

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO UNIAXIAL DE GEOPOLÍMEROS PRODUZIDOS COM A INCLUSÃO DE ESTÉRIL DE MINERAÇÃO COMO PRECURSOR

Gabriel de Quevedo G. Costa, Laboratório de Coprodutos da Mineração, Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, gabrielkevedo02@gmail.com

Ricardo A. M. Figueiredo, Laboratório de Coprodutos da Mineração, Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais

Douglas B. Mazzinghy, Laboratório de Coprodutos da Mineração, Departamento de Engenharia de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais

RESUMO

Muitas pesquisas têm sido feitas em busca de materiais alternativos ao cimento Portland, com destaque para os geopolímeros. Com a finalidade de dar utilidade ao estéril, proveniente dos processos de mineração, o mesmo foi utilizado como material precursor junto ao metacaulim. Para que este pudesse agir como precursor foi necessária a sua ativação por meio da moagem. Foram utilizados três intervalos de moagem com o objetivo de encontrar qual alcançaria o melhor resultado em termos de resistência à compressão. Os resultados indicaram que a diferença em relação à resistência à compressão entre as amostras que passaram pelo processo de moagem e as que não passaram é pouca, o que não justifica a etapa de moagem.

Palavras chave: Geopolímeros; Estéril; Mineração; Economia circular; Sustentabilidade.

ABSTRACT

Several researches have been done searching for Portland cement alternative materials, such as geopolymers. With the purpose of giving utility to the waste from mining processes, these wastes were used as precursor material along with metakaolin. In order for it to act as precursor, it was necessary to activate it by grinding. Three grinding intervals were used to find which one would achieve the best result in terms of compressive strength. The results indicated that the difference in relation to the compressive strength between the samples that went through the grinding process and those that did not go through this process are few, which does not justify the grinding stage.

Keywords: Geopolymers; Mining waste; Mining; Circular economy, Sustainability.

INTRODUÇÃO

O processo de fabricação do cimento Portland apresenta alta emissão de dióxido de carbono na atmosfera [1], dessa forma, a confecção de cimento geopolimérico, conhecido pela sua baixa emissão de CO_2 , surge como uma nova possibilidade de material cimentício mais ecológico [2].

Os geopolímeros são materiais promissores, embora seja difícil que substituam completamente o cimento Portland. Os geopolímeros podem servir como material alternativo e/ou complementar, já que estes possuem algumas vantagens como: melhor resistência a ácidos e sulfatos [2,3]; melhor resistência ao calor [4]; melhor resistência à compressão [2,5].

O geopolímero é um termo usado para descrever polímeros inorgânicos baseados em materiais fonte de aluminossilicatos (precursores) com reagentes altamente alcalinos (ativadores). Nele há tetraedros de SiO_4^{4-} e AlO_4^{5-} que formam uma rede tridimensional ao se ligarem pelo compartilhamento de todos os seus átomos de oxigênio, devendo essa rede ser estabilizada pela presença de cátions monovalentes tais como Na^+ e K^+ . A estrutura do sólido obtido varia entre completamente amorfa a semicristalina [4,6].

O método que se destaca em número de pesquisas é o nomeado geopolimerização em duas partes, o qual o geopolímero é sintetizado a partir da mistura de uma solução alcalina e materiais sólidos que contêm alumina (Al_2O_3) e sílica (SiO_2) associadas (Figura 1). Já a metodologia de uma parte tem como característica ser de fácil e mais seguro manuseio, já que esta utiliza somente uma mistura de sólidos secos com a posterior adição de água. Esse tipo de material assemelha-se bastante ao processo de confecção da argamassa de cimento Portland.

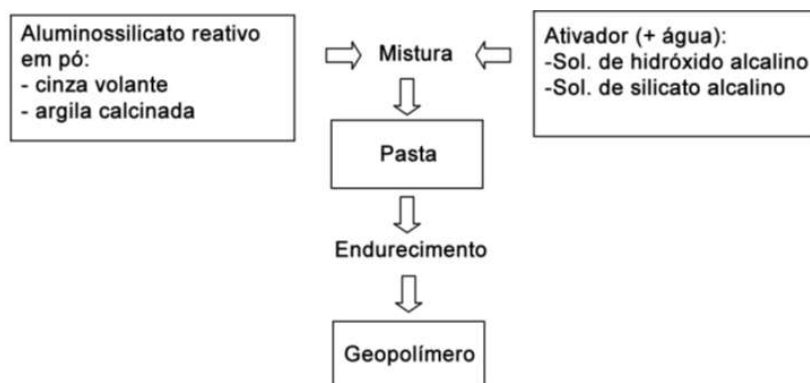


Figura 1. Processo de produção do geopolímero de duas partes [7].

