



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
CURSO ENGENHARIA DE MATERIAIS

Amanda Carla da Cunha

**Síntese e Caracterização de Geopolímero à Base de Bentonita Calcinada e Alumina**

Florianópolis  
2025

Amanda Carla da Cunha

## **Síntese e Caracterização de um Geopolímero à Base de Bentonita Calcinada**

Trabalho de Conclusão de Curso submetido ao curso de Engenharia de Materiais do Centro Tecnológico, Campus Florianópolis, da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dachamir Hotza  
Coorientador: Maikon Kelbert

Florianópolis, 2025

da Cunha, Amanda Carla

Síntese e Caracterização de Geopolímero à Base de Bentonita Calcinada e Alumina / Amanda Carla da Cunha ; orientador, Dachamir Hotza, coorientador, Maikon Kelbert, 2025.

52 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Graduação em Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2025.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Geopolímeros. I. Hotza, Dachamir. II. Kelbert, Maikon. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Amanda Carla da Cunha

**Síntese e Caracterização de Geopolímero à Base de Bentonita Calcinada e Alumina**

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel e aprovado em sua forma final pelo Curso de Engenharia de Materiais

Local Florianópolis, 7 de abril de 2025.



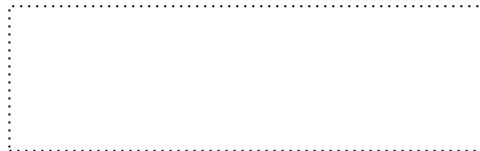
Coordenação do Curso

**Banca examinadora**



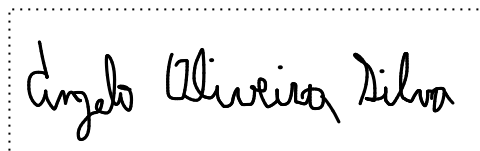
Prof. Dachamir Hotza, Ph.D.

Orientador



Dr. Maikon Kelbert

Universidade Federal de Santa Catarina



Dr. Angelo Oliveira Silva

Universidade Federal de Santa Catarina

Florianópolis, 2025

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço, primeiramente, à Universidade Federal de Santa Catarina, por proporcionar uma formação de excelência e pela infraestrutura indispensável ao desenvolvimento deste trabalho.

Manifesto minha gratidão ao meu orientador, Prof. Dachamir Hotza, pela orientação, pela paciência e pelo estímulo ao longo dessa jornada. Ao meu coorientador, Dr. Maikon Kelbert, agradeço pelas valiosas contribuições, pela disponibilidade e por tornar este projeto possível com seus conhecimentos e sugestões.

À minha família, pelo apoio incondicional, pelo carinho e por serem meu alicerce em todos os momentos.

Por fim, sou grata aos meus colegas de graduação, que dividiram comigo os desafios e as conquistas, e que contribuíram para tornar essa etapa da vida tão especial.

## RESUMO

Este trabalho investigou a síntese e caracterização de geopolímeros à base de bentonita calcinada e alumina, visando desenvolver materiais sustentáveis. Foram avaliadas 15 formulações distintas, de bentonita calcinada (800°C por 4 h), hidróxido de sódio (NaOH), silicato de sódio (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). A bentonita foi caracterizada antes e após a calcinação por difração de raios X (DRX) e análise de área superficial (BET), revelando redução significativa da área superficial (de 29,64 m<sup>2</sup>/g para 10,43 m<sup>2</sup>/g) devido ao colapso parcial da estrutura lamelar. O teste de solubilidade em água identificou que apenas 7 das 15 formulações mantiveram integridade após 2 h de imersão, sendo estas submetidas a caracterização por FRX e DRX. A análise de FRX demonstrou que a adição de alumina reduziu a razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> para valores entre 0,97 e 1,57, enquanto formulações sem alumina apresentaram razões elevadas (~4,5). A análise por DRX confirmou a formação de uma matriz amorfa nos geopolímeros, indicativa da reação de geopolimerização, além da persistência de fases cristalinas da bentonita e alumina. Concluiu-se que a bentonita calcinada é um precursor viável para geopolímeros, mas a alta razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pode exigir ajustes na formulação. A incorporação de alumina mostrou-se eficaz para equilibrar essa razão, porém em excesso pode comprometer a coesão estrutural.

