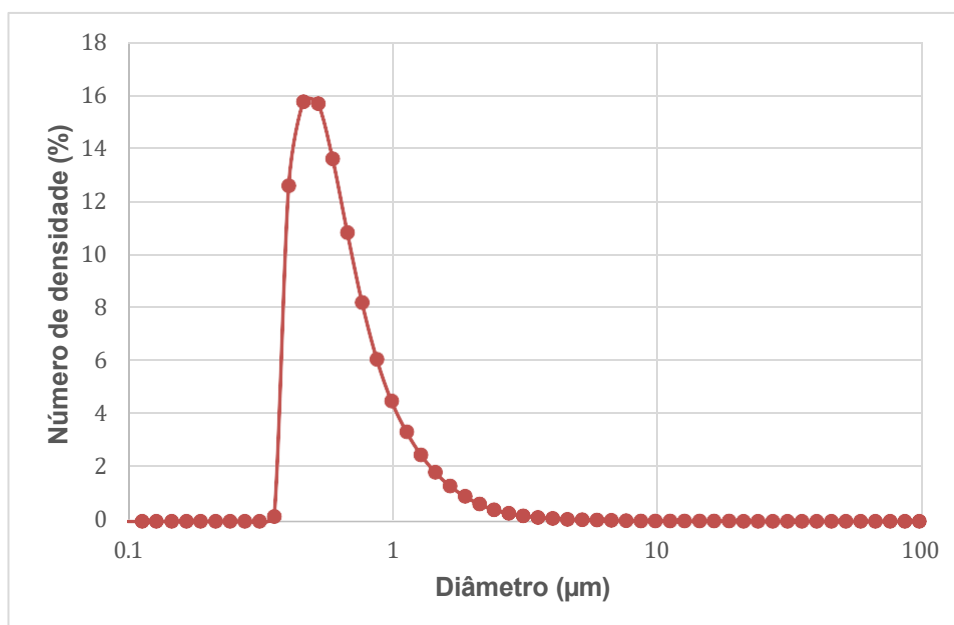
Figura 30 - Destaque na escala do difratograma de raios X com indicação do pico largo da fase amorfa do metacaulim.



Fonte: Produção da própria autora.

Adicionalmente, foi realizada a análise da distribuição granulométrica, em que foi observada uma distribuição monomodal, com um pico correspondente à 15,8% da quantidade de partículas com diâmetro de 0,460 μm , conforme apresentado no gráfico de distribuição de tamanho de partículas da Figura 31. A partir do gráfico gerado da análise granulométrica do equipamento de análise, foi possível observar que 50% das partículas apresentaram um diâmetro abaixo de 0,627 μm (D50) e 90% das partículas exibiram um diâmetro abaixo de 1,22 μm (D90). A análise granulométrica indicou que os resultados desse metacaulim tem um tamanho de partícula menor que os resultados encontrados na literatura. Com base na literatura as partículas mais finas tendem a se dissolver mais rápido durante a ativação alcalina, modificando a microestrutura e a resistência à compressão do material endurecido.¹⁵³ Duxson et al.¹⁶⁵ afirmaram que o tamanho de partícula do metacaulim é geralmente menor que 5 μm .

Figura 31 - Gráfico com distribuição granulométrica discreta do metacaulim.



Fonte: Produção da própria autora.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE SISAL

Em fibras como recebida tem um comprimento médio de 50 mm, o diâmetro médio ao longo do eixo longitudinal está entre 0,19 μm e 0,64 μm , com isso pode-se observar que elas são irregulares quanto às dimensões radiais. Isto reforça a

geometria irregular ao longo das fibras lignocelulósicas e, conseqüentemente, explicita a dificuldade de garantir uma interface com adesividade regular entre as fibras e matriz no compósito.

As propriedades físicas das fibras de sisal sem tratamento superficial alcalino foram apresentadas na Tabela 11, tais como teor de umidade, massa específica e absorção de água.

Tabela 11: Propriedades físicas das fibras de sisal sem tratamento superficial alcalino

| Teor de umidade (%) | Absorção de água (%) | Massa específica (g/cm³) |
|----------------------------|-----------------------------|--|
| 7,94 | 120,80 | 1,01 |

Fonte: Produção da própria autora.

O teor de umidade obtido de 7,94%, conforme apresentado na Tabela 11, pode ser considerado relativamente adequado quando se trata de fibras vegetais, pois na literatura esse tipo de material, também denominado de lignocelulósicos, apresenta características hidrofílicas decorrente principalmente da presença de celulose não cristalizada e hemicelulose, o que propicia geralmente uma umidade na faixa de 8 a 12,5%.^{102,103}

Com relação à absorção de água, após sua saturação total imersa em água, observa-se um valor de 120,8%. Tal fato se deve ao seu arranjo estrutural e composição química, constituído de subunidades celulares individuais denominadas de microfibras agrupadas por meio de lamela intercelular, possuindo também lacunas e lúmens, correspondentes a cavidades localizadas no eixo da fibra, levando a incidência de poros permeáveis.¹⁰³

Observando-se a Tabela 11, o resultado de massa específica é de 1,01 g/cm³, com base na literatura o valor não está dentro da faixa geralmente encontrada, valores que varia entre 1,2 a 1,5 g/cm³. Os resultados de massa específica são bem variáveis, pois são bastante sensíveis a fatores com local do plantio e metodologia do ensaio os valores. Segunda a literatura a massa específica está diretamente ligada à resistência mecânica oferecida pela fibra. As fibras vegetais tendem a possuir resistência mecânica diretamente proporcional à sua massa específica.^{104,105}

Foi realizado o ensaio de tração das fibras, em que 50 corpos de prova de sisal foram testados e calculado a média e o desvio padrão. A Tabela 12 apresenta esses resultados. Observa-se que as fibras apresentaram módulo de elasticidade de $4,82 \text{ GPa} \pm 3,04 \text{ GPa}$, que quando comparado com valores encontrados na literatura que são de 9 GPa a 22 GPa , observa-se que não está dentro dos valores típicos. Quanto à resistência à tração, o valor obtido foi de $177,89 \text{ MPa} \pm 134,37 \text{ MPa}$. Este valor de resistência a tração encontrado não está dentro dos valores previstos encontrados na literatura que varia de 500 MPa a 700 MPa . A diferença significativa pode ter relação com as condições de cultivo e o processamento da fibra.^{126,134}

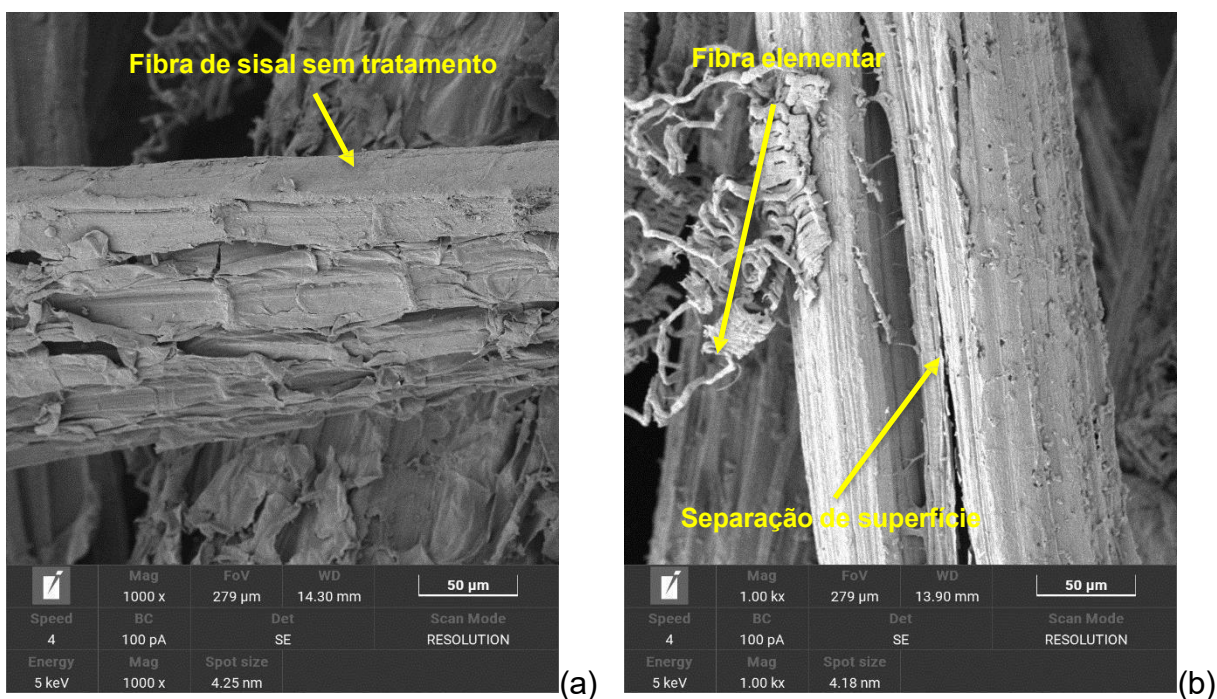
Tabela 12 - Valores de módulo de elasticidade e resistência a tração das fibras de sisal sem tratamento.

| Módulo de elasticidade (GPa) | Resistência a tração (MPa) |
|-------------------------------------|-----------------------------------|
| $4,82 \pm 3,04$ | $177,89 \pm 134,37$ |

Fonte: Produção da própria autora.

A Figura 32 apresenta as micrografias, obtidas com detector no modo de elétrons secundários, das fibras de sisal não tratadas (a) e tratadas (b). Na Figura 32a observa-se a superfície da fibra de sisal sem tratamento que consiste em um feixe de microfibras elementares e alta rugosidade superficial. A Figura 32b, ilustra a fibra com tratamento, com uma fissura de superfície e microfibras elementares. Provavelmente, a fissura foi causada pelo tratamento alcalino, onde este remove os componentes não celulósicos do sisal e assim pode afetar a interação interfacial entre fibra-matriz.¹¹⁶

Figura 32 - Micrografias das fibras de sisal não tratadas (a) e tratadas (b).



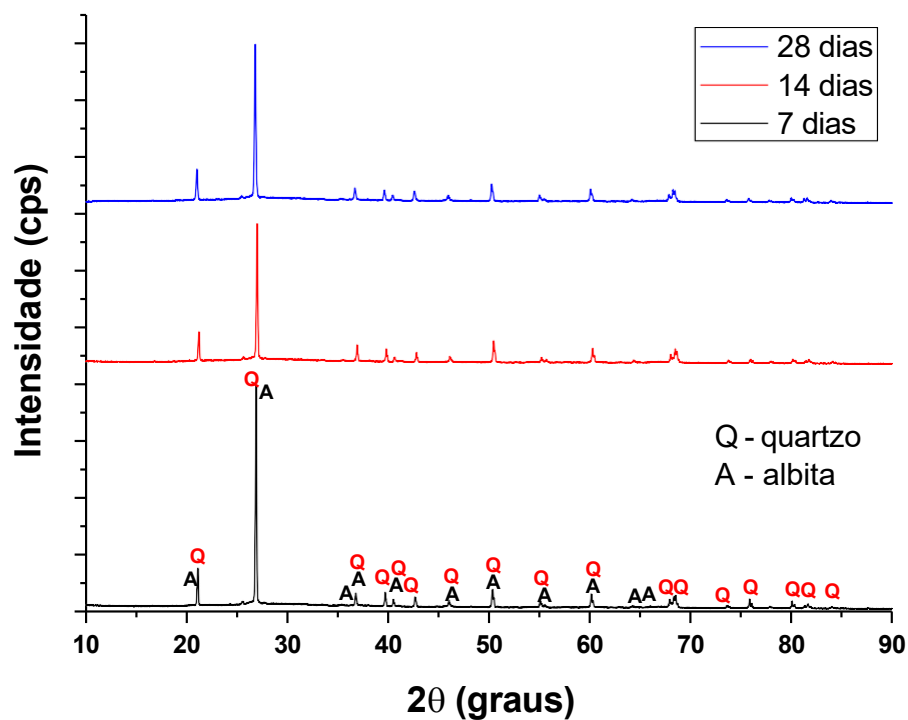
Fonte: Produção da própria autora

5.3 CARATERIZAÇÃO FÍSICA DA PASTA E DO COMPÓSITO GEOPOLIMÉRICO

Os difratogramas apresentados na Figura 33 são das pastas geopoliméricas curadas por 7, 14 e 28 dias. Observa-se como presença predominante a sílica na forma de quartzo α (ficha cristalográfica JCPDS 01-080-2146). Também foram identificados picos da fase albita (ficha cristalográfica JCPDS 01-071-1156), que é um aluminossilicato de sódio.

Como também foi observado no difratograma do metacaulim na Figura 29, a sílica na forma cristalina de quartzo predominou tanto no difratograma do metacaulim quanto nos difratogramas das pastas geopoliméricas curadas em 7, 14 e 28 dias. Isso pode ter ocorrido devido à elevada porcentagem de SiO_2 no metacaulim. Os picos de SiO_2 são de elevada intensidade relativa e possivelmente eles se sobrepuseram, mesmo após o contato do material precursor com o ativador alcalino.