A influência da ativação mecânica já possui alguns estudos em materiais, como as cinzas volantes, e descrevem sua influência nas propriedades físicas dos geopolímeros. As pesquisas relatam o aumento da reatividade de amostras ativadas mecanicamente, ocasionando em melhores resultados de resistência [8].

O objetivo deste trabalho é comparar o efeito de diferentes tempos de moagem do estéril, quando este é utilizado como precursor, no resultado da resistência à compressão dos geopolímeros produzidos com a inclusão desse resíduo de mineração.

METODOLOGIA

Os geopolímeros foram preparados por meio da metodologia de uma parte (one-part), ou seja, com a mistura dos sólidos secos e posterior adição de água, semelhante ao preparo do cimento Portland [9].

Como precursores, foi utilizado metacaulim e um estéril do quadrilátero ferrífero, este último foi previamente moído em diferentes tempos. Os ativadores alcalinos utilizados foram o hidróxido de sódio (NaOH) em micropérolas e silicato de sódio (Na_2SiO_3) em pó. Em todos os testes a cura foi realizada à temperatura ambiente.

Processos de caracterização

Os materiais utilizados na pesquisa foram caracterizados, conforme descrito a seguir.

Para identificar as fases minerais do estéril, de forma semiquantitativa, a difratometria de raios-X (DRX) foi realizada. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios-X para amostras em pó PANALYTICAL (PHILIPS), sistema X'Pert-APD, controlador PW-3710/31, gerador PW-1830/40, goniômetro PW-3020/00.

A composição química de forma quantitativa do metacaulim e do estéril foi feita por fluorescência de raios-X (FRX) por meio de um espectrômetro Philips (PANalytical), modelo PW 2400.

O teste de resistência à compressão uniaxial foi realizado em uma prensa elétrica com capacidade de 100 toneladas e resolução de 1 kgf, da Engetotus. Foram testados corpos de

prova em diferentes períodos de cura, sendo eles 1, 3 e 7 dias, sendo 4 corpos de prova rompidos em cada período. O valor de resistência mais disperso foi excluído e a média dos outros 3 foi usada como resultado final.

A composição química dos ativadores (hidróxido e silicato de sódio) foi obtida através dos laudos dos fabricantes.

Síntese do geopolímero

A Tabela 1 apresenta as proporções dos materiais utilizados na síntese do geopolímero e a relação água/sólido (A/S) adotada.

Tabela 1. Tabela de proporções dos materiais utilizados na produção dos geopolímeros

Estéril	Metacaulim	Na₂SiO₃	NaOH	A/S
35,0%	35,0%	24,0%	6,0%	0,24

O estéril foi usado de diferentes formas nessa pesquisa: participou da síntese do geopolímero sendo somente peneirado (sem processo de moagem) e foi utilizado após ser processado em um moinho de panela nos tempos de 1, 2 e 3 minutos.

Após o tratamento do estéril foi feita a mistura manual, onde os materiais secos foram colocados em uma argamassadeira e, então, foi adicionada água. Todos os materiais foram submetidos a mistura mecânica de 5 minutos. Após a mistura e, conseqüente ativação química, a pasta foi vazada em moldes de PVC. Os moldes cilíndricos (2,1cm de diâmetro por 4,2cm de comprimento) foram preparados e lubrificados previamente com óleo mineral, de tal maneira que ao final da mistura estivessem prontos para serem preenchidos com a pasta geopolimérica. Logo após a moldagem, os corpos de prova foram mantidos em vibração por 1 minuto para compactação do material e eliminação de bolhas. Em seguida, os corpos de prova foram deixados à temperatura ambiente para curar até o dia do ensaio de resistência à compressão. Todos os corpos de prova foram desmoldados 24h após a sua confecção e rompidos nos tempos de cura determinados. A Figura 2 mostra a sequência adotada neste estudo.