**Palavras-chave:** Geopolímeros; Bentonita calcinada; Alumina; Ativação alcalina.

## ABSTRACT

This study investigated the synthesis and characterization of geopolymers based on calcined bentonite and alumina, aiming to develop sustainable materials. Fifteen different formulations were evaluated, consisting of calcined bentonite (800°C for 4 h), sodium hydroxide (NaOH), sodium silicate ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ), and alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Bentonite was characterized before and after calcination by X-ray diffraction (XRD) and surface area analysis (BET), revealing a significant reduction in surface area (from 29.64  $\text{m}^2/\text{g}$  to 10.43  $\text{m}^2/\text{g}$ ) due to the partial collapse of the lamellar structure. The water solubility test identified that only 7 out of the 15 formulations maintained integrity after 2 h of immersion, and these were subjected to characterization by XRF and XRD. XRF analysis showed that the addition of alumina reduced the  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  ratio to values between 0.97 and 1.57, whereas formulations without alumina exhibited high ratios (~4.5). XRD analysis confirmed the formation of an amorphous matrix in the geopolymers, indicative of the geopolymerization reaction, along with the persistence of crystalline phases from bentonite and alumina. It was concluded that calcined bentonite is a viable precursor for geopolymers, but the high  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  ratio may require formulation adjustments. The incorporation of alumina proved effective in balancing this ratio; however, excessive amounts could compromise structural cohesion.

**Keywords:** Geopolymers; Calcined bentonite; Alumina; Alkali activation.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática das etapas do processo de geopolimerização .....	18
Figura 2 – Agitador mecânico utilizado na preparação da solução alcalina e na síntese de geopolímero .....	29
Figura 3 - Solução alcalina sob agitação em agitador mecânico .....	30
Figura 4 – Adição dos precursores bentonita calcinada e alumina à solução alcalina .....	31
Figura 5 - Mistura resultante da síntese de geopolímero.....	32
Figura 6 – Mistura resultante da síntese de geopolímero em moldes para etapa de cura .....	33
Figura 7 - Amostras imersas no teste de solubilidade no tempo inicial (0 h) e após 2 h.....	41
Figura 8 – Amostras antes e após o teste de solubilidade. ....	42
Figura 9 – Difratoograma da bentonita e da bentonita calcinada à 800°C por 4 h. ....	45
Figura 10 – Difratoograma da bentonita calcinada, alumina e das amostras de geopolímeros.....	47

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Proporção dos reagentes das soluções alcalinas.....	28
Tabela 2 – Formulações utilizadas na síntese de geopolímeros .....	33
Tabela 3 – Área superficial da bentonita e da bentonita calcinada.....	40
Tabela 4 – Percentual da composição química das amostras determinadas por Fluorescência de Raios X (FRX).....	42
Tabela 5 – Razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	43

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

BET - Brunauer-Emmett-Teller (método de análise de área superficial)

DRX - Difração de Raios X

FRX - Fluorescência de Raios X

PP - Polipropileno

RPM - Rotações por Minuto

## SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2.</b>	<b>OBJETIVOS.....</b>	<b>15</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	15
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
<b>3.</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>16</b>
3.1	GEOPOLÍMEROS.....	16
<b>3.1.1</b>	<b>CONSIDERAÇÕES GERAIS.....</b>	<b>16</b>
<b>3.1.2</b>	<b>SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS .....</b>	<b>17</b>
3.2	BENTONITA.....	19
<b>3.2.1</b>	<b>CONSIDERAÇÕES GERAIS.....</b>	<b>19</b>
<b>3.2.2</b>	<b>BENTONITA COMO PRECURSOR NA SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS</b>	<b>21</b>
3.3	ALUMINA .....	22
<b>3.3.1</b>	<b>CONSIDERAÇÕES GERAIS.....</b>	<b>22</b>
<b>3.3.2</b>	<b>ALUMINA NA SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS.....</b>	<b>24</b>
<b>4.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>26</b>
4.1	MATERIAIS.....	26
4.2	MÉTODOS .....	26
<b>4.2.1</b>	<b>CALCINAÇÃO DA BENTONITA .....</b>	<b>26</b>
<b>4.2.2</b>	<b>SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO .....</b>	<b>27</b>
<b>4.2.3</b>	<b>SOLUÇÃO ALCALINA.....</b>	<b>28</b>
<b>4.2.4</b>	<b>SÍNTESE DO GEOPOLÍMERO .....</b>	<b>30</b>
<b>4.2.5</b>	<b>TESTE DE SOLUBILIDADE.....</b>	<b>34</b>
4.3	CHARACTERIZAÇÃO .....	35
<b>4.3.1</b>	<b>DIFRAÇÃO DE RAIO-X (DRX).....</b>	<b>35</b>
<b>4.3.2</b>	<b>FLUORESCÊNCIA DE RAIO-X (FRX) .....</b>	<b>36</b>
<b>4.3.3</b>	<b>ÁREA SUPERFICIAL – MÉTODO BET .....</b>	<b>38</b>
<b>5.</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>40</b>
5.1	ÁREA SUPERFICIAL – MÉTODO BET .....	40
5.2	TESTE DE SOLUBILIDADE .....	40
5.3	FLUORESCÊNCIA DE RAIO-X (FRX).....	42
5.4	DIFRAÇÃO DE RAIO-X (DRX) .....	44
<b>5.4.1</b>	<b>BENTONITA E BENTONITA CALCINADA.....</b>	<b>44</b>