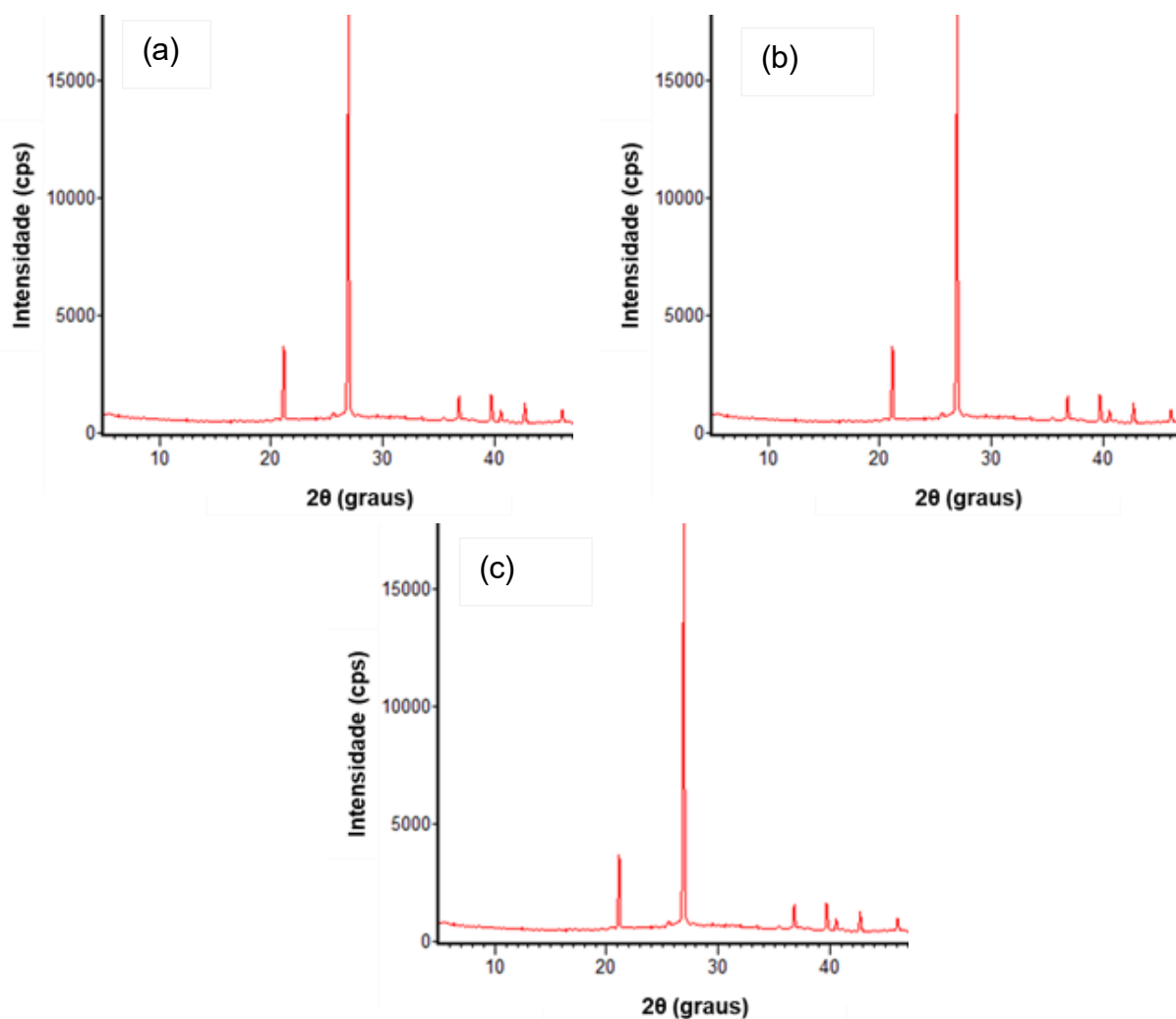
Figura 33 - Difratoograma da pasta geopolimérica com 7, 14 e 28 dias de cura.



Fonte: Produção da própria autora.

Foi possível observar nas Figuras 34a, 34b e 34c, que é uma faixa da escala do difratograma de raios X das pastas geopoliméricas, um pico largo de baixa intensidade relativa indicando uma fase amorfa tanto no difratograma do metacaulim quanto nos difratogramas das pastas geopoliméricas. Essa fase amorfa se desloca no difratograma após o contato do material precursor com ativação alcalina, o que estava entre a faixa de 2θ de 18° a 38° passa para faixa de 2θ de 18° a 43° . Segundo a literatura esse deslocamento da banda larga corresponde ao material amorfo presente nos geopolímeros e à formação do gel aluminossilicato (N-A-S-H) em função da idade de cura.²²

Figura 34 - Ampliação do difratograma das pastas geopoliméricas com (a) 7, (b) 14 e (c) 28 dias de cura.



Fonte: Produção da própria autora.

De acordo com a metodologia utilizada para caracterização física das pastas e do compósito foram determinados os valores da massa específica aparente (MEA), porosidade aparente (PA) e absorção de água (AA), todos após os 28 dias de cura. O ensaio foi realizado conforme a NBR 9778:2005¹⁵⁷. A Tabela 13 mostra o resultado médio com seu respectivo desvio para todas as caracterizações, para cada composição.

Tabela 13 - Propriedades físicas da pasta e do compósito geopolimérico

| Massa específica aparente (MEA) g/cm³ | SEM FIBRA (M1) | 0,5% (MF-0,5) | 1% (MF-1) | 2% (MF-2) | 0,5% (MFT-0,5) | 1% (MFT-1) | 2% (MFT-2) |
|---|-----------------------|----------------------|------------------|------------------|-----------------------|-------------------|-------------------|
| | 1,85 ± 0,05 | 1,92 ± 0,08 | 1,84 ± 0,08 | 1,77 ± 0,17 | 2,16 ± 0,32 | 1,97 ± 0,16 | 2,07 ± 0,19 |
| Porosidade Aparente (PA) % | 3,27 ± 0,60 | 4,23 ± 0,97 | 4,34 ± 0,74 | 2,98 ± 0,64 | 3,67 ± 0,44 | 4,04 ± 0,84 | 4,15 ± 1,12 |
| Absorção de água (AA) % | 1,77 ± 0,37 | 2,28 ± 0,63 | 2,29 ± 0,42 | 1,73 ± 0,54 | 1,71 ± 0,13 | 2,04 ± 0,40 | 1,98 ± 0,40 |

Fonte: Produção da própria autora.

A massa específica aparente dos geopolímeros, segundo a literatura depende da composição, do processamento e das condições de cura. No geral, os valores típicos encontrados são entre 1,8 g/cm³ e 2,2 g/cm³. Observa-se que a massa específica dos geopolímeros, tanto com e sem fibras, tratadas ou não, está dentro do previsto na literatura.⁷⁸⁻⁸¹

A porosidade aparente medida pelo método de Arquimedes é a porosidade aberta. De acordo com a Tabela 13, os valores de porosidade encontrados foram entre 3,27% e 4,34%. A porosidade aberta é aquela que os poros são interconectados e conectados à superfície do material. Segundo a literatura, a porosidade dos geopolímeros está entre 5% e 50%.⁷⁸⁻⁸¹

A absorção de água dos geopolímeros, tanto para pasta quanto para os compósitos, está entre 1,71% e 2,29%. Os valores encontrados são relativamente baixos comparados aos dos elementos construtivos a base de cimento Portland, isto ocorre por conta da microestrutura do geopolímero conter poros fechados, o que minimiza a absorção de líquidos.⁷⁸⁻⁸¹

Com os resultados obtidos das propriedades físicas, foi aplicada a ferramenta estatística ANOVA. As Tabelas 14, 15 e 16 apresentam o resumo dos resultados, comparando as pastas (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5 (MF-0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2), para a massa específica aparente (MEA); porosidade aparente (PA); e absorção de água (AA).

Tabela 14 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de MEA.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor - P |
|--------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------|------------------|
| <i>Formulações</i> | 0,3271 | 6 | 0,05452 | 1,17 | 0,376 |
| <i>Erro</i> | 0,6534 | 14 | 0,04667 | | |
| <i>Total</i> | 0,9805 | 20 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Tabela 15 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de PA.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor - P |
|--------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------|------------------|
| <i>Formulações</i> | 4,862 | 6 | 0,8103 | 0,85 | 0,554 |
| <i>Erro</i> | 13,360 | 14 | 0,9543 | | |
| <i>Total</i> | 18,221 | 20 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Tabela 16 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de AA.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor - P |
|--------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------|------------------|
| <i>Formulações</i> | 1,122 | 6 | 0,1870 | 0,64 | 0,694 |
| <i>Erro</i> | 4,067 | 14 | 0,2905 | | |
| <i>Total</i> | 5,190 | 20 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Observando as Tabelas 14,15 e 16, pode-se ver que o valor de P é \geq que 0,05, então a diferença entre os grupos não é significativa.

5.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS

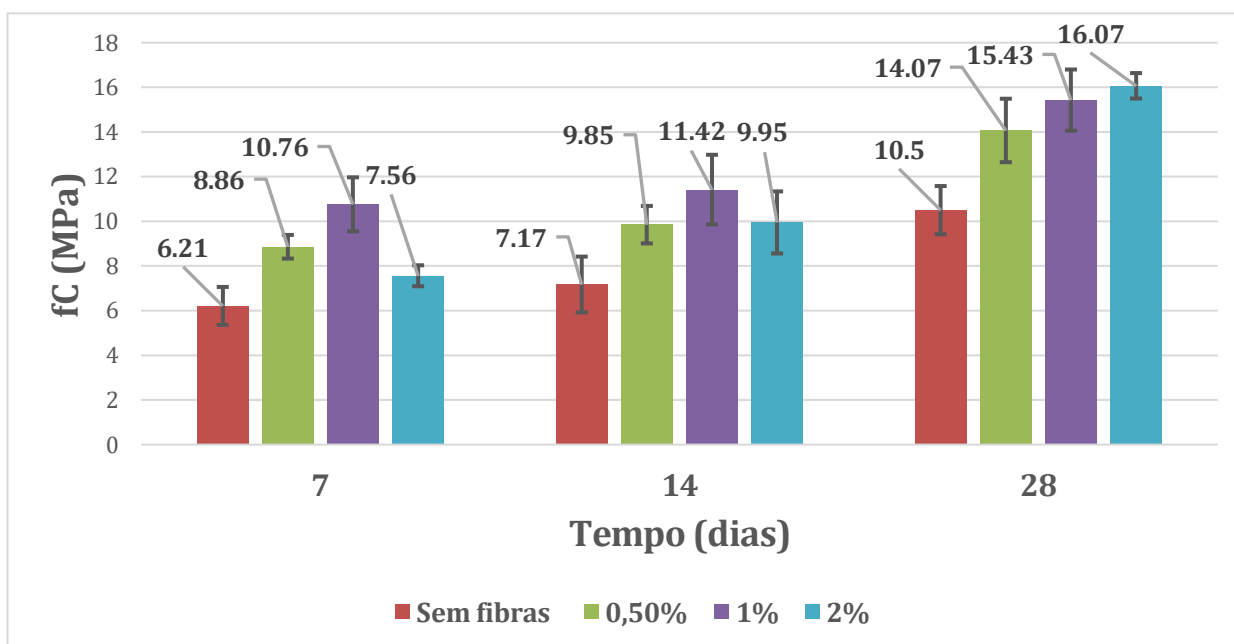
5.4.1 Resistência a compressão axial

A resistência à compressão axial dos corpos de prova tanto da pasta (M1) quanto dos compósitos com fibras in natura ou tratadas: 0,5% em massa (MF- 0,5) (MFT-0,5), 1% em massa (MF-1) (MFT-1) e 2% em massa (MF-2) (MFT-2), foi obtida

a partir de ensaio de compressão realizados de acordo com os critérios estabelecidos pela norma NBR 5739:2007¹⁶⁰. No total, foram testados cinco corpos de prova para cada composição.

A Figura 35 mostra a resistência à compressão média da pasta (M1) e do compósito para sete, quatorze e 28 dias, com 0,5% em massa (MF-0,5), 1% em massa (MF-1) e 2% em massa (MF-2) de fibra de sisal, e a respectiva barra de erro para cada uma das condições.

Figura 35 - Valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a compressão da pasta e dos compósitos geopoliméricos.

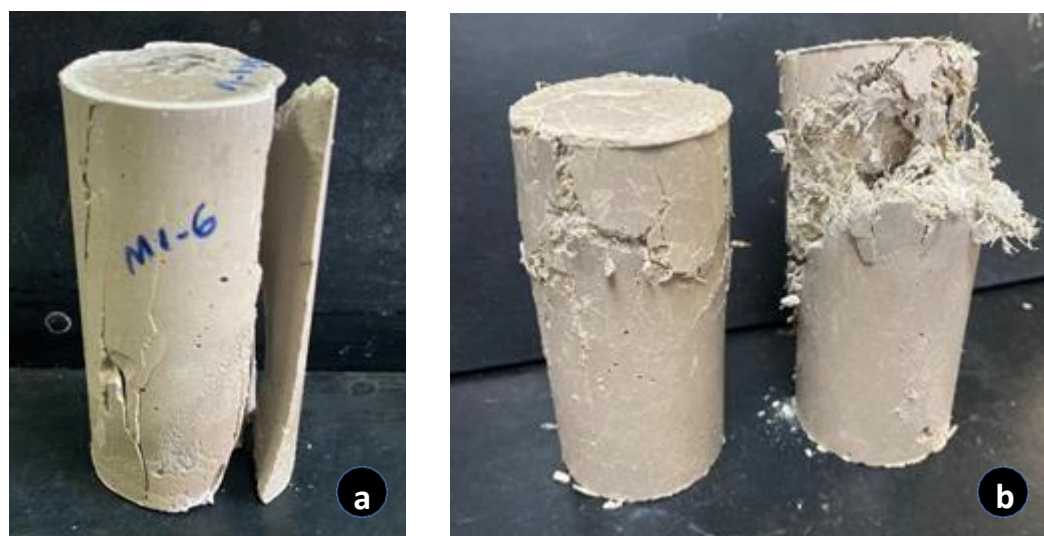


Fonte: Produção da própria autora

Com relação ao tempo de cura, de 7 para 28 dias, observa-se que pasta geopolimérica (M1) aumentou cerca de 69% a resistência à compressão; no entanto, os compósitos com 0,5% em massa de fibra (MF-0,5) apresentaram um aumento de 58,8%; com relação aos compósitos com 1% em massa de fibra (MF-1) foi observado um aumento de 43,40%, e, finalmente, os compósitos com 2% em massa de fibra (MF-2) a resistência à compressão teve um aumento de 120,56%. Observa-se também que houve aumento da pasta (M1) em relação aos compósitos (MF-0,5/ MF-1/ MF-2), o que também já era esperado, pois as fibras, nesse caso, tiveram o objetivo de reforçar os compósitos geopoliméricos. Vale ressaltar que esse reforço tem um limite, tanto para o tipo quanto para a quantidade de fibra, uma quantidade ideal de reforço

de fibras é 1% em massa para qualquer tipo de fibra.¹⁶⁶ Em conteúdo mais alto (> 1% em massa), efeitos negativos com o reforço de fibras são esperados devido à formação de porosidade e à pouca dispersão das fibras. Para as amostras curadas por 28 dias, observou-se que da pasta geopolimérica para os compósitos, houve um ganho de resistência entre 30% e 55%, visto que as fibras aumentam a adesão na interface fibra-matriz. Também foi observado que com 28 dias de cura, as porcentagens de fibras (1% e 2% em massa) o aumento de resistência foi de 4,14%, o que pode se dizer que esse aumento não é tão significativo, mas que com 2% em massa de fibras seria a composição ótima para a porcentagem de fibras e também o teor limite, levando em consideração o comprimento e geometria irregular das fibras de sisal empregadas neste trabalho, pois as fibras formam uma rede que minimiza a propagação de trincas. A presença fibras como reforço, diminuem gradualmente a propagação de trincas, pois é necessária uma maior energia para avançar a propagação da trinca, conforme se pode observar na Figura 36.¹⁶⁶

Figura 36 - Exemplos de corpos de prova cilíndricos após o ensaio de compressão axial. (a) Sem adição de fibras de sisal; (b) com a adição de 2% em massa de fibras de sisal.