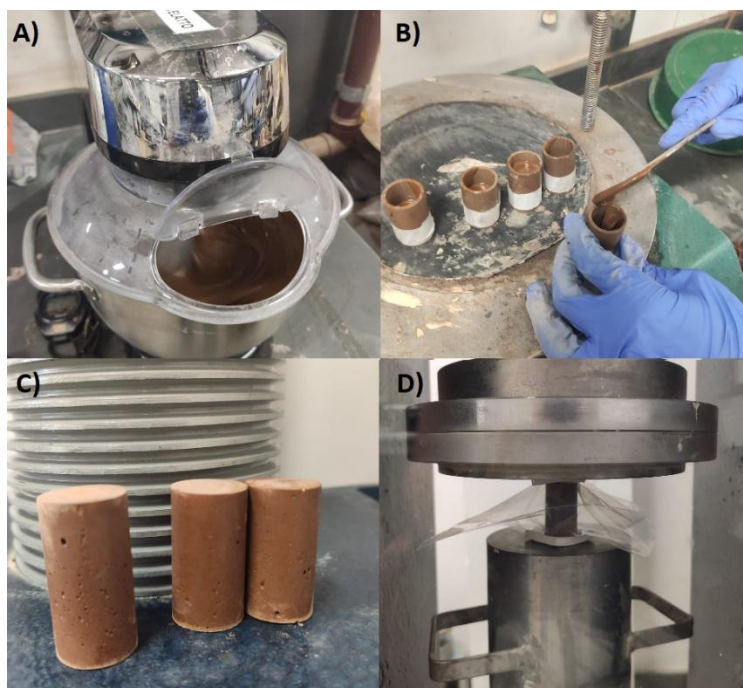


Figura 2. Processo do geopolímero. A) Mistura dos materiais; B) Moldagem e vibração; C) Corpos de prova desmoldados e nivelados; D) Teste de resistência à compressão uniaxial.

O tempo de mistura mecânica e a proporção de água usada foram determinados após vários testes exploratórios.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Caracterização dos materiais

A composição química do metacaulim e do estéril é apresentada na Tabela 2. Para o metacaulim, os óxidos SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O e Na_2O são os principais influenciadores para a reação de geopolimerização

Tabela 2. Composição química do metacaulim e do estéril

Óxidos	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	Na_2O	CaO	MgO
Metacaulim	56,25	36,87	0,58	3,21	0,21	0,05	0,32
Estéril	20,335	0,22	77,279	0,093	1,224	0,033	0,009

O difratograma da amostra de estéril do quadrilátero ferrífero é apresentado na Figura 3. A análise química está consistente com as composições mineralógicas e os minerais dominantes são a goethita, a hematita e o quartzo.