<b>5.4.2</b>	<b>GEOPOLÍMEROS.....</b>	<b>45</b>
<b>6.</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>48</b>
<b>7.</b>	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>50</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Os geopolímeros estão em evidência como materiais promissores no campo da engenharia de materiais, destacando-se por sua sustentabilidade ambiental e propriedades mecânicas superiores em comparação com materiais tradicionais, como o cimento Portland. Os geopolímeros são materiais inorgânicos obtidos por meio da ativação alcalina de precursores ricos em aluminossilicatos, como argilas e resíduos industriais (DAVIDOVITS, 2011). Sua produção gera consideravelmente menos gás carbônico ( $\text{CO}_2$ ) e é realizada em temperaturas mais baixas, o que os torna uma escolha interessante para aplicações que exigem resistência térmica e química, como revestimentos protetores, materiais de construção e, mais recentemente, biomateriais. (DUXSON et al., 2007; PROVIS, 2014).

A bentonita, uma argila natural composta predominantemente por montmorilonita, tem sido investigada como precursor para geopolímeros devido à sua alta reatividade quando submetida a processos de calcinação. A calcinação promove a desidroxilação da estrutura da bentonita, aumentando sua capacidade de reagir com soluções alcalinas e formando uma matriz geopolimérica tridimensional (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014). No entanto, a alta razão óxido de silício/óxido de alumínio ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) da bentonita pode limitar a formação de uma estrutura geopolimérica ideal, que geralmente requer uma razão entre 2 e 4 para otimizar propriedades como resistência mecânica e estabilidade química (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006). Para contornar essa limitação, a adição de fontes complementares de alumínio, como a alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), tem sido explorada como estratégia para ajustar a composição química do sistema e melhorar o desempenho do material resultante (VALADARES, 2021).

Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo investigar a síntese e caracterização de geopolímeros à base de bentonita calcinada e alumina, visando compreender a influência da adição de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na formação e nas propriedades do material. A combinação desses precursores busca otimizar a razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , favorecendo a formação de uma matriz geopolimérica mais estável e resistente. Além disso, o estudo avalia o impacto de diferentes formulações e condições de processamento na microestrutura e no desempenho dos geopolímeros produzidos, utilizando técnicas de caracterização como difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX) e análise de área superficial (BET).

A relevância deste trabalho reside no potencial dos geopolímeros como materiais sustentáveis e de alto desempenho, capazes de substituir materiais convencionais em aplicações que exigem durabilidade e resistência a condições extremas. Além disso, a utilização de bentonita, aliada à incorporação de alumina, abre caminho para o desenvolvimento de materiais inovadores com custo acessível e menor impacto ambiental. Os resultados obtidos contribuem para o avanço do conhecimento na área de geopolímeros, fornecendo insights valiosos para futuras aplicações industriais e tecnológicas.

## 2. OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho serão divididos em objetivo geral e objetivos específicos, conforme descrito a seguir.