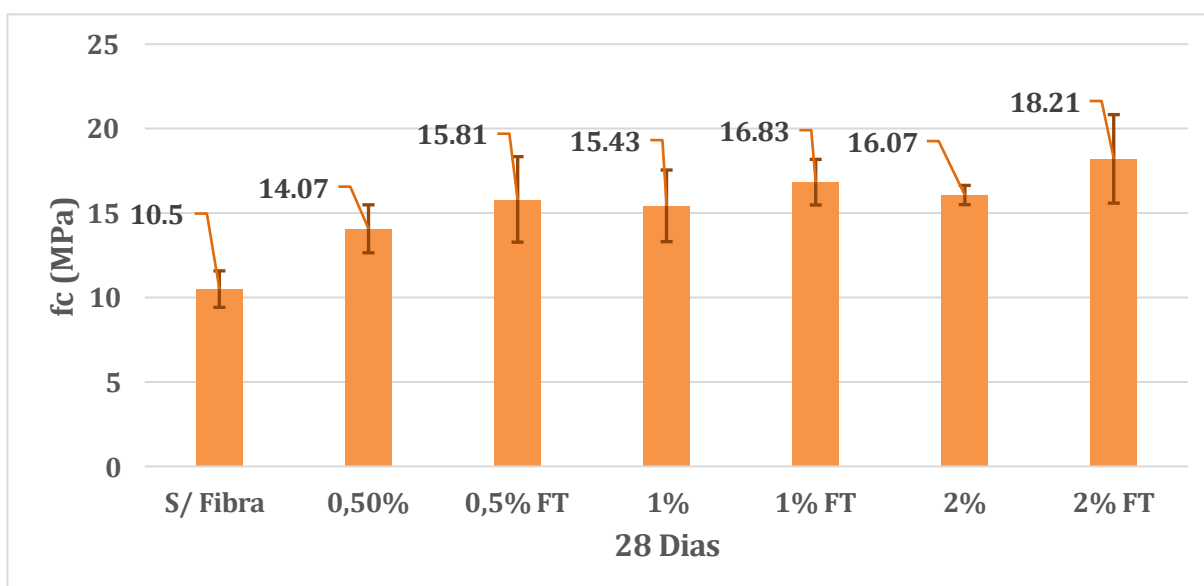


Fonte: Produção da própria autora.

Foi analisada a resistência à compressão dos compósitos com as fibras tratadas para cada composição: com 0,5% em massa de fibra (MFT-0,5); 1% em massa de fibra (MFT-1); e 2% em massa de fibra (MFT-2), com 28 dias de cura. A Figura 37 apresenta os resultados de resistência à compressão dos compósitos com

a adição das fibras tratadas comparando a composição sem fibra e com fibras sem tratamento. Observa-se que houve um ganho de resistência à compressão com as fibras tratadas (MFT-0,5/ MFT-1/ MFT-2) com relação a pasta (M1), mas sem uma significativa diferença comparando com os compósitos com as fibras não tratadas (MF-0,5/ MF-1/ MF-2). Embora, segundo a literatura, o tratamento alcalino tem como objetivo remover os componentes não celulósicos do sisal e melhorar a interação interfacial fibra-matriz, foi observado um certo grau de degradação das mesmas. No entanto, a degradação das fibras lignocelulósicas não foi o suficiente para comprometer o desempenho mecânico quanto à resistência a compressão. Observa-se também que, novamente, os compósitos com 2% em massa de fibra tratada são os que apresentaram maior resistência à compressão, uma vez que as fibras reforçam e impedem a propagação da trinca por meio de vários mecanismos de tenacificação como ilustrado na Figura 13, assim como nas com fibras sem tratar.¹¹⁶

Figura 37 - Valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a compressão da pasta e dos compósitos geopoliméricos com fibras tratadas e não tratadas.



Fonte: Produção da própria autora.

Com os resultados obtidos de resistência à compressão, também foi aplicada a ferramenta estatística ANOVA. A Tabela 17 apresenta o resumo dos resultados, comparando a pasta (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5% em massa de

fibras (MF-1) (MFT-0,5), 1% de massa (MF-1) (MFT-1) e 2% de massa (MF-2) (MFT-2).

Tabela 17 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de compressão axial.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor -P |
|--------------------|--------------------|-------------------|----------------|---------|----------|
| <i>Formulações</i> | 143,6 | 6 | 23,925 | 4,15 | 0,004 |
| <i>Erro</i> | 161,5 | 28 | 5,766 | | |
| <i>Total</i> | 305,0 | 34 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Observando a Tabela 2, pode-se ver que o valor de P é < que 0,05, então existe uma diferença na resistência de compressão axial entre os grupos comparados da pasta geopolimérica (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5% em massa de fibras (MF-0,5) (MFT-0,5), 1% em massa (MF-1) (MFT-1) e 2% em massa (MF-2) (MFT-2). Dado o resultado significativo da ANOVA, foi conduzido um teste post hoc de Tukey para identificar quais grupos apresentam diferenças entre si. A Tabela 18 apresenta os agrupamentos usando o método de Tukey com 95% de confiança.

Tabela 18 - Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança.

| Formulações | Nº de amostras | Média | Agrupamento |
|------------------|----------------|--------|-------------|
| <i>MFT – 2</i> | 5 | 17,22 | A |
| <i>MFT – 1</i> | 5 | 16,398 | A |
| <i>MF – 2</i> | 5 | 15,41 | A |
| <i>MFT – 0,5</i> | 5 | 15,05 | AB |
| <i>MF - 0,5</i> | 5 | 13,962 | AB |
| <i>MF – 1</i> | 5 | 13,86 | AB |
| <i>M1</i> | 5 | 10,498 | B |

Fonte: Produção da própria autora.

Os resultados de compressão axial mostraram que a formulação do compósito geopolimérico (MFT – 2) (MFT – 1) e (MF – 2) apresentou diferença significativa quando comparado com a pasta geopolimérica (M1).

Por outro lado, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os compósitos geopoliméricos com 0,5% em massa de fibras (MF - 0,5) (MFT-0,5), 1% em massa (MF-1). Com os resultados estáticos pode-se confirmar que a formulação com 2% em massa de fibras tratadas seria a ideal para a resistência a compressão.

5.4.2 Módulo de elasticidade dinâmico

A Tabela 19, apresenta os resultados de módulo de elasticidade pelo método de ressonância de barras. Observa-se que para todas as composições houve um aumento sutil de 7 para 28 dias. Segundo a literatura, geopolímeros apresentam módulo de elasticidade varia entre 10 GPa a 30 GPa, o que pode ser influência da resultante entre a composição do metacaulim, molaridade da solução alcalina e o tempo de cura do material geopolimérico.^{165,167,168}

Tabela 19 - Valores médios e os respectivos desvios padrão do módulo de elasticidade (GPa) da pasta geopolimérica e dos compósitos geopoliméricos das fibras não tratadas.

| Formulação | Sem fibra (M1) | 0,5 % (MF-0,5) | 1% (MF-1) | 2% (MF-2) |
|-------------------|-----------------------|-----------------------|------------------|------------------|
| 7 dias | 29,53 ± 0,89 | 19,73 ± 0,75 | 19,2 ± 0,48 | 21,12 ± 0,09 |
| 14 dias | 27,07 ± 0,62 | 20,74 ± 0,91 | 20,48 ± 0,49 | 20,02 ± 0,42 |
| 28 dias | 29,65 ± 0,67 | 21,95 ± 0,88 | 20,91 ± 0,55 | 21,34 ± 0,80 |

Fonte: Produção da própria autora.

Comparando os resultados de módulo de elasticidade da pasta M1 (sem fibra) com os compósitos MF-0,5 (adição de 0,5% em massa de fibra), MF-1 (adição de 1% em massa de fibra) e MF-2 (adição de 2% em massa de fibra), observa-se que a adição de fibras ocasionou uma diminuição de 35,07% na adição de 0,5% em massa de fibra; diminuição de 41,78% para a adição de 1% em massa de fibra; e diminuição de 38,94% na adição de 2% em massa de fibra. Esse fenômeno pode ter ocorrido devido a presença das fibras, que atuam como barreira na passagem da vibração gerada pelo transdutor piezoelétrico no equipamento de medida do módulo de

elasticidade, isto é, as fibras são como defeitos na pasta geopolimérica. O tratamento das fibras não influenciou nos resultados de módulo de elasticidade, conforme mostra a Tabela 20, que apresenta os resultados para os compósitos geopoliméricos com fibras tratadas em adições de 0,5% em massa de fibra (MFT-0,5); 1% em massa de fibra (MFT-1) e 2% em massa de fibra (MFT-2).

Tabela 20 - Valores médios e os respectivos desvios padrão do módulo de elasticidade (GPa) do compósito geopolimérico com fibras tratadas.

| Formulação | 0,5 % (MFT-0,5) | 1% (MFT-1) | 2% (MFT-2) |
|------------|--------------------|-----------------|-----------------|
| 28 dias | 21,91 ± 1,23 | 21,74 ± 0,53 | 21,71 ± 0,63 |

Fonte: Produção da própria autora.

Após os resultados obtidos para módulo de elasticidade também se aplica a ferramenta de estatística ANOVA. A Tabela 21, apresenta o resumo dos resultados obtidos de módulo de elasticidade, comparando as pastas (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5 (MF-0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2).

Tabela 21 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de módulo de elasticidade.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor - P |
|--------------------|--------------------|-------------------|----------------|---------|-----------|
| <i>Formulações</i> | 282,16 | 6 | 47,0273 | 74,84 | 0,000 |
| <i>Erro</i> | 17,59 | 28 | 0,6282 | | |
| <i>Total</i> | 299,76 | 34 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Observando a Tabela 21, pode-se verificar que o valor de P é < que 0,05, então a uma diferença entre os grupos comparados da pasta geopolimérica (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5 (MF- 0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2). Dado o resultado significativo da ANOVA, foi conduzido um teste post hoc de Tukey para identificar quais grupos apresentam diferenças entre si. A Tabela 22 apresenta os agrupamentos usando o método de Tukey com 95% de confiança para os resultados de módulo de elasticidade.

Os resultados mostraram que a formulação da pasta geopolimérica (M1) apresentou diferença significativa de módulo de elasticidade dinâmico quando comparado com os compósitos.

Por outro lado, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas de módulo de elasticidade dinâmico entre os compósitos geopoliméricos com as fibras sem tratamento, e as fibras tratadas 0,5 (MF-0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2).

Tabela 22 - Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança para o módulo de elasticidade dinâmico.

| Formulações | Nº de amostras | Média | Agrupamento |
|--------------------|-----------------------|--------------|--------------------|
| <i>M1</i> | 5 | 29,654 | A |
| <i>MF - 0,5</i> | 5 | 21,958 | B |
| <i>MFT - 0,5</i> | 5 | 21,910 | B |
| <i>MFT - 1</i> | 5 | 21,740 | B |
| <i>MFT - 2</i> | 5 | 21,710 | B |
| <i>MF - 2</i> | 5 | 21,344 | B |
| <i>MF - 1</i> | 5 | 20,918 | B |

Fonte: Produção da própria autora.

5.4.3 Módulo de ruptura

Após determinação do módulo de elasticidade, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de flexão em 3 pontos, de acordo com os critérios estabelecidos na norma ASTM: C133-94¹⁴⁴. No total, foram testados cinco corpos de prova para cada condição, sem fibra, com 0,5%, 1% e 2% em massa de fibra de sisal.

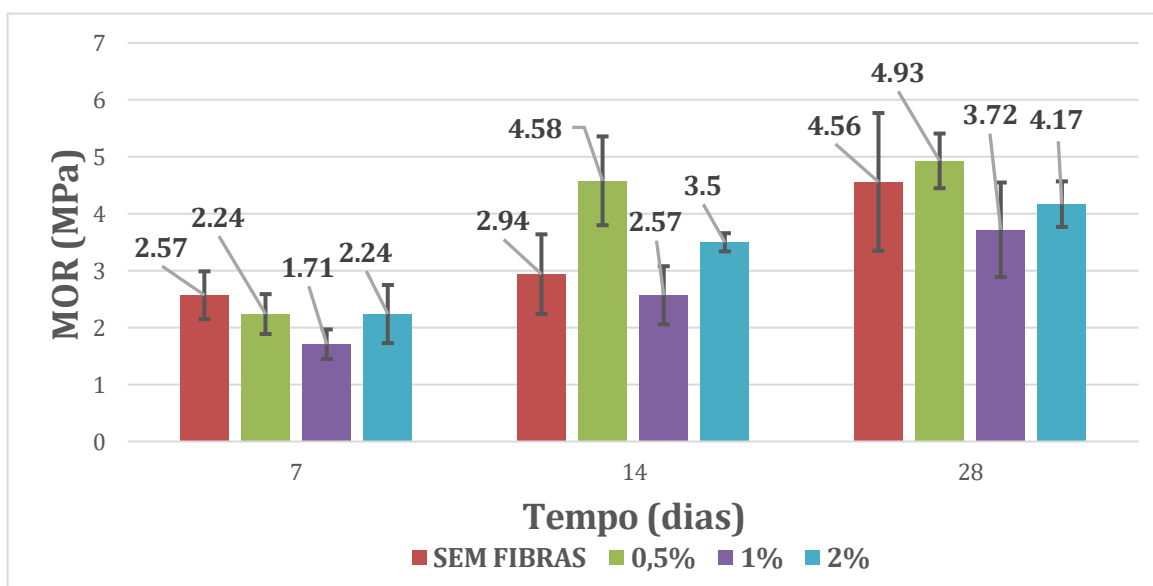
A Figura 38, apresenta a média com o respectivo desvio padrão do módulo de ruptura da pasta e dos compósitos geopoliméricos com 7, 14 e 28 dias. Para todas as composições observa-se que houve um ganho na resistência a flexão com o tempo de cura.

A Figura 39 apresenta as micrografias da superfície de fratura da pasta geopolimérica (M1). É possível observar uma microestrutura homogênea, com a presença de poros arredondados (Figura 39a). A Figura 39b mostra a passagem da

trinca propagada durante o ensaio de flexão em 3 pontos. Na Figura 39c observa-se uma microestrutura complexa, mas com várias trincas. Não foi possível observar folhas tetraédricas e octaédricas do metacaulim, devido à desidroxilação, como comentado na literatura.⁸⁵

Observa-se também na Figura 38 que com 28 dias de cura, a composição com adição de 0,5% em massa de fibra houve um aumento de resistência de 8,11% comparado com a pasta geopolimérica, a Figura 40 apresenta as micrografias com indicações de fibras rompidas e alguns poros na superfície de fratura do compósito geopolimérico com 0,5% em massa de fibra (MF-0,5). Na Figura 40a observa-se uma superfície porosa, mas com fibra aderida na matriz. A Figura 40b também mostra as fibras rompidas durante o ensaio de flexão.

Figura 38 - Gráfico com os valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a flexão da pasta e dos compósitos geopoliméricos.