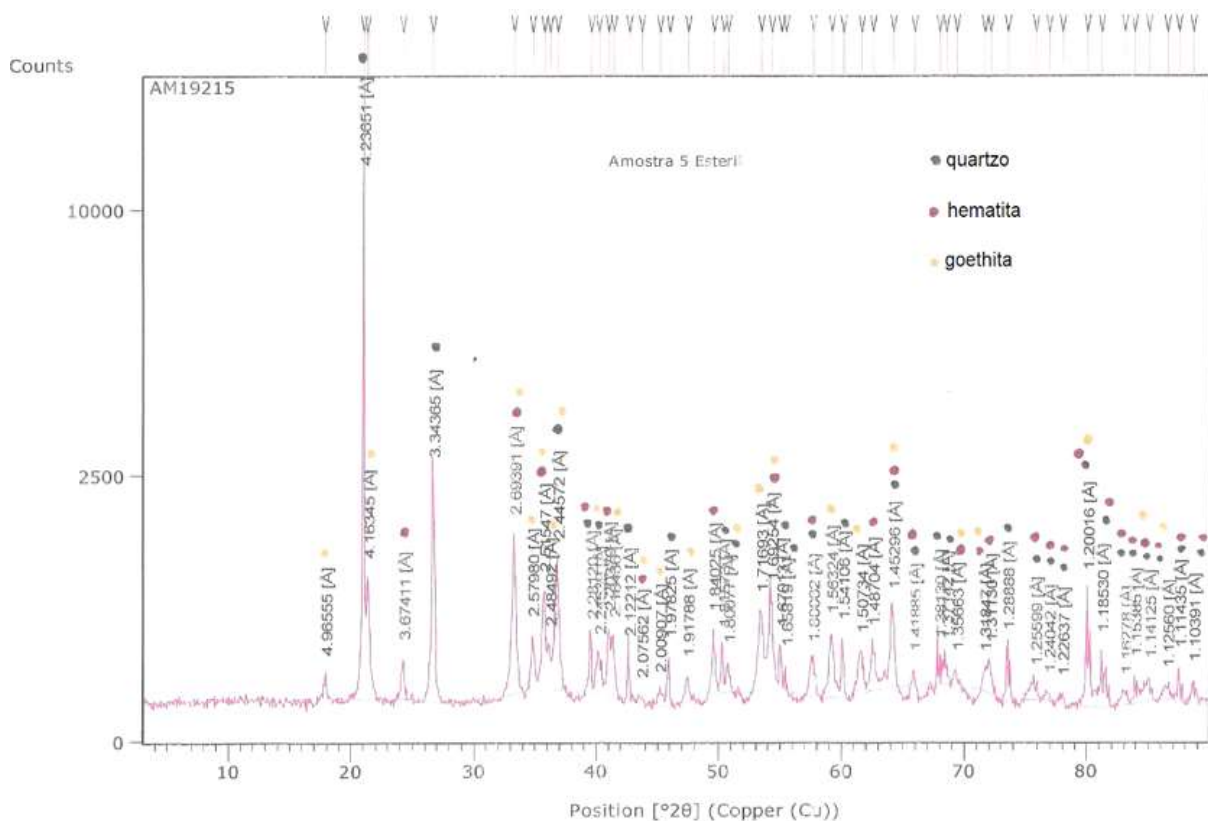


Figura 3. Difratoograma de raios-X (DRX) da amostra de estéril do quadrilátero ferrífero.

O teor de ferro do estéril está muito elevado e este elemento ainda não tem uma relação bem estabelecida sobre a sua influência nas propriedades mecânicas e químicas do geopolímero [10].

A Tabela 3 mostra a composição química dos ativadores utilizados.

Tabela 3. Composição química do hidróxido e do silicato de sódio

Ativadores	SiO ₂	Na ₂ O	H ₂ O
Silicato de Sódio	53,4	25,3	21,4
Hidróxido de Sódio	0,0	77,5	22,5

Razões Molares

Com os dados da análise química feita, algumas conclusões sobre as relações entre os teores podem ser tiradas. Primeiramente as razões molares propostas por Duxson [11] mostram que com o aumento das razões molares do SiO₂ / Al₂O₃ há um ganho na

resistência à compressão quando este é o único fator de alteração a ser analisado, porém isso ocorre até um determinado ponto (Figura 4).

As razões encontradas nessa pesquisa junto das propostas por Duxson estão apresentadas na Tabela 4 (“M” representa os cátions Na⁺ e K⁺).

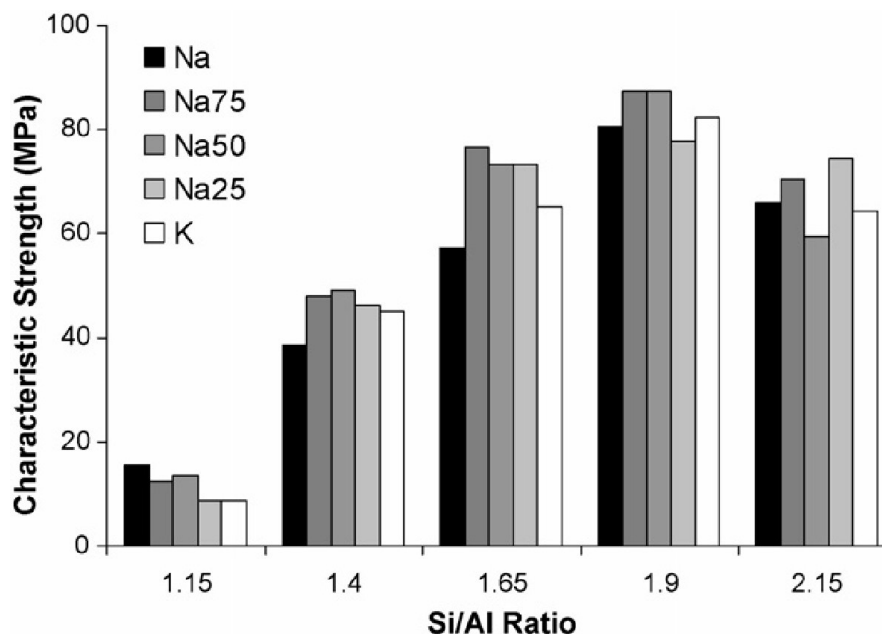


Figura 4. Resistência à compressão de geopolímeros em função da relação molar SiO₂/Al₂O₃ [11].