### 2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é investigar a formação de geopolímeros a partir de bentonita calcinada, além de bentonita calcinada com adição de alumina, por meio da síntese e caracterização de diferentes formulações.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos são:

- Preparar e sintetizar 15 formulações distintas, todas contendo bentonita calcinada a 800°C por 4 h, silicato de sódio e hidróxido de sódio, sendo que, em 10 dessas formulações, também foi adicionada alumina.
- Caracterizar a bentonita antes e após a calcinação por meio de DRX (Difração de Raios X) e BET (Brunauer-Emmett-Teller) para determinar a estrutura cristalina e a área superficial.
- Realizar um teste preliminar de solubilidade das amostras em água para identificar formulações que não formaram geopolímero.
- Determinar a composição química dos geopolímeros sintetizados por meio de FRX (Fluorescência de Raios X), com o objetivo de estabelecer a razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- Caracterizar os geopolímeros obtidos por meio de DRX para avaliar a formação da estrutura geopolimérica.
- Comparar os resultados obtidos nas diferentes formulações para identificar quais condições favorecem a formação de um geopolímero estável.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica deste estudo apresenta informações essenciais sobre os geopolímeros, destacando suas principais características e os materiais utilizados em sua síntese. O objetivo desta seção é fornecer embasamento teórico para a interpretação dos resultados experimentais, contextualizando os conceitos fundamentais e as propriedades dos componentes empregados na pesquisa.

#### 3.1 GEOPOLÍMEROS

##### 3.1.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Os geopolímeros surgiram a partir de pesquisas iniciadas na década de 1970 por Joseph Davidovits, motivadas pela necessidade de alternativas aos polímeros termofixos orgânicos, que se mostravam vulneráveis em situações de incêndio devido à sua inflamabilidade e emissão de gases tóxicos. Esse interesse ganhou força em um cenário europeu marcado por preocupações com segurança contra fogo, como após incidentes notórios na época. Por suas propriedades únicas, como resistência a altas temperaturas (até 1200°C) e baixa emissão de CO<sub>2</sub> durante a produção, os geopolímeros têm sido aplicados em diversas áreas: como revestimentos antichamas em navios de cruzeiro, resinas em compósitos de fibra de carbono para ambientes de alta temperatura, proteção térmica em estruturas de madeira, adesivos resistentes ao calor e refratários monolíticos, entre outros usos inovadores (DAVIDOVITS, 2011).

O termo “geopolímero” foi empregado para nomear um material composto predominantemente por óxidos de alumínio e silício, os principais constituintes da crosta terrestre, justificando o prefixo “geo”. O sufixo “polímero” refere-se ao processo de polimerização que ocorre durante a síntese do (BUCHWALD; DOMBROWSKI; WEIL, 2005; DAVIDOVITS, 2011). A denominação “geopolímero” busca traduzir a natureza deste material, caracterizado como um polímero inorgânico (OSÓRIO, 2006).

As aplicações potenciais dos geopolímeros abrangem um espectro amplo de setores industriais e tecnológicos (DAVIDOVITS, 2011). Na construção civil, têm sido empregados na produção de concretos especiais, argamassas de alto desempenho e elementos pré-fabricados. Sua resistência ao fogo os torna ideais para sistemas de

proteção passiva em estruturas críticas, como navios, aeronaves e edificações de grande porte (BUCHWALD et al., 2005). Recentemente, explorou-se com sucesso seu uso na área biomédica, particularmente no desenvolvimento de implantes ósseos, aproveitando sua biocompatibilidade e capacidade de promover a osteointegração (VALADARES, 2019). Outra aplicação envolve o encapsulamento de resíduos, incluindo metais pesados e materiais radioativos, onde a matriz geopolimérica atua como uma barreira eficaz contra a lixiviação (PROVIS; VAN DEVENTER, 2009).

Apesar dessas vantagens, a adoção em larga escala dos geopolímeros ainda enfrenta desafios significativos (SILVA et al., 2007). A variabilidade natural na composição das matérias-primas, especialmente no caso de argilas e resíduos industriais, pode comprometer a reprodutibilidade das propriedades finais do material. Além disso, os ativadores alcalinos tradicionalmente utilizados no processo (como hidróxido de sódio e silicatos) apresentam limitações relacionadas à sua corrosividade e ao impacto ambiental associado à sua produção (GRANIZO et al., 2007). Pesquisas recentes têm buscado superar esses obstáculos através da exploração de fontes alternativas de aluminossilicatos, como resíduos de mineração e cinzas de biomassa, bem como do desenvolvimento de novos sistemas ativadores menos agressivos e mais sustentáveis (SLANÝ et al., 2023).