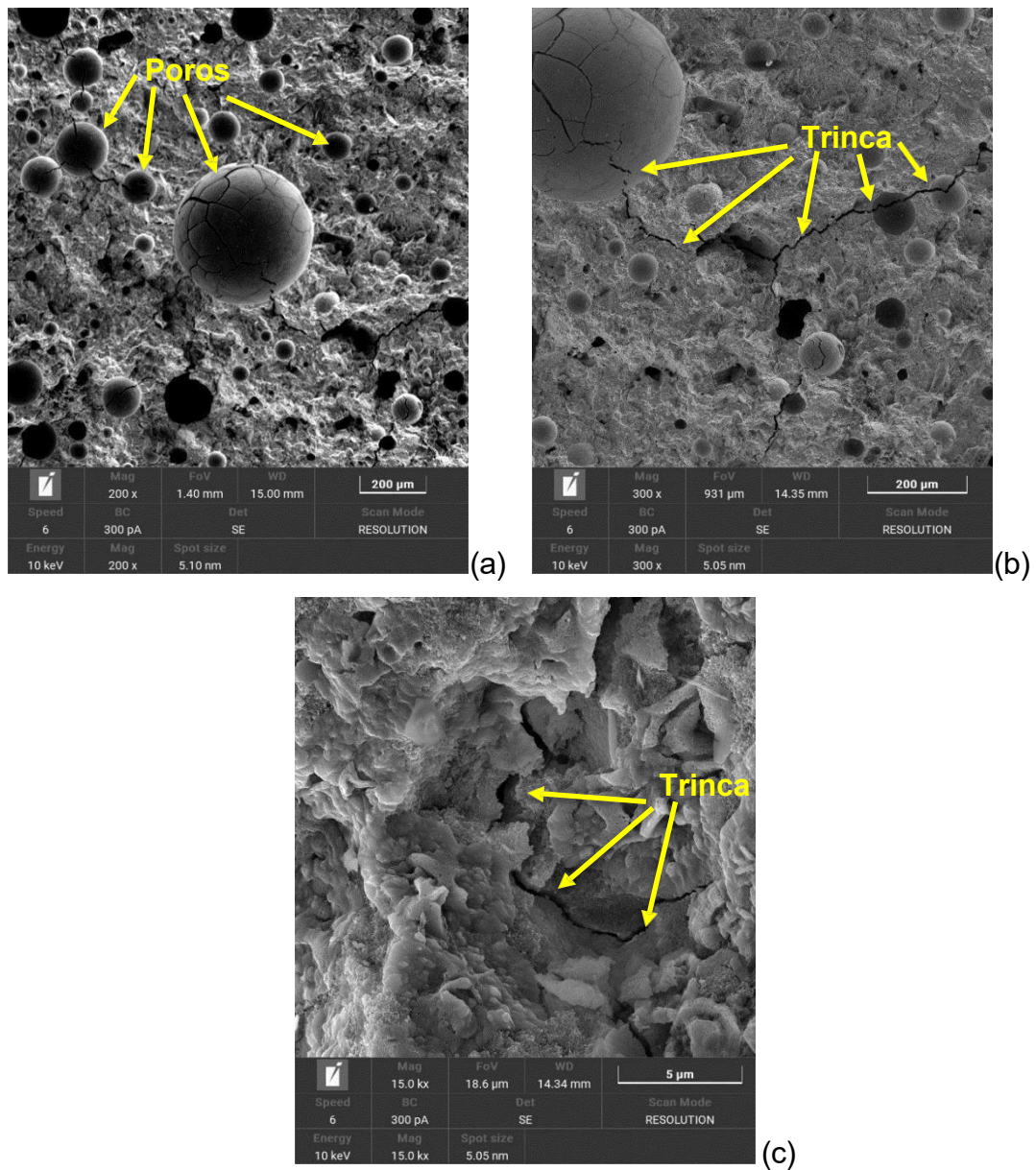


Fonte: Produção da própria autora

Também pode-se observar na Figura 38 uma diminuição de 18,42% quando comparado a pasta com compósito com 1% em massa de fibra, a Figura 41 apresenta as micrografias que indicam um certo grau de porosidade e fibras arrancadas da superfície de fratura do compósito geopolimérico com 1% em massa de fibra de sisal (MF-1). Na Figura 41a destaca-se uma superfície com rastros deixados pelo arrancamento das fibras durante o ensaio de flexão em 3 pontos. A Figura 41b mostra

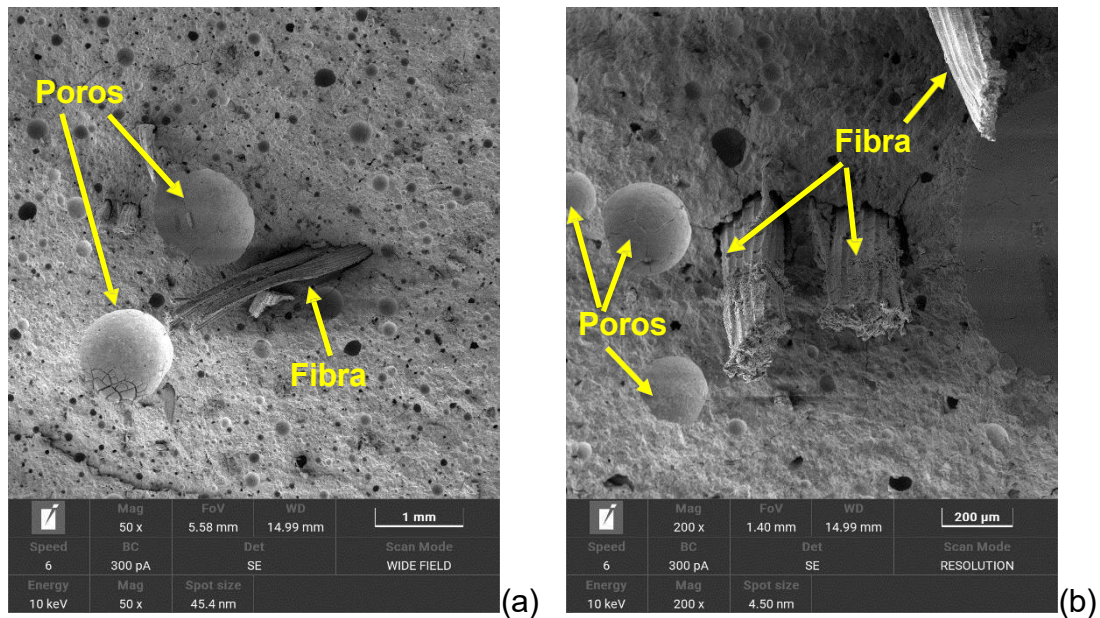
a ampliação da região destacada na Figura 41(a), em que se pode observar rastros de arrancamento de fibras, como mecanismo de tenacificação.

Figura 39 - Micrografias mostrando a distribuição da porosidade e de trincas da superfície de fratura da pasta geopolimérica.



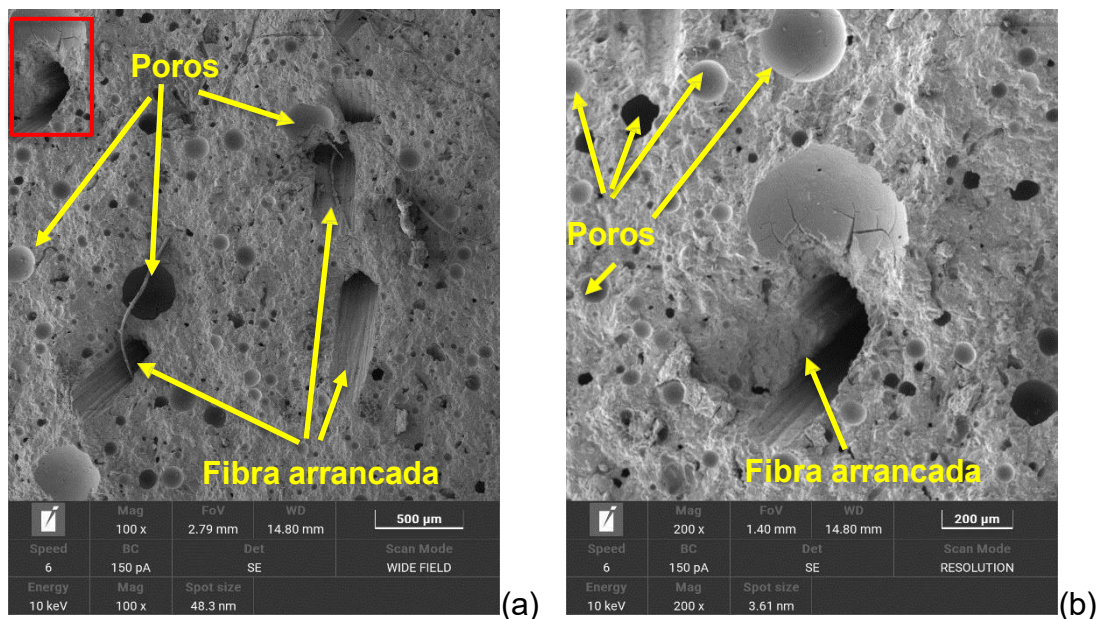
Fonte: Produção da própria autora

Figura 40 - Micrografias indicando a presença poros, fibras rompidas da superfície do compósito geopolimérico com adição de 0,5% em massa de fibra.



Fonte: Produção da própria autora

Figura 41 - (a) Micrografia mostrando a porosidade e com indicações de fibras arrancadas da superfície de fratura do compósito geopolimérico com 1% em massa de fibra de sisal e (b) o detalhe do rastro de uma fibra arrancada.

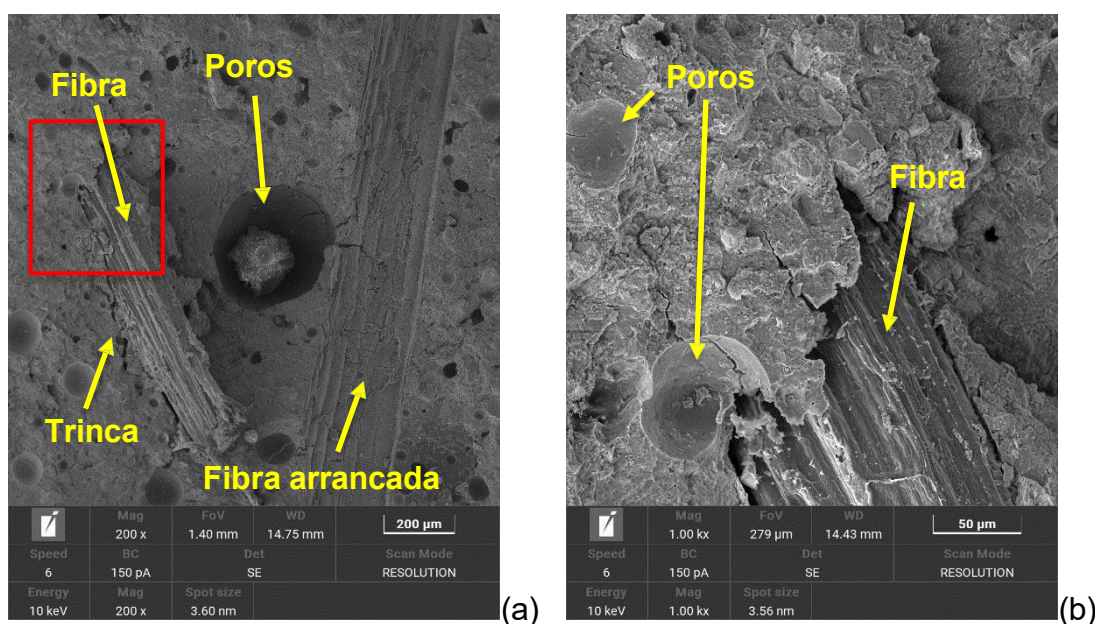


Fonte: Produção da própria autora.

E também pode-se observar que houve uma diminuição de 8,5% quando comparado a pasta com o compósito com 2% em massa de fibra, essa diminuição

pode ter ocorrido por conta da superfície fratura porosa com a presença de fibras e de rastros deixados pelo arrancamento delas durante o ensaio de flexão em 3 pontos, como pode-se analisar na Figura 42a. Observa-se também que a trinca se propagou na interface fibra-matriz. A Figura 42b mostra a ampliação da região destacada na Figura 42a.

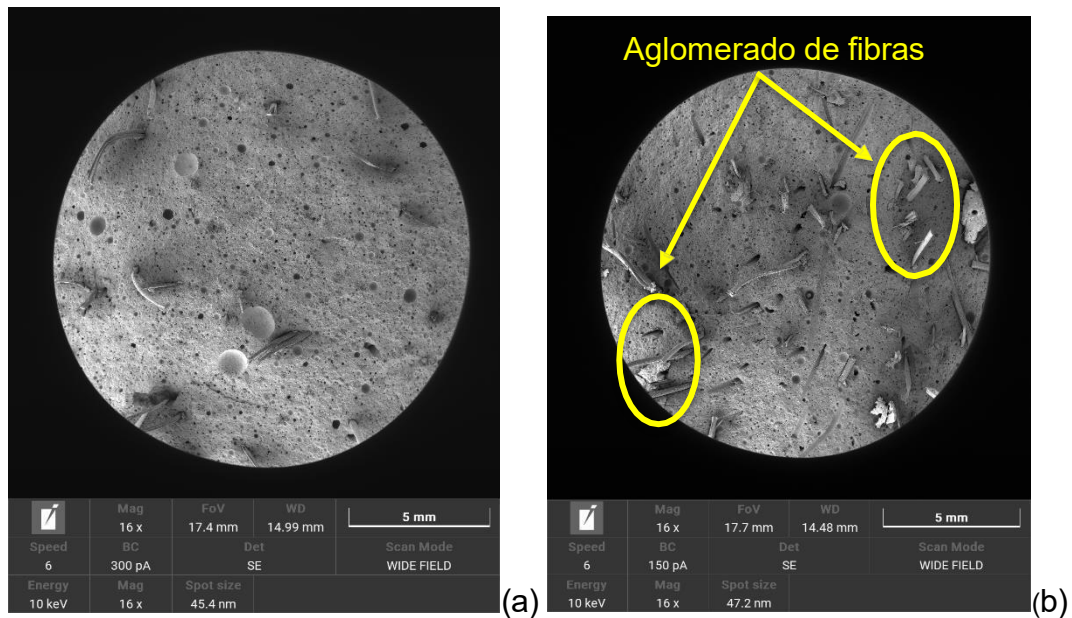
Figura 42 - Micrografias ilustrando a porosidade e detalhes de fibras arrancadas da superfície de fratura do compósito geopolimérico com 2% em massa de fibra de sisal.



Fonte: Produção da própria autora.

Isto pode ter ocorrido por conta da quantidade de 0,5% em massa de fibra pode ser considerada como um reforço estrutural. Para os compósitos com 1% e 2% em massa de fibras a quantidade pode ter interferido negativamente na resistência a flexão. De acordo com Dhakal et al.¹⁶⁹, a orientação randômica das fibras e o alto teor podem ter contribuído para dificultar a dispersão delas e também o empacotamento do material particulado da matriz e com isso pode resultar em áreas ricas em matriz, contribuindo para formação de rastros e imperfeições diminuindo a resistência. Além disso, existiu uma alta probabilidade de algumas regiões ter aglomeração de fibras durante a moldagem, como pode-se observar na Figura 43. Com isso, a interface e a adesão foram comprometidas entre fibras, com geometria irregular, e a matriz geopolimérica.