Tabela 4. Tabela com as relações propostas por Duxson e as calculadas nesta pesquisa

Autores	Duxson		Pesquisa
	Mínimo	Máximo	Calculado
SiO ₂ / Al ₂ O ₃	3,30	4,50	4,16
M ₂ O / Al ₂ O ₃	0,8	1,6	1,05
M ₂ O / SiO ₂	0,20	0,48	0,25
H ₂ O / M ₂ O	10	25	9,71

Dos resultados calculados nos testes somente a relação H₂O/M₂O não está dentro da proposta.

Efeitos da moagem

A Tabela 5 apresenta os valores médios da resistência à compressão obtidos para cada amostra testada.

Tabela 5. Valores médios da resistência à compressão das amostras testadas

Amostra	Resistência à Compressão (MPa)		
	Dias		
	1	3	7
0 min.	11,3	23,7	26,0
1 min.	16,4	26,6	31,1
2 min.	17,0	31,1	34,0
3 min.	17,0	26,9	30,5

Na Figura 5 é demonstrado a evolução das resistências em relação ao tempo de cura.

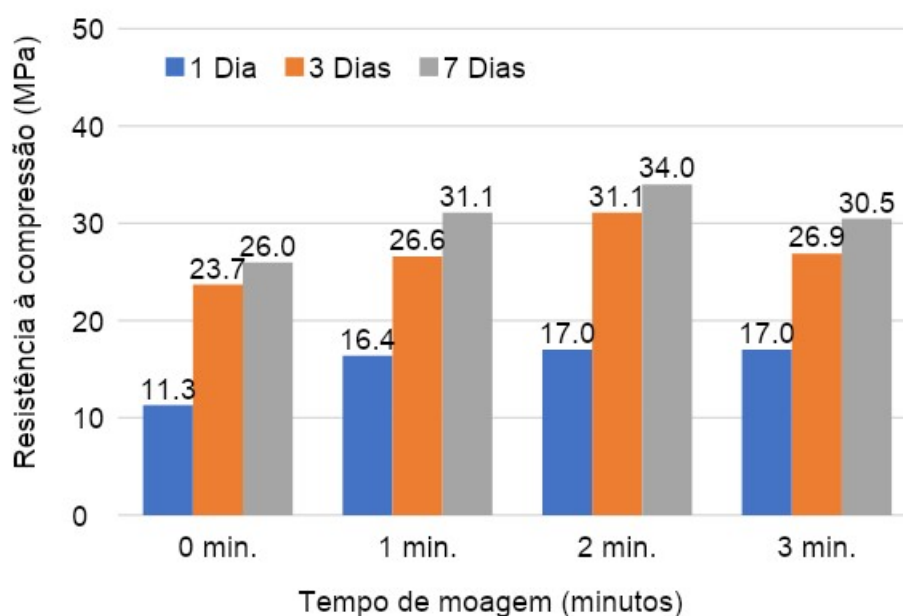


Figura 5. Resistência à compressão (MPa) x Tempo de cura (Dias) para diferentes tempos de moagem

Os testes apresentados mostram que o estéril sem moer possui as menores resistências, como esperado, já que este não passa por um processo de ativação [8]. O melhor valor de resistência se encontra na mistura onde o estéril foi moído por 2 minutos.

O resultado de 3 minutos foi inferior ao resultado de 2 minutos e uma possível causa seria a aglomeração das partículas, uma vez que a moagem é feita a seco e cargas de superfície podem atuar à medida que as partículas são reduzidas.

A diferença entre a resistência dos testes com o precursor moído e não moído é de no máximo 5 MPa, aproximadamente. Esse valor não justifica o alto custo energético de um processo de moagem.

Um aspecto a ser analisado foi a presença de um fenômeno chamado eflorescência, principalmente nas amostras com menor área superficial como a de 0 min. (Figura 5).