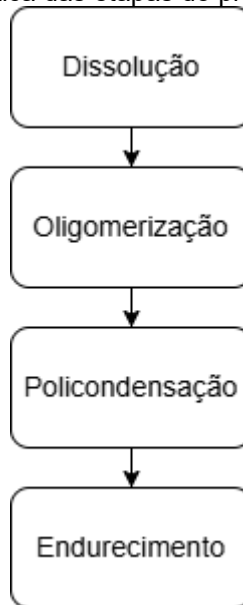
### 3.1.2 SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS

A geopolimerização é um processo que permite a síntese de materiais inorgânicos a partir da ativação alcalina de aluminossilicatos. Esse método tem despertado grande interesse por possibilitar a obtenção de materiais com boas propriedades mecânicas e maior sustentabilidade ambiental, uma vez que pode substituir materiais convencionais em diversas aplicações. A formação dos geopolímeros ocorre por meio de um conjunto de reações químicas bem definidas (PROVIS, 2014).

O primeiro estágio do processo é a dissolução, onde os aluminossilicatos são expostos a uma solução alcalina, resultando na liberação de íons de silício (Si) e alumínio (Al). Em seguida, essas espécies dissolvidas começam a interagir e se recombinar, dando origem a pequenas estruturas chamadas oligômeros. Na etapa seguinte, conhecida como policondensação, os oligômeros continuam se organizando, formando uma rede tridimensional de aluminossilicatos, que dá estrutura

ao material. Por fim, ocorre o endurecimento, no qual essa rede se estabiliza e cristaliza, conferindo resistência ao geopolímero formado (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO, 2005). A Figura 1 é uma representação esquemática das etapas do processo de geopolimerização.

Figura 1 – Representação esquemática das etapas do processo de geopolimerização



Fonte: autora

A bentonita é um dos materiais que pode ser utilizado como precursor na síntese de geopolímeros devido à sua composição rica em aluminossilicatos. No entanto, para que sua reatividade seja otimizada, é necessário submetê-la a um processo de calcinação, que promove a desidroxilação da estrutura da bentonita e aumenta sua capacidade de reagir com a solução ativadora (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

Buscando aprimorar ainda mais as propriedades desses geopolímeros, uma abordagem possível é a adição de uma fonte extra de alumínio ao sistema. No presente estudo, utilizou-se óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) como aditivo na mistura de bentonita calcinada e hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ). A presença de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fornece alumínio adicional para incorporação durante a geopolimerização. Esse fator pode reduzir a razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  da mistura, aproximando-a da faixa considerada ideal (entre 2 e 4), o que favorece a melhoria das propriedades mecânicas do material (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).

Além disso, a maior disponibilidade de alumínio pode favorecer a formação de zeólitas com menor razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  como produtos secundários da reação. No entanto, a reatividade do óxido de alumínio dependerá de variáveis como pH, temperatura e tempo de cura. Diferentemente do aluminato de sódio, que fornece alumínio de forma mais prontamente disponível para a reação, o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pode apresentar um comportamento distinto, exigindo condições específicas para sua incorporação eficiente na matriz geopolimérica (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

Dessa forma, o controle da razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  por meio da adição de óxido de alumínio se mostra um fator determinante na otimização das propriedades dos geopolímeros à base de bentonita. O estudo desses parâmetros é essencial para compreender o comportamento desses materiais e explorar seu potencial para aplicações estruturais e tecnológicas (CHINDAPRASIRT et al., 2012).

Por outro lado, nem toda fonte de alumínio adicional contribui para a melhora do desempenho do material. A adição de bauxita, por exemplo, não se mostra eficaz nesse contexto, pois seu alumínio está predominantemente na forma octaédrica, o que impede sua participação ativa no processo de policondensação. Isso reforça a importância do controle da razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  e da escolha adequada da fonte de alumínio para otimizar as propriedades dos geopolímeros à base de bentonita (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

Dessa forma, a geopolimerização de bentonita, com ou sem a adição de alumina, pode resultar em materiais com boas propriedades mecânicas e químicas, dependendo das condições de síntese e da composição dos reagentes utilizados. O estudo desses fatores é essencial para entender o comportamento dos geopolímeros e explorar suas possíveis aplicações (PROVIS, 2014).

## 3.2 BENTONITA

### 3.2.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

A bentonita é uma argila amplamente conhecida por suas propriedades versáteis e pelo seu potencial em diversas aplicações industriais e científicas. Seu principal mineral, a montmorilonita, é rico em alumínio e silício, tornando essa argila um material promissor para diferentes usos, incluindo a síntese de geopolímeros. Nos

últimos anos, a busca por alternativas mais sustentáveis para a construção civil tem impulsionado o estudo da bentonita como um precursor viável na produção de materiais cimentícios ecológicos (NUNES; FERREIRA, 2008).