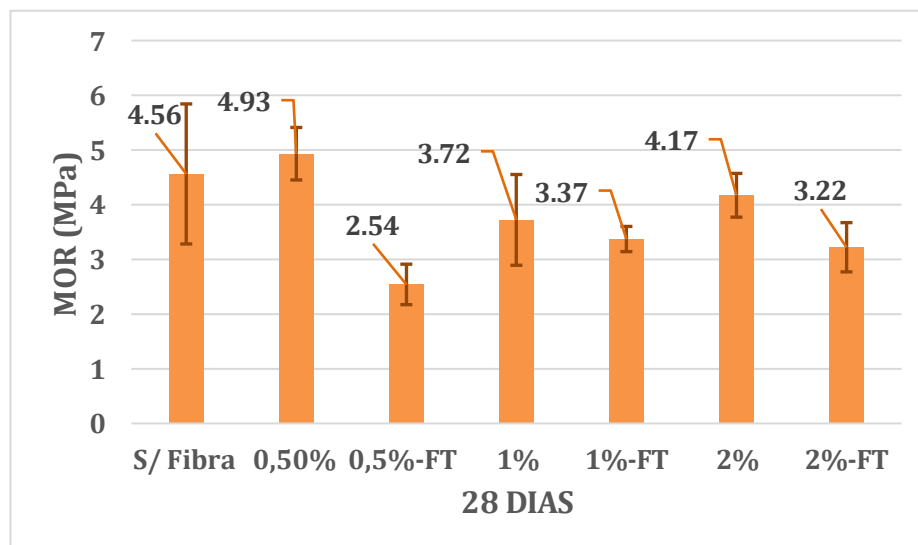
Figura 43 - Micrografias ilustrando exemplos de aglomerados de fibras em compósitos: (a) com 0,5% em massa; (b) com 2% em massa.



Fonte: Produção da própria autora.

A Figura 44, apresenta os valores de resistência a flexão da pasta (M-1), e dos compósitos sem tratamento das fibras (MF-0,5; MF-1; MF-2) e dos compósitos com o tratamento das fibras (MFT-0,5; MFT-1; MFT-2).

Figura 44 - Gráfico com os valores médios e os respectivos desvios padrão da resistência a flexão da pasta e dos compósitos geopoliméricos com fibras tratadas e não tratadas.



Fonte: Produção da própria autora.

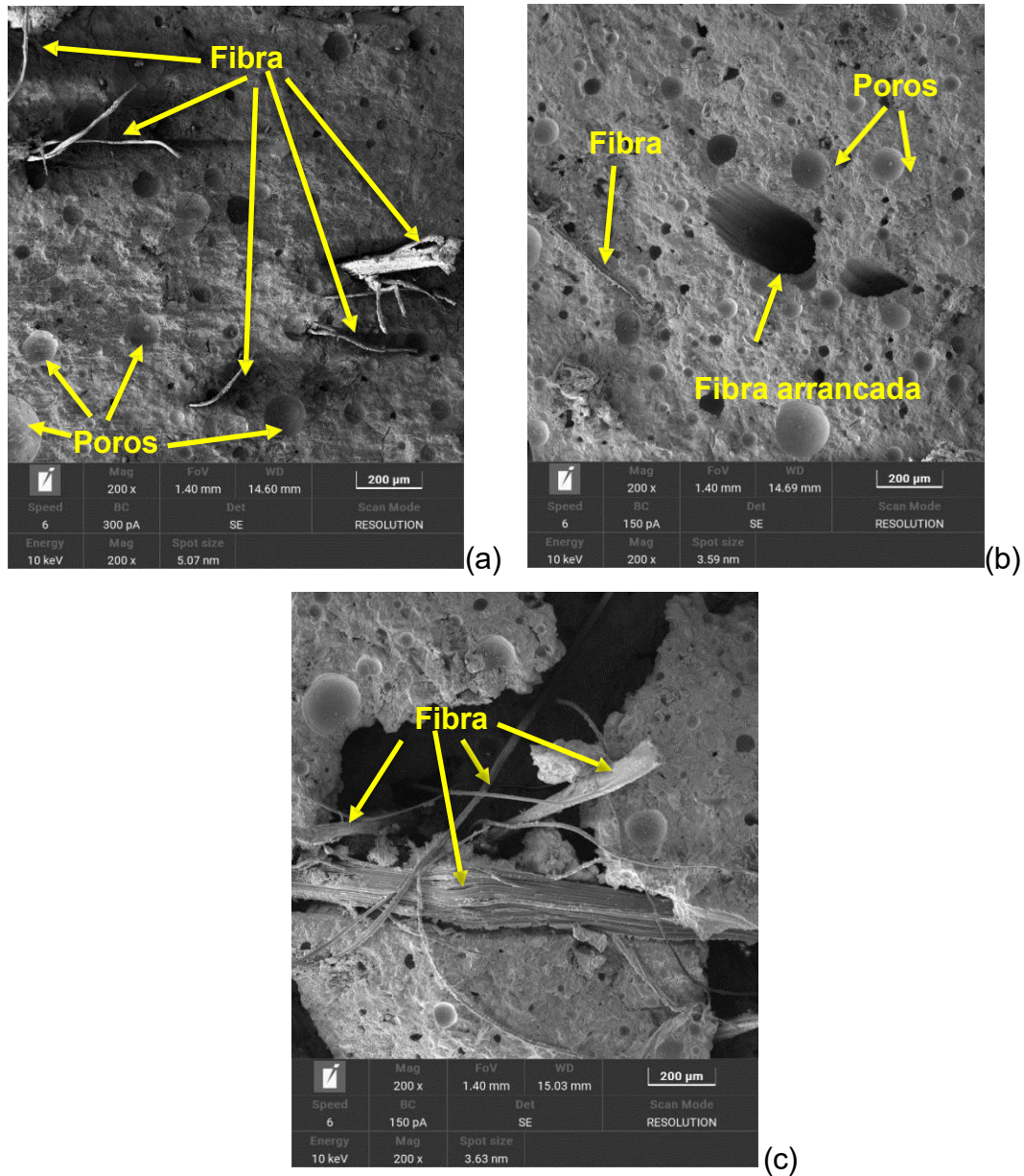
Observa-se no gráfico da Figura 44 que o tratamento alcalino nas fibras interferiu negativamente no desempenho mecânico dos compósitos. Para composição com 0,5% em massa de fibra de adição, o tratamento das fibras ocasionou uma diminuição de 94,09% do módulo de ruptura (MOR); no entanto, a composição com 1% em massa de fibra a diminuição do MOR foi de 10,38%; e para a composição com 2% em massa de fibra de adição, a diminuição do MOR foi de 29,50%. Isso pode ter ocorrido em função da degradação das fibras, causado pelo tratamento alcalino e, conseqüentemente, uma fraca adesão fibras-matriz.

A Figura 45 apresenta as micrografias dos compósitos geopoliméricos com 0,5; 1 e 2% em massa de fibra tratada (MFT-0,5; MFT-1; MFT-2). Na Figura 45a, compósito com 0,5% em massa de fibras tratada (MFT-0,5), observa-se uma superfície de fratura porosa com a presença de fibras com microfibrilas. A Figura 45b, com 1% em massa de fibra tratada (MFT-1), mostra uma superfície porosa, com rastros deixados pelos feixes de fibras e algumas microfibrilas. Na Figura 45c, com 2% em massa de fibra tratada, observa-se uma superfície fratura porosa com várias microfibrilas.

Sendo assim, a análise das imagens obtidas em MEV permitiu avaliar a microestrutura dos compósitos geopoliméricos reforçados com fibras de sisal, correlacionando suas propriedades mecânicas com a interface fibra-matriz. Pelas imagens foi possível observar a microestrutura por meio das superfícies de fratura e inferir sobre o comportamento mecânico dos compósitos. Nota-se que a adição de fibras apresentou uma significativa interferência tanto na resistência à flexão como na resistência à compressão, em comparação com a pasta geopolimérica sem fibras.

Pode-se dizer que a análise por MEV contribuiu qualitativamente para avaliar os resultados dos ensaios mecânicos tanto de compressão como de flexão à três pontos, evidenciando microestruturas porosas e a interação das fibras com a matriz. As micrografias demonstraram a presença de poros arredondados na superfície de fratura da pasta geopolimérica (M1) e indicações de propagação de trincas durante os ensaios mecânicos. Para os compósitos, foi possível observar fibras rompidas, rastros deixados pelo arrancamento das fibras e a complexidade da adesão interfacial entre fibra e matriz geopolimérica, especialmente nas amostras com 2% em massa de fibra tratada. Desse modo, pode-se deduzir que parte dos mecanismos de tenacificação, ilustrado na Figura 11, foi gerado pelas fibras de sisal na matriz geopolimérica que por sua vez contribuiu para aumentar a resistência mecânica dos compósitos.

Figura 45 - Micrografias mostrando a porosidade e com indicações de fibras arrancadas da superfície de fratura dos compósitos geopoliméricos com (a) 0,5% em massa; (b) 1% em massa e (c) 2% em massa de fibra de sisal.



Fonte: Produção da própria autora.

Com os resultados de módulo de ruptura (MOR) foi aplicada a metodologia estatística ANOVA. A Tabela 23 apresenta o resumo dos resultados comparando a pasta (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5% em massa de fibra (MF-0,5) (MFT-0,5), 1% em massa de fibra (MF-1) (MFT-1) e 2% em massa de fibra (MF-2) (MFT-2).

Tabela 23 - Análise de variância (ANOVA) dos resultados de MOR.

| Fonte de variação | Soma dos quadrados | Grau de liberdade | Quadrado médio | Valor F | Valor -P |
|--------------------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------|-----------------|
| <i>Formulações</i> | 18,06 | 6 | 3,0101 | 6,60 | 0,000 |
| <i>Erro</i> | 12,78 | 28 | 0,4564 | | |
| <i>Total</i> | 30,84 | 34 | | | |

Fonte: Produção da própria autora.

Na Tabela 21 pode-se observar que o valor de P é $< 0,05$, então a uma diferença entre os grupos comparados da pasta geopolimérica (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5 (MF- 0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2). Dado o resultado significativo da ANOVA, foi conduzido um teste post hoc de Tukey para identificar quais grupos apresentam diferenças entre si. A Tabela 24 apresenta os agrupamentos usando o método de Tukey com 95% de confiança para os resultados de MOR.

Tabela 24 - Informações de agrupamento usando o método de Tukey e 95% de confiança para MOR.

| Formulações | Nº de amostras | Média | Agrupamento |
|--------------------|-----------------------|--------------|--------------------|
| <i>MF - 0,5</i> | 5 | 4,882 | A |
| <i>M1</i> | 5 | 4,222 | AB |
| <i>MF - 2</i> | 5 | 4,188 | AB |
| <i>MF - 1</i> | 5 | 3,698 | ABC |
| <i>MFT - 2</i> | 5 | 3,400 | BC |
| <i>MFT - 1</i> | 5 | 3,340 | BC |
| <i>MFT - 0,5</i> | 5 | 2,476 | C |

Fonte: Produção da própria autora.

Os resultados mostraram que a formulação do compósito geopolimérica (MF - 0,5) apresentou diferença significativa do módulo de ruptura quando comparado com os compósitos (MFT - 0,5).

Por outro lado, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas do módulo de ruptura entre a pasta geopolimérica (M1) e os compósitos

geopoliméricos com 1% (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2). Com a análise de variância pode-se constatar que os resultados mesmo estando bem próximos eles têm uma diferença e o tratamento alcalino acabou prejudicando os resultados, por conta da degradação das fibras.

5.5 IMPRESSÃO 3D DA PASTA

A impressão 3D da pasta geopolimérica foi realizado parcialmente pelo nosso grupo de trabalho, a partir de um estudo do comportamento reológico de várias formulações. Para determinar a composição com melhor comportamento reológico foi utilizado o método do reômetro extrusor baseando-se no formalismo de Benbow ¹⁶⁸. Além disso, foi utilizado o método de planejamento experimental denominado de método de Taguchi com uma matriz L8, com 8 experimentos com quatro variáveis com dois níveis cada, as variáveis dos experimentos que foram levadas em consideração foram: Molaridade; Razão molar sílica/alumina; Razão mássica silicato de sódio/ hidróxido de sódio; Tempo. Desses oito experimentos testados quatro foram descartados pois não obtiveram a reologia necessária para impressão 3D.¹⁶⁸ E dos quatro experimentos possíveis só com uma composição foi possível obter o produto impresso final, utilizando a solução de 7,46 M. Antes de chegar na solução de 7,46 M, outro lote de metacaulim está sendo usado quando foi testado outras formulações, mas com os testes de impressão o reservatório pneumático, fabricado com liga de alumínio acabou sendo afetado por conta da alcalinidade, a parede interna do cilindro se tornou mais rugosa, e assim ocorreu o travamento do embolo, o que impossibilitou a extrusão da pasta, segundo a literatura isso já era esperado.¹⁷⁰

Para continuar com os ensaios, foi necessário trocar o material do reservatório pneumático, dimensionado conforme a norma da ISO 6431. Originalmente o cilindro foi confeccionado de liga de alumínio, mas o cilindro foi confeccionado em aço inoxidável AISI 304, e o embolo com a tampa de saída em aço SAE 1020, para se evitar um ataque químico promovido pela solução alcalina da composição geopolimérica.

Com o cilindro pneumático de aço de inoxidável foram iniciados os testes de impressão com dois diferentes lotes de metacaulim. Vale ressaltar que a continuidade do trabalho foi realizada com o segundo lote de metacaulim. Então preparou-se uma nova formulação com a molaridade de 7,45 M, o geopolímero preparado com essa

nova molaridade, se apresentou bastante consistente e moldável, mas ao ser inserido no reservatório da impressora, a massa não apresentou um comportamento reológico favorável, ou seja, apresentou dificuldade de escoamento na mangueira, mesmo aplicando uma pressão de 10 bar. Com isso, decidiu-se reduzir a molaridade para 7,4 M, mesmo essa formulação se mostrando moldável, ela fluiu pela mangueira com bastante dificuldade e ao ser extrudada e houve um problema de sustentação das próprias camadas, levando a deformação do corpo de prova durante a impressão 3D.

Com a dificuldade para escoamento das formulações anteriores, foi adotado o valor de molaridade de 7,45 M, mas se aumentou a quantidade de plastificante HPMC para 3% em massa, seguindo o exemplo adotado pelo CUI et, al.¹⁷¹ que também utilizou aditivo químico para ajustar o fluxo do material. Mesmo alterando a solução alcalina e a porcentagem do HPMC, ocorreu um problema no escoamento do reservatório, passando pela mangueira até o cabeçote de extrusão da impressora 3D, demorando 12 min para percorrer, com aplicação de pressão de 10 bar. Mesmo com toda essa dificuldade foi possível imprimir dezessete camadas, mesmo com uma reologia inapropriada.