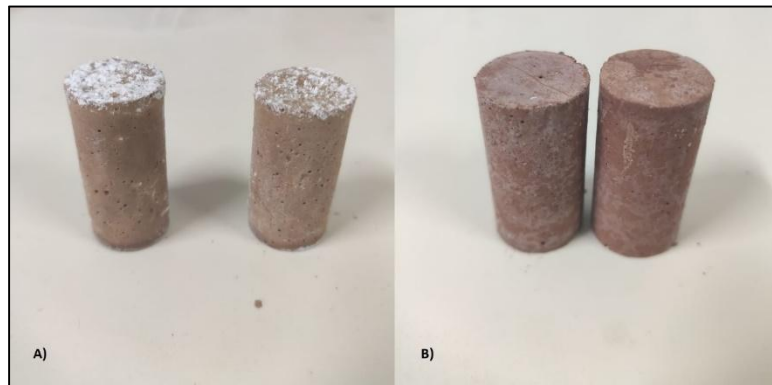


Figura 6. Corpos de prova com muita e pouca eflorescência. A) 0 min; B) 2 min.

Este problema é causado pelo excesso de reagente na mistura e pode ser resolvido alterando a proporção de reagentes.

Os resultados obtidos são satisfatórios, o teste de 2 min. de moagem obteve em 7 dias de cura a média de 34,0 MPa.

CONCLUSÃO

Tendo a resistência a compressão como parâmetro comparativo entre as amostras, o tempo de moagem 2 min apresentou os melhores resultados, já que provavelmente possui uma área superficial maior. Apesar de possuir o melhor resultado, a diferença entre a amostra 2 min. e 0 min. é pequena, não justificando o uso do processo de moagem no estéril quando este for usado como precursor.

De acordo com os resultados obtidos nessa primeira fase da pesquisa cria-se a necessidade de entender o porquê de a resistência à compressão do teste de 2 min. ter sido superior ao teste de 3 min. de moagem, além de buscar por novas referências que expliquem mais sobre a influência do ferro nas propriedades mecânicas dos geopolímeros.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o apoio financeiro ofertado pelo Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica (PIBIC/CNPq).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ANDREW, R. M. Global CO₂ emissions from cement production, 1928-2018. *Earth System Science Data*, v. 11, n. 4, p. 1675–1710, 2019.

[2] FERNANDO, P. T.; JOÃO, C. G.; SAID, J. Durability and environmental performance of alkali-activated tungsten mine waste mud mortars. *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 22, n. 9, p. 897–904, 2010.

[3] AIKEN, T. A. et al. Resistance of geopolymer and Portland cement-based systems to silage effluent attack. *Cement and Concrete Research*, v. 92, p. 56–65, 2017.

[4] KONG, D. L. Y.; SANJAYAN, J. G. Effect of elevated temperatures on geopolymer paste, mortar and concrete. *Cement and Concrete Research*, v. 40, n. 2, p. 334–339, 2010.

- [5] AL BAKRI, A. M. M. et al. Comparison of geopolymer fly ash and ordinary portland cement to the strength of concrete. *Advanced Science Letters*, v. 19, n. 12, p. 3592–3595, 2013.
- [6] BITENCOURT, C. S. et al. Geopolymerization as a technique for bauxite residue applications. *Cerâmica*, v. 58, n. 345, p. 20–28, 2012.
- [7] OLIVEIRA, A. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS, QUÍMICAS E MECÂNICAS DE ARGAMASSAS À BASE DE METACALIM ATIVADO POR NaOH, KOH e NaOH + KOH. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<http://uenf.br/posgraduacao/engenharia-civil/wp-content/uploads/sites/3/2018/04/FINAL-FINAL.pdf>>.
- [8] TEMUJIN, J.; WILLIAMS, R. P.; VAN RIESSEN, A. Effect of mechanical activation of fly ash on the properties of geopolymer cured at ambient temperature. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, n. 12–13, p. 5276–5280, 2009.
- [9] LUUKKONEN, T. et al. One-part alkali-activated materials: A review. *Cement and Concrete Research*, v. 103, n. September 2017, p. 21–34, 2018.
- [10] DAVIDOVITS, J.; DAVIDOVITS, R. Ferro-sialate Geopolymers (-Fe-O-Si-O-Al-O-) Writing standards for geopolymers View project Geopolymer for Toxic Waste Management View project Geopolymer Institute Library Ferro-sialate Geopolymers (-Fe-O-Si-O-Al-O-). n. January, p. 1–6, 2020.
- [11] DUXSON, P. et al. The effect of alkali and Si/Al ratio on the development of mechanical properties of metakaolin-based geopolymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 292, n. 1, p. 8–20, 2007.