O grande diferencial da bentonita está na sua estrutura em camadas expansíveis, o que lhe confere uma alta capacidade de absorção de água e troca catiônica. Essa característica permite que a argila interaja quimicamente com diferentes compostos, tornando-a útil em uma ampla gama de aplicações (LUZ; OLIVEIRA, 2008). Além disso, sua composição mineralógica rica em montmorilonita proporciona boas propriedades reológicas e mecânicas, características essenciais para seu uso como precursor na síntese de geopolímeros.

O Brasil possui reservas expressivas de bentonita, principalmente nos estados da Paraíba, São Paulo e Bahia. Essa abundância facilita o acesso ao material tanto para pesquisa quanto para aplicações industriais, tornando seu uso ainda mais atrativo (COELHO; CABRAL JUNIOR, 2010). Quando comparada a outros argilominerais naturalmente disponíveis, como o caulim ou a caulinita, a bentonita apresenta custo relativamente acessível, o que contribui para sua atratividade como precursor em processos geopoliméricos (NUNES; FERREIRA, 2008). Vale destacar que, assim como ocorre na produção de metacaulim — obtido por calcinação do caulim —, a bentonita utilizada neste trabalho também será submetida à calcinação, o que torna mais adequada a comparação entre esses materiais transformados do que com seus estados naturais.

O uso da bentonita na síntese de geopolímeros traz diversas vantagens, sendo a principal delas a sustentabilidade. Diferentemente do cimento Portland, cuja produção é altamente emissora de CO<sub>2</sub>, os geopolímeros ativados alcalinamente a partir de bentonita apresentam um impacto ambiental significativamente menor (BRAZ, 2002 apud BALTAR; LUZ, 2003).

Além disso, a versatilidade da bentonita permite que ela seja combinada com outros resíduos industriais, como cinzas volantes e escória granulada, otimizando suas propriedades mecânicas e reduzindo ainda mais os custos de produção. Isso amplia suas possibilidades de aplicação, incluindo:

- **Construção civil:** Uso em argamassas e concretos estruturais.
- **Isolantes térmicos e acústicos:** Devido à sua estrutura porosa e baixa condutividade térmica.

- **Encapsulamento de resíduos tóxicos:** Graças à sua elevada capacidade de adsorção e retenção de íons (LUZ; OLIVEIRA, 2008).

Dessa forma, a bentonita se mostra um material altamente promissor para a engenharia de materiais, unindo viabilidade econômica, abundância e benefícios ambientais. Seu potencial na síntese de geopolímeros reforça a importância de continuar explorando essa argila como alternativa sustentável na construção civil e em outras aplicações inovadoras.

### 3.2.2 BENTONITA COMO PRECURSOR NA SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS

A bentonita é um material promissor para a síntese de geopolímeros devido à sua composição rica em aluminossilicatos e à sua reatividade quando ativada alcalinamente (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO, 2003). Esse mineral é predominantemente composto por montmorilonita, cuja estrutura proporciona uma quantidade significativa de sílica e alumina, elementos essenciais para o processo de geopolimerização (BUCHWALD et al., 2009).

Para aumentar a reatividade da bentonita, um dos métodos mais utilizados é a calcinação, que consiste no tratamento térmico da argila a temperaturas entre 550 e 850°C (GRANIZO et al., 2007). Esse processo remove grupos hidroxila, reduzindo a cristalinidade do material e aumentando a fração amorfa, tornando-o mais suscetível à ativação alcalina (DUXSON et al., 2007). Quando submetida a esse tratamento, a bentonita torna-se capaz de reagir com ativadores alcalinos, como hidróxido de sódio e silicato de sódio, promovendo a formação de uma matriz geopolimérica (PROVIS, 2014).

A razão molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  da bentonita é um fator determinante para sua reatividade e para as propriedades finais do geopolímero formado (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006). Em geral, bentonitas apresentam um alto teor de sílica (entre 50 e 60%), podendo ser necessário o acréscimo de fontes adicionais de alumínio para alcançar proporções ideais, geralmente situadas entre 2 e 4 (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014). A otimização dessa razão favorece a formação de uma estrutura mais estável e resistente (FLETCHER et al., 2005).

Geopolímeros produzidos a partir da bentonita podem desenvolver boas propriedades mecânicas, com alguns estudos relatando