Então optou-se para aumentar levemente a molaridade para 7,46 M. Com mais uma redução na quantidade de água, decidiu-se aumentar a porcentagem de surfactante para 2% em massa, a fim de garantir um melhor aproveitamento da quantidade reduzida de água. Também se optou por trocar a geometria do engate da mangueira que saia do reservatório para um engate com uma saída reta, pois o anterior a saída apresentava um ângulo de 90°, o que acabava dificultado a fluxo do material para a extrusora da impressora. Após todas essas alterações, e ainda sob a pressão de 10 bar, foi possível imprimir um corpo de prova, conforme apresentado na Figura 46. Desta vez, a impressão 3D ocorreu sem qualquer problema e a impressão foi realizada até o fim.

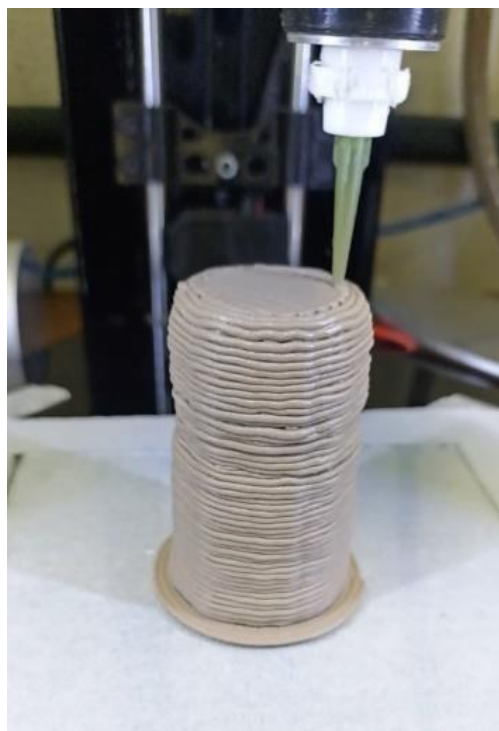
Além disso, o sistema de ar comprimido do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia e Ciências da UNESP foi substituído e configurado para operar com pressão máxima de 8 bar. No entanto, a formulação desenvolvida para a impressão 3D requer uma pressão de 10 bar. Diante disso, pretende-se adaptar o sistema de impressão 3D para compatibilizá-lo com o novo fornecimento de ar comprimido.

Entretanto, devido ao período significativo gasto para resolver as questões técnicas mencionadas acima relacionadas com o comportamento reológico das

formulações, problemas nos componentes da impressora 3D e reforma do sistema de ar comprimido, não foi possível dar continuidade no trabalho de impressão 3D, mesmo que o objetivo inicial era comparar os corpos de prova moldados com os corpos de prova impresso em 3D, com e sem fibras tratadas e não tratadas.

Vale ressaltar que foi despendido um tempo considerável nas formulações para se adequar a melhor reologia de impressão, e que mesmo não sendo possível dar continuidade ao trabalho de impressão, essa pesquisa trará subsídios para o próximo os futuros trabalhos envolvendo impressão 3D de geopolímeros.

Figura 46 - Ilustração de um corpo de prova impresso em impressora 3D, de pasta geopolimérica, sem fibras.



Fonte: Produção da própria autora.

6 CONCLUSÕES

De acordo os principais resultados discutidos, pode-se concluir que:

- As fibras de sisal apresentaram uma absorção de água, após sua saturação total imersa em água, de 120,8% e o resultado de massa específica de 1,01 g/cm³.
- As fibras de sisal apresentaram valor de módulo de elasticidade de 4,82 GPa ± 3,04 GPa. Quanto à resistência à tração, o valor obtido foi de 177,89 MPa ± 134,37 MPa.
- Quanto as propriedades físicas, verificou-se que a massa específica aparente dos geopolímeros os valores ficaram entre 1,8 g/cm³ e 2,2 g/cm³. Os valores de porosidade encontrados foram entre 3,27% e 4,34%. A absorção de água da pasta e dos compósitos de geopolímeros está entre 1,71% e 2,29%.
- Existe uma diferença significativa de compressão axial entre os grupos comparados da pasta geopolimérica (M1) com os compósitos geopoliméricos com 0,5% em massa de fibras (MF-0,5) (MFT-0,5), 1% em massa (MF-1) (MFT-1) e 2% em massa (MF-2) (MFT-2).
- Com relação ao tempo de cura, de 7 para 28 dias, observa-se que pasta geopolimérica (M1) aumentou cerca de 69% a resistência à compressão; no entanto, os compósitos com 0,5% em massa de fibra (MF-0,5) apresentaram um aumento de 58,8%; com relação aos compósitos com 1% em massa de fibra (MF-1) foi observado um aumento de 43,40%, e, finalmente, os compósitos com 2% em massa de fibra (MF-2) a resistência à compressão teve um aumento de 120,56%.
- Os resultados de módulo de elasticidade dinâmico mostraram que a formulação da pasta geopolimérica (M1) apresentou diferença significativa quando comparado com os compósitos.
- Por outro lado, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas de módulo de elasticidade dinâmico entre os compósitos geopoliméricos com as fibras sem tratamento, e as fibras tratadas 0,5 (MF-0,5) (MFT-0,5), 1 (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2).

- Os resultados do módulo de ruptura mostraram que a formulação do compósito geopolimérica (MF – 0,5) apresentou diferença significativa quando comparado com os compósitos (MFT – 0,5).
- Por outro lado, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas do módulo de ruptura entre a pasta geopolimérica (M1) e os compósitos geopoliméricos com 1% (MF-1) (MFT-1) e 2% (MF-2) (MFT-2).
- A impressão 3D foi viável apenas para a formulação sem fibras, revelando desafios para melhorar o comportamento reológico das misturas e a aderência entre camadas depositadas.

REFERÊNCIAS

- [1] ORGANIZAÇÃO DAS NAÇÕES UNIDAS. **Objetivos de Desenvolvimento Sustentável**. Nações Unidas Brasil, Brasília, [2025]. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/sdgs>. Acesso em: 12 maio 2025.
- [2] SINGH, N.B.; SAXENA, S.K.; KUMAR, M.; RAI, S. Geopolymer cement: synthesis, characterization, properties and applications. **Materials Today: Proceedings**, Amsterdam, v. 15, p.364–370, 2019.
- [3] SHI, H.; ZANG, Q.; ANG, Y.; QIAN, H.; ZONG, Z.; CAI, J.; LI, M.; LIN, Y. Comparative study on dynamic compressive properties and sustainability assessment of one-part fiber-reinforced geopolymer composites. **Case Studies in Construction Materials**, Amsterdam, v. 22, e.04503, 2025.
- [4] SINGH, N.B.; SINGH, V. D.; RAI, S. Hydration of bagasse ash-blended Portland cement. **Cement and Concrete Research**, Kidlington, v. 30, n. 9, p. 1485–8, 2000.
- [5] BUCHWALD, A; ZELLMANN, H.D; KAPS, C. Condensation of aluminosilicate gels: model system for geopolymer binders. **Journal of non-crystalline solids**, Amsterdam, v. 357, n. 5, p. 1376-1382, 2011.
- [6] BORGES, P.H.R.; LOURENÇO, T.M.F.; FOUREAUX, A.F.S.; PACHECO, L.S. Estudo comparativo da análise de ciclo de vida de concretos geopoliméricos e de concretos à base de cimento Portland composto (CP II). **Ambiente construído**, Porto Alegre, v.14, n.2, Apr. /June 2014.
- [7] METWALLY, G.A.M.; ELEMAM, W.E; MAHDY, M.; GHANNAM, M. A comprehensive review of metakaolin-based ultra-high-performance geopolymer concrete enhanced with waste material additives. **Journal of Building Engineering**, Amsterdam, v. 103, p. 112019, June 2025.
- [8] CALLISTER JR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
- [9] WONGSA, A.; KUNTHAWATWONG, R.; NAENUDON, S.; SATA, V.; CHINDAPRASIRT, P. Natural fiber reinforced high calcium fly ash geopolymer mortar. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.241, p. 118143, 2020.
- [10] SILVA,G.; KIM,S.; BERTOLOTTI, B.; NAKAMATSU, J.; AGUILAR, R. Optimization of a reinforced geopolymer composite using natural fibers and construction wastes. **Construction and Building Materials**, Guildford, v.258, p. 119697, 2020.
- [11] ALVES, L.C.S.; FERREIRA, R.A.R.; MACHADO, L.B.; MOTTA, L.A.C. Optimization of metakaolin-based geopolymer reinforced with sisal fibers using response surface methodology. **Industrial Crops and Products**, Amsterdam, v.139, p. 111551, 2019.
- [12] KORNIEJENKO, K.; FRACZEK, E.; PYTLAK, E.; ADAMSKI, M. Mechanical

properties of geopolymer composites reinforced with natural fibers. **Procedia Engineering**, Amsterdam, v,151, p. 388-393, 2016.

[13] SANTOS, G. Z.; OLIVEIRA, D.P.; MELO FILHO, J. A.; SILVA, N. M. Sustainable geopolymer composite reinforced with sisal fiber: Durability to wetting and drying cycles. **Journal of Building Engineering**, Amsterdam, v.43, p. 102568, 2021.

[14] PANDA, B.; UNLUERB, C; TANA, M.J. Investigation of the rheology and strength of geopolymer mixtures for extrusion-based 3D printing. **Cement and Concrete Composites**, Amsterdam, v. 94. p.307-314, 2018.

[15] FLORÊNCIO, E. Q. Concreto para uso em impressora 3d e sua utilização na construção de edificações: um estudo prospectivo. **Cadernos de Prospecção**, Salvador, v. 10, n. 3, p.578-589, 2017.

[16] ARCHITECTURE 2030. **Carbon Smart Materials Palette**, [s.d.]. Disponível em: <https://materialspalette.org/concrete/>. Acesso em: 08 ago. 2022.

[17] POBŁOCKI, K.; PAWLAK, M.; DRZEZDŹONA, J.; GAWDZIK, B.; JACEWICZ, D. Review: Clean production of geopolymers as an opportunity for sustainable development of the construction industry. **Science of the Total Environment**, Amsterdam, v. 928, 2024.

[18] BERNAL, S. A.; RODRÍGUEZ, E. D.; GUITIÉRREZ, R. M.; PROVIS, J. L. Mechanical and thermal characterisation of geopolymers based on silicate-activated metakaolin / slag blends. **Journal of Materials Science**, Amsterdam, v.46, n.16, p.5477-5486, 2011.

[20] DUXSON, P.; FERNANDEZ-JIMENEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G.C.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymer Technology: The current state of the art. **Journal Materials Science**, Amsterdam, v. 42, p.2917 - 2933, 2007.

[21] DAVIDOVITS, J. Properties of geopolymer cements. *In*: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ALKALINE CEMENTS AND CONCRETES, SCIENTIFIC RESEARCH INSTITUTE ON BINDERS AND MATERIALS, 1.,p.131-149, 1994, Kiev. **Proceedings**[...]. Ukraine: VIPOL Stock Company, 1994.

[22] SILVA, F.J.; OLIVEIRA, M.C.; MACHADO, M.V.S.; DUARTE, F.P.; THAUMATURGO, C. Cimentos geopoliméricos. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v. 7, n. 3, p. 1-12, 2002.

[23] AZEVEDO, A. G. S.; STRECKER, K.; LOMBARDI. C. T. Produção de geopolímeros à base de metacaulim e cerâmica vermelha. **Cerâmica**, São Paulo, v. 64, p. 388- 396, 2018.

[24] BUCHWALD, A.; DOMBROWSKI, K.; WEIL, M. Development of geopolymer concrete supported by system analytical tools. *In*: INTERNATIONAL SYMPOSIUM OF NON-TRADITIONAL CEMENT AND CONCRETE, 2., 2005, Brno. **Proceedings of the** [...]. Brno: Brno University of Technology, 2005.

[25] BRISTOW, C. S. Brahmaputra River: channel migration and deposition. **Special Publications of SEPM**, Washington, 1987.

[26] KLEIN, C., DUTROW, B. **Manual de ciências dos minerais**. 23. ed. Porto Alegre: ARTMED, 2012.

[27] PORTELA, G. **Compósito geopolimérico reforçado com tecido de juta**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Faculdade de Tecnologia, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2016.

[28] RIM, R. E. Concept of diagenesis in argillaceous sediments. **AAPG Bulletin**, Tulsa, v. 42, n. 2, p. 246–253, 1958.

[29] CHENG, H.; LIU, Q.; YANG, J.; MA, S.; FROST, R. L. The thermal behavior of kaolinite intercalation complexes: a review. **Thermochimica Acta**, Amsterdam, v. 545, p. 1–13, 2012.

[30] LUZ, A. B. D.; POSSA, M. V.; ALMEIDA, S. L. D. **Tratamento de minérios**. Rio de Janeiro: CETEM, 1998.

[31] SILVA, F. A. N. G. **Estudos de caracterização tecnológica e beneficiamento do caulim da região Borborema-Seridó (RN)**. 2007. Tese (Doutorado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

[32] XU, H.; DEVENTER, J. S. V. Geopolymerisation of multiple minerals. **Minerals Engineering**, Amsterdam, v. 15, n. 12, p. 1131–1139, 2002.

[33] BARBOSA, V. F.; MACKENZIE, K. J. Synthesis and thermal behaviour of potassium silicate geopolymers. **Materials Letters**, Amsterdam, v. 57, n. 9, p. 1477–1482, 2003.

[34] ANDINI, S.; CIOFFI, R.; COLANGELO, F.; GRIECO, T.; MONTAGNARO, F.; SANTORO, L. Coal fly ash as raw material for the manufacture of geopolymer-based products. **Waste management**, Amsterdam v. 28, n. 2, p. 416–423, 2008.

[35] PALOMO, A.; GRUTZECK, M.; BLANCO, M. Alkali-activated fly ashes: a cement for the future. **Cement and concrete research**, Amsterdam, v. 29, n. 8, p. 1323–1329, 1999.

[36] PINTO, A. T. **Introdução ao estudo dos geopolímeros**. Vila Real: UTAD Editora, 2006.

[37] XU, H.; DEVENTER, J. V. The geopolymerisation of alumino-silicate minerals. **International Journal of Mineral Processing**, Amsterdam, v. 59, n. 3, p. 247–266, 2000.

[38] FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Composition and microstructure of alkali activated fly ash binder: effect of the activator. **Cement and Concrete Research**, Amsterdam, v. 35, n. 10, p. 1984–1992, 2005.

[39] PACHECO-TORGAL, F.; CASTRO-GOMES, J.; JALALI, S. Alkali-activated binders: a review. Part. 2. about materials and binder's manufacture. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 22, n. 7, p. 1315–1322, 2008.

[40] RAJU, A.; RAMASWAMY, K.P.; SARASWATHY, B. A review on the effects of chemical admixtures on alkali activated concrete. **Materials today: Proceedings**, v.64, part 2, p.846-851,2022.

[41] KUBAČKOVÁ, J. **Polymeric stabilizers maintaining the saturation solubility of itraconazole nanocrystals after dissolution process**. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Farmácia) - Department Of Pharmaceutical Technology, Univerzita Karlova, Hradec Králové, 2016.

[42] GOMES, I.A. **Estudo do uso de HPMC OU HEMC como precursor na produção de álcool gel combustível**. Trabalho de conclusão de curso (Graduação em Engenharia química) Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2018.

[43] SAVAGE, A. B. **Encyclopedia of Polymer Science and Technology**. Nova York: Interscience, 1965.

[44] GCP Applied technologies. ADVA, [S.d]. Disponível em: <https://gcpat.com.br/pt-br/solutions/products/adva-high-range-water-reducers/adva>. Acesso em: 15 jun. 2024.

[45] GOMES, S.C.; OLIVEIRA, W.G.; MENDES, A.S.; TOCHTROP, H.; QUINTANILHA, L.C.; D'OLIVEIRA, M.C.E. Influência do aditivo hiperplastificante no concreto convencional. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DO CONCRETO, 58., 2016, Belo Horizonte. **Anais [...]**, Belo Horizonte: IBRACON, 2016. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/309683198>. Acesso em: 15 jul. 2022.

[46] MAURI, J.; DIAS, D.P.; CORDEIRO, G.C.; DIAS, A.A. Argamassa geopolimérica: estudo da degradação por sulfato de sódio e ácido sulfúrico. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro. v. 14, n.3, p. 1039 – 1046, 2009.

[47] KOMNITSAS, K.; ZAHARAKI, D. Geopolymerisation: a review and prospects for the minerals industry. **Minerals Engineering**, Amsterdam, v. 20, n. 14, p. 1261–1277, 2007.

[48] PROVIS, J. L. **Modelling the formation of geopolymers**. 2006. Tese (Doutorado de Filosofia em Engenharia) – University of Melbourne, Melbourne, 2006.

[49] SUN, W; ZHANG, Y; LIN, W; LIU Z. In situ monitoring of the hydration process of K-PS geopolymer cement with ESEM. **Cement and Concrete Research**, Amsterdam, v.34, p. 935-940, 2004.

[50] SOTELO-PIÑA, C.; AGUILERA-GONZALEZ, E. N.; MARTINEZ-LUEVANOS, A. Geopolymers: Past, present and future of low carbon footprint eco-materials. *In*: MARTINEZ, L. M. T.; KHARISSOWA, O. V.; KHARISOV, B. (eds.) **Handbook of Ecomaterials**. Cham: Springer, 2019. p. 2765–2785.

[51] DAVIDOVITS, J. Chemistry of geopolymeric systems, terminology. *In: GÉOPOLYMÈRE INTERNATIONAL CONFERENCE*, 2., 1999, Saint-Quentin. **Proceedings of [...]**. Paris: Geopolymer Institute, 1999.

[52] PALOMO, A.; KRIVENKO, P.; GARCIA-LODEIRO, I.; KAVALEROVA, E.; MALTSEVA, O.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. A review on alkaline activation: New analytical perspectives. **Materiales de Construcción**, Madrid, v. 64, n. 315, 2014.

[53] CRIADO, M.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Alkali activation of fly ash: Effect of the $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ratio. Part I: FTIR study. **Microporous and Mesoporous Materials**, Amsterdam, v. 106, p. 180–191, 2007.

[54] SANTA, R. A. A. B. **Desenvolvimento de geopolímeros a partir de cinzas pesadas oriundas da queima do carvão mineral e metacaulim sintetizado a partir de resíduo da indústria de papel**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Florianópolis, 2012.

[55] LONGHI, M. A. **Álcali-ativação de lodo de caulim calcinado e cinza pesada com ativadores convencionais e silicato de sódio alternativo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Faculdade de Engenharia, Ilha Solteira, 2015.

[56] DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; MALLICOAT, S. W.; KRIVEN, W. M.; DEVENTER, J. S. V. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Amsterdam, v. 269, n. 1, p. 47–58, 2005.

[57] MASOULE, M.S.T.; BAHRAMI, N.; MISAGH KARIMZADEH, M.; OHASANATI, B.; SHOAELI, P.; D AMERI, F.; OZBAKKALOGLU, T. Lightweight geopolymer concrete: A critical review on the feasibility, mixture design, durability properties, and microstructure. **Ceramics International**, Amsterdam, v. 48, p. 10347–10371, 2022.

[58] ISMAIL, N.; EL-HASSAN, H. Development and characterization of fly ash–slag blended geopolymer mortar and lightweight concrete. **Journal of Materials in Civil Engineering**, Reston, v. 30, p. 4018029, 2018.

[59] LIU, M.Y.J.; ALENGARAM, U.J.; JUMAAT, M.Z.; MO, K.H. Evaluation of thermal conductivity, mechanical and transport properties of lightweight aggregate foamed geopolymer concrete. **Energy and Buildings**, Amsterdam, v. 72, p. 238–245, 2014.

[60] NAZARI, A.; RIAHI, S.; BAGHERI, A. Designing water resistant lightweight geopolymers produced from waste materials. **Materials and Design**, Amsterdam, v. 35, p. 296–302, 2012.

[61] LU, C.; ZHANG, Z.; SHI, C.; LI, N.; JIAO, D.; YUAN, Q. Rheology of alkali-activated materials: A review. **Cement and Concrete Composites**, Amsterdam, v.121, p.104061, 2021.

[62] FOX, R. W.; MCDONALD, A. T.; PRITCHARD, P. J. **Introdução à mecânica dos fluidos**. 8. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014.

[63] SIMÕES, A.; FIGUEIREDO, C.; BARBOSA, M. **Ciência e Engenharia de Materiais de Construção**. São Paulo: IST Press, 2012. v. 1. p. 1057

[64] SINHUNATA, S.; VAN DEVENTER, J.; LUKEY, G.; XU, H. Effect of curing temperature and silicate concentration on fly-ash-based geopolymerization. **Industrial and Engineering Chemistry Research**, Washington, v. 45, p. 3559–3568, 2006.

[65] PASUELLO, A., *et al.* **Concreto: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: Editora Geraldo C. Isaias, 2011.

[66] PENNING, E. C. M.; GRELLNER, W. Precise nondestructive determination of the density of porous ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, New York, v. 72, p. 1268–1270, 1989.

[67] GHAZY, M. F.; ELATY, M. A. A.; MOSTAFA, S. M. Properties of one-part versus two-part geopolymers composites: A Review. **American Journal of Engineering Research**, Amsterdam, v. 11, p. 01- 14, 2022.

[68] SOUAYFAN, F.; ROZIERE, E.; JUSTINO, C.; PARIS, M.; DENELEE, D.; LOUKILI, A. Comprehensive study on the reactivity and mechanical properties of alkali-activated metakaolin at high H₂O/Na₂O ratios. **Applied Clay Science**, Amsterdam, v. 231, p.106758, 2023.

[69] PUNDIENĖ, I.; PRANCKEVIČIENĖ, J.; ZHU, C.; KLIGYS, M. The role of temperature and activator solution molarity on the viscosity and hard structure formation of geopolymer pastes. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 272, 2021.

[70] IFAAI, Y.; YAHIA, A.; MOSTAFA, A.; AGGOUN, S.; KADRI, E.H. Rheology of fly ash-based geopolymer: Effect of NaOH concentration. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v.223, p.583-594,2019.

[71] ZHANG, D-W.; WANG, D-M.; LIU, Z.; XIE, F-Z. Rheology, agglomerate structure, and particle shape of fresh geopolymer pastes with different NaOH activators content. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v.187, p. 674 - 680, 2018.

[72] DAI, X.; AYDIN, S.; YARDIMCI, M.Y.; LESAGE, K.; DE SCHUTTER, G. Effects of activator properties and GGBFS/FA ratio on the structural build-up and rheology of AAC. **Cement and Concrete Research**, Amsterdam, v.138, 2020.

[73] ZHANG, D.W.; WANG, D, M.; LIN, X.Q.; ZHANG, T. The study of the structure rebuilding and yield stress of 3D printing geopolymer pastes. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v.184, p. 575 - 580,2018.

[74] TIAN, Y.; YANG, C.; YUAN, S.; YUAN, H.; YANG, K.; YU, L.; ZHANG, M.;

XIAOHONG ZHU, X. Understanding the rheological properties of alkali-activated slag pastes from the cohesion and friction interactions. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v.291,2021.

[75] LI, L.; LU, J-X.; ZHANG, B.; POON, C-S. Rheology behavior of one-part alkali activated slag/glass powder (AASG) pastes. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 258, 2020.

[76] ROMAGNOLI, M.; LEONELLI, C.; KAMSE, E.; GUALTIERI, M.L. Rheology of geopolymer by DOE approach. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 36, p. 251- 258, 2012.

[77] DAVIDOVITS, J. Geopolymers: Inorganic polymeric new materials. **Journal of Thermal Analysis**, London, v. 37, n. 8, p. 1633–1656, 1991.

[78] PROVIS, J. L.; VAN DEVENTER, J. S. J. **Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications**. Cambridge, 2009.

[79] SINGH, B. Geopolymer concrete: A review of some recent developments. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 85, p.78-90,2015.

[80] ZHANG, Z. Water absorption and durability of geopolymer concrete. **Journal of Cleaner Production**, Amsterdam, v.258, p.120710, 2020.

[81] ISAIA, G. C. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia de materiais**. 2. ed. São Paulo: IBRACON, 2010.

[82] LIEW, Y. M.; HEAH, C. Y.; MOHD, M. A. B.; KAMARUDIN, H. Structure and properties of clay-based geopolymer cements: A review. **Progress in Materials Science**, Amsterdam, v. 83, p. 595–629, 2016.

[83] WEIL, M.; DOMBROWSKI, K.; BUCHWALD, A. Development of geopolymers supported by systems analysis. *In*: INTERNATIONAL SYMPOSIUM OF NON-TRADITIONAL CEMENT AND CONCRETE, 2., 2005, Brno. **Proceedings [...]**. Brno: Brno University of Technology, 2005.

[84] BOCA-SANTA, R. A. A.; KESSLER, J. C.; SOARES, C.; RIELLA, H.G. Microstructural evaluation of initial dissolution of aluminosilicate particles and formation of geopolymer material. **Particuology**, [S.l.], v. 41, p. 101–111, 2018.

[85] ZHANG, Y.; LI, Z.; DING, Z. Development of sustainable cementitious materials. *In*: INTERNATIONAL WORKSHOP ON SUSTAINABLE DEVELOPMENT AND CONCRETE TECHNOLOGY, p. 55–75, 2004, Pequim. **Proceedings...** Ames: Center for Transportation Research and Education, Iowa State University, 2004.

[86] CHOUKSEY, A.; VERMA, M.; DEV, N.; RAHMAN, I.; UPRETI, K. An investigation on the effect of curing conditions on the mechanical and microstructural properties of the geopolymer concrete. **Materials Research Express**, Bristol, v. 9, 2022.

- [87] YE, H.; RADLIŃSKA, A. Quantitative analysis of phase assemblage and chemical shrinkage of alkali-activated slag. **Journal of Advanced Concrete Technology**, Tokyo, v. 14, p. 245–260, 2016.
- [88] BERNAL, S. A.; RODRI, E. D.; MEJI, R.; PROVIS, J. L. Mechanical and thermal characterisation of geopolymers based on silicate-activated metakaolin / slag blends. **Journal of Materials Science**, Dordrecht, v. 46, n. 16, p. 5477–5486, 2011.
- [89] DUXSON, P.; FERNANDEZ-JIMENEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G.C.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymer Technology: The current state of the art. **Journal Materials Science**, Amsterdam, v. 42, 2007.
- [90] MESQUITA, R. G. A. **Inclusão de materiais lignocelulósicos na produção de compósitos plásticos**. 2013. 98 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2013.
- [91] YOUNG, R. Fibers (vegetable). *In*: KIRK-OTHMER. **Encyclopedia of chemical technology**. 4. ed. New York: Wiley and Sons, 1994. v. 10.
- [92] YAN, L.; KASAL, B.; HUANG, L. A review of recent research on the use of cellulosic fibres, their fibre fabric reinforced cementitious, geo-polymer and polymer composites in civil engineering. **Composites Part B: Engineering**, Amsterdam, v.92, p.133-141, 2016.
- [93] YAN, L.; CHOUW, N.; JAYARAMAN, K. Flax fibre and its composites: a review. **Composites Part B: Engineering**, Amsterdam, v.56, p. 296-317, 2014.
- [94] KOMURAI AH, A.; KUMAR, N. S.; PRASAD, B. D. Chemical composition of natural fibres and its influence on their mechanical properties. **Mechanics of Composite Materials**, New York, v. 50, p. 359–376, 2014.
- [95] RAY, D.; ROUT, J. Thermoset biocomposites. *In*: MHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. (ed.). **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites**. Boca Raton: Taylor and Francis, p. 291–346, 2005.
- [96] ISAIAS, G. **Materiais de construção civil e princípios de ciência e engenharia dos materiais**. 3. ed, São Paulo: IBRACON, 2007.
- [97] AGOPYAN, V. **Materiais reforçados com fibras para a construção civil nos países em desenvolvimento: o uso de fibras vegetais**. 1991. Tese (Livredocência) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1991.
- [98] NEEDLES, H. L. Textile fibers, dyes, finishes, and processes. [S.l.]: Standard Publishers Distributors, 2001.
- [99] PAULA, P. G. **Formulação e caracterização de compósitos com fibras vegetais e matriz termoplástica**. 2011. 139 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Rio de Janeiro, 2011.

[100] COUTTS, R. Wood-fibre reinforced plaster. **Journal of Materials Science**, Dordrecht, v. 21, n. 8, p. 2959–2964, 1986.

[101] CARASCHI, J. C. *et al.* Compósitos biodegradáveis de polihidroxibutirato (PHB) reforçado com farinha de madeira: propriedades e degradação. **Acta Scientiarum. Technology**, Maringá, v. 24, p. 1609–1614, 2002.

[102] SAVASTANO JÚNIOR, H.; AGOPYAN, V. Transition zone studies of vegetable fibre/cement paste composites. **Cement and Concrete Composites**, Amsterdam, v. 21, p.49-57, 1999.

[103] PICKERING, K. L.; ARUAN EFEND, M.G.; LE, T.M. A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Amsterdam, v. 83, p. 98-112, 2016.

[104] MOTTA, L. A. C. **Caracterização de fibras curtas empregadas na construção civil**. São Paulo: EPUSP, 2007.

[105] COUTTS, R. Banana fibres as reinforcement for building products. **Journal of Materials Science Letters**, Dordrecht, v. 9, n. 10, p. 1235 –1236, 1999.

[106] WONGSA A.; KUNTHAWATWONG, R.; NAENUDON S.; SATA V.; CHINDAPRASIRT, P. Natural fiber reinforced high calcium fly ash geopolymer mortar. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v,241, p.118143 2020.

[107] SILVA, R. V. **Compósito de resina poliuretano derivada de óleo de mamona e fibras vegetais**. 2003. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

[108] MOHANTY, A. K.; MISRA, M.; DRZAL, L. T. **Natural fibers, biopolymers, and biocomposites**. Boca Raton: CRC Press, 2005.

[109] VINCENT, J. F. A unified nomenclature for plant fibres for industrial use. **Applied Composite Materials**, Dordrecht, v. 7, n. 5–6, p. 269–271, 2000.

[110] BLEDZKI, A.; GASSAN, J. Composites reinforced with cellulose-based fibres. **Progress in Polymer Science**, Amsterdam, v. 24, n. 2, p. 221–274, 1999.

[111] LADCHUMANANANDASIVAM, R. **Ciências dos Polímeros e Engenharia de Fibras I**.Natal: UFRN, 2005. Apostila

[112] ALBINANTE, S. R.; PACHECO, E. B. A. V.; VISCONDE, L. L. Y. A review on chemical treatment of natural fiber for mixing with polyolefins. **Química Nova**, São Paulo, v. 36, 2013.

[113] SILVA, V. 'Ouro verde do sertão': Bahia tem a maior produção de sisal do mundo. **G1 Globo**, 11 out. 2023. Disponível em: <https://g1.globo.com/ba/bahia/onde-tem-bahia/noticia/2023/10/11/ouro-verde-do-sertao-bahia-tem-a-maior-producao-de-sisal-do-brasil.ghtml>. Acesso em: 4 ago. 2025.

- [114] OLIVEIRA, F. **Lignosulfonato de sódio como agente de modificações de fibras lignocelulósica e formulação de termorrígido fenólico**. 2010. 137 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2010.
- [115] LAZORENKO, G.; PROZHEGA, A.; MARTYNKOV, S.; JERMANN, M.; KRAJEWSKI, G.; DUBROVSKI, P. Effect of pre-treatment of flax tows on mechanical properties and microstructure of natural fiber reinforced geopolymer composites. **Environmental Technology and Innovation**, Amsterdam, v. 20, p. 101105, 2020.
- [116] KROSCWITZ, J. L. **Encyclopedia of polymer science and engineering**. 2. ed. v. 4, 6, 14. Toronto: John Wiley and Sons, 1985.
- [117] LEÃO, A.; FROLLINI, E.; RAZERA, I. A. T.; TRINDADE, W. G. Jute and curaua fibers as reinforcement in phenolic and lignophenolic matrix composites. *In*: INTERNATIONAL SYMPOSIUM OF POLYMERS AND COMPOSITES, 4., 2002, São Pedro. **Anais [...]**. São Pedro: [s.n.], 2002. p. 507.
- [118] PIRES, E. N. **Efeito do tratamento de superfície em fibras de juta no comportamento mecânico de compósitos de matriz epóxi**. 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.
- [119] TOMCZAK, F.; SATYANARAYANA, K. G.; SYDENSTRICKER, T. H. M. Studies on lignocellulosic fibers of Brazil: Part III – Morphology and properties of Brazilian curauá fibers. **Composites: Part A**, Amsterdam, v. 38, p. 2227–2236, 2007.
- [120] BORGES, A.P.S.N.; MOTTA, L.A.C.; PINTO, E.B. Estudo das propriedades de concretos com adição de fibras vegetais e de polipropileno para uso em paredes estruturais. **Revista Matéria**, Rio de Janeiro, v.24, n.2, 2019.
- [121] MOTA, R. C. D. S. **Análise de viabilidade técnica de utilização da fibra de bananeira com resina sintética em compósitos**. 2010. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Têxtil) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.
- [122] FLORESTAL BRASIL. **Quase tudo que você precisa saber sobre o Sisal (Agave Sisalana)**. Florestal Brasil, [S.l.], [S.d.]. Disponível em <https://florestalbrasil.com/quase-tudo-que-voce-precisa-saber-sobre-o-sisal-agave-sisalana/> Acesso em: 07 de jan. 2025.
- [123] AGARWAL, B. D.; BROUTMAN, L. J. **Analysis and performance of fiber composites**. 2. ed. New York: Wiley, 1990.
- [124] SILVA, A. C. E. **Estudo da durabilidade de compósitos reforçados com fibras de celulose**. 2002. Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2002.
- [125] SAVASTANO, H.; WARDEN, P.; COUTTS, R. Brazilian waste fibres as Reinforcement for cement-based composites. **Cement and Concrete Composites**, Amsterdam, v. 22, n. 5, p. 379–384, 2000.

[126] HEITZMANN, L. *et al.* Aplicação de materiais de fontes renováveis na indústria automobilística – Daimler Chrysler do Brasil Ltda. [S.l.]: SIMEA, 2001.

[127] SANTOS, A. M. **Estudo de compósitos híbridos polipropileno/fibras de vidro e coco para aplicações em engenharia**. 2006. 76 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

[128] KUMAR, S.; MANNA, A.; DANG, R. A review on applications of natural fiber-reinforced composites (NFRCs). **Materials Today: Proceedings**, Amsterdam, v. 50, p. 1632–1636, 2020.

[129] MAHMOOD, A.; NOMAN, M. T.; PECHOČIAKOVÁ, M. Geopolymers and fiber-reinforced concrete composites in civil engineering. **Polymers**, Basel, v. 13, n. 13, p. 2099, 2021.

[130] CASTOLDI, R.S.; SOUZA, L.M.S.; SILVA, F.A. Comparative study on the mechanical behavior and durability of polypropylene and sisal fiber reinforced concretes. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 211, p. 617–628, 2019.

[131] FIDELIS, M.E.A.; PEREIRA, T.V.C.; GOMES, O.F.M.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. The effect of fiber morphology on the tensile strength of natural fibers. **Journal of Materials Research and Technology**, Amsterdam, v. 2, n. 2, p. 149–157, 2013.

[132] FERNANDES, E.M.; MANO, J.F.; REIS, R.L. Hybrid cork-polymer composites containing sisal fibre: Morphology, effect of the fibre treatment on the mechanical properties and tensile failure prediction. **Composite Structures**, Amsterdam, v. 105, p. 153–162, 2013.

[133] FERREIRA, S.R.; PEPE, M.; MARTINELLI, E.; SILVA, F.A.; TOLEDO FILHO, R.D. Influence of natural fibers characteristics on the interface mechanics with cement-based matrices. **Composites Part B: Engineering**, Amsterdam, v. 140, pp. 183–196, 2018.

[134] MORADIKHOU A.B.; ESPARHAM A.; AVANAKI M.J. Physical and mechanical properties of fiber reinforced metakaolin-based geopolymer. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 251, p. 118965, 2020.

[135] MOHSENI E.; KAZEMI M.J.; KOUSHKBAGHI M.; ZEHTAB B.; BEHFOROUB. Evaluation of mechanical and durability properties of fiber-reinforced lightweight geopolymer composites based on rice husk ash and nano-alumina. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v. 209, p.532-540,2019.

[136] SILVA, G.; SUYEON KIM, S.; AGUILAR, R.; NAKAMATSU, J. Natural fibers as reinforcement additives for geopolymers – A review of potential eco-friendly applications to the construction industry. **Sustainable Materials and Technologies**, Amsterdam, v. 23, e00132, 2020.

[137] LIGON, S.C.; LISKA, R.; STAMPFL, J.; GURR, M.; MÜLHAUPT, R. Polymers for 3D printing and customized additive manufacturing. **Chemical Reviews**, Washington, v. 117, n. 15, p. 10212–10290, 2017.

[138] ZHONG, J.; ZHOU, G.-X.; HE, P.-G.; YANG, Z.-H.; JIA, D.-C. 3D printing strong and conductive geopolymer nanocomposite structures modified by graphene oxide. **Carbon**, Amsterdam, v.117, p. 421-426, 2017.

[139] D.NGO, T.D.; KASHANI, A.; IMBALZANO, G.;KATE T.Q.NGUYEN K.T.Q.; HUI, D. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges. **Composites Part B: Engineering**, Amsterdam, v. 143, p. 172-196, 2018.

[140] CRAVEIRO, F.; DUARTE, J. P.; BARTOLO, H.M.; BARTOLO, P.J. Additive manufacturing as an enabling technology for digital construction: A perspective on Construction 4.0. **Automation in Construction**, Amsterdam,v.103, p. 251–267, jul. 2019.

[141] BONG, S.H.; NEMATOLLAHI, B.; NAZARI, A.; XIA, M.; SANJAYAN J. Method of optimisation for ambient temperature cured sustainable geopolymers for 3D printing construction applications. **Materials** ,Suiça v. 16, p. 902, jun. 2019 .

[142] NEMATOLLAHI, B.; XIA, M.; SANJAYAN, J. Post-processing methods to improve strength of particle-bed 3d printed geopolymer for digital construction applications. **Frontiers in Materials**, Suiça v. 6, 2019.

[143] PERKINS, I., SKITMORE, M. Three-dimensional printing in the construction industry: A review. **International Journal of Construction Management**, Inglaterra v. 15, n. 1, p. 1-9, 2015.

[144] PUCCI, J. U.; CHRISTOPHE, B. R.; SISTI, J. A.; CONNOLLY JR, E. S. Three-dimensional printing: technologies, applications, and limitations in neurosurgery. **Biotechnology Advances**, Amsterdam, v. 35, n. 5, p. 521-529, 2017.

[145] LAZORENKO, G.; KASPRZHITSKII, A. Geopolymer additive manufacturing: A review. **Additive Manufacturing**, Amsterdam, v.55, p.102782, 2022.

[146] ARCHEZ, J.; TEXIER-MANDOKI, N.; BOURBON, X.; CARON, J.F.; ROSSIGNOL, S. Shaping of geopolymer composites by 3D printing. **Journal of Building Engineering**, Amsterdam, v,34, p. 101894, 2021.

[147] WOLFS, R.J.M.; BOS, F.P.; SALET, T.A.M. Hardened properties of 3D printed concrete: the influence of process parameters on interlayer adhesion. **Cement and Concrete Research**, Amsterdam, v, 119, p. 132–140, 2019.

[148] PANDA, B.; RUAN, S.; UNLUER, C.; TAN, M.J. Investigation of the properties of alkaliactivated slag mixes involving the use of nanoclay and nucleation seeds for 3D printing. **Composites Part B: Engineering**, Amsterdam, v, 186, p. 107826, 2020.

[149] ARSEGO, C.; GARLET, G.; PAGNUSSAT, D. T. Análise de variância em

resultados de ensaios de resistência à compressão de concretos produzidos na região de Caxias do Sul/RS. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO, 52., 2010, Fortaleza. **Anais [...]**. Fortaleza: IBRACON, 2010. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/282049359>. Acesso em: 14 dez. 2024.

[150] SILVA, W. P. N. **Estudo dos parâmetros da extração de fenol de efluentes aquosos por um tensoativo não iônico**. 2012. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012.

[151] SILVA, R. C. **Testes de comparação de médias**. 2010. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Estatística) – Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2010.

[152] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS **Annual book of ASTM standards**. Wood: ASTM, 1984.

[153] PICANÇO, M. S.; GHAVAMI, K. Propriedades físicas e mecânicas da fibra vegetal curauá. *In*: CONFERÊNCIA BRASILEIRA DE MATERIAIS E TECNOLOGIAS NÃO CONVENCIONAIS, 1., 2004, Pirassununga. **Anais NOCMAT 2004**. Pirassununga: UFSCar, 2004.

[154] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C1557**: Standard test method for tensile strength and young's modulus of fibers. [S.l.]: ASTM, 2003.

[155] MOTTA, L. A. C. **Melhoria do desempenho de fibras de coco e sisal para reforço de matrizes cimentícias através do tratamento termomecânico e impregnação de resinas**. 2005. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

[156] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 5738**: Concreto: procedimento para moldagem e cura de corpos de prova. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

[157] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos: Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

[158] GARCIA, G. C. R. **Estudo do comportamento ao dano por choque térmico de um concreto refratário, contendo agregados de andaluzita, sinterizado em diferentes temperaturas**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciências, área de Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, 2010.

[159] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C133**: Standard test methods for cold crushing strength and modulus of rupture of refractories. Philadelphia: ASTM, 1994.

[160] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 5739**: Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos, Rio de Janeiro, 2018.

[161] METACAULIMDO BRASIL. **Metacaulim HP Ultra**. Metacaulim do Brasil, Jundiá, [S.d.]. Disponível em: <https://www.metacaulim.com.br/impermeabilizantes-metacaulim-hp-ultra.html> Acesso em: 4 ago. 2025.

[162] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15894-1: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta - Parte 1: Requisitos**. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

[163] GERALDO, R.H.; GONÇALVES, J.P.; CAMARINI, G. Mechanical properties of an eco-friendly one-part alkali-activated binder: Influence of metakaolin and water content. **Ceramics International**, Amsterdam, v.49, p. 11854-11864, 2023.

[164] DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J.L. Geopolymer technology: the current state of the art. **Journal of Materials Science**, Amsterdam, v. 42, p. 2917- 2933, 2007.

[165] HARDJITO, D.; WALLAH, S.E.; SUMAJOUW, D.M.J.; RANGAN, B.V. Desenvolvimento de concreto geopolimérico à base de cinza volante. **ACI Materials Journal**, Farmington Hills, v. 101, n. 6, p. 467–472, dez. 2004.

[166] MOUJOURD, Z.; SAIR, S.; OUSALEH, H. A.; AYOUCHE, I.; BOUARI, A. E.; TANANE, O. Review: Geopolymer composites reinforced with natural Fibers: A review of recent advances in processing and Properties. **Construction and Building Materials**, Amsterdam, v.388, p.131666, 2023.

[167] FERNANDEZ-JIMENEZ, A. M.; PALOMO, A.; LOPEZ HOMBRADOS, C. Engineering properties of alkali-activated fly ash concrete. **ACI Materials Journal**, Farmington Hills, v. 103, n. 2, p. 106–112, 2006.

[168] GONÇALVES, C. E. C. **Estudo da reologia de geopolímero para processo de extrusão aplicado em impressora 3D**. 2023. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Guaratinguetá, 2023.

[169] DHAKAL, H.N.; ZHANG, Z.Y.; RICHARDSON, M.O.W. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. **Composites Science and Technology**, Amsterdam, v.67, p. 1674–1683, 2007.

[170] GHAZY, M.F.; ELATY, M. A. A.; MOSTAFA, S. M. Properties of one-part versus two-part geopolymers composites: A review. **American Journal of Engineering Research**, Amsterdam, v. 11, p. 01-14, 2022.

[171] CUI, W.; WANG, T., CHEN, X.; SHEN, W., SHI, X.; WANG, S.; ZHANG, P. Study of 3D printed concrete with low-carbon cementitious materials based on its rheological properties and mechanical performances. **Journal of Sustainable Cement- Based Materials**, Amsterdam, v. 12, n. 7, p. 832–841, 2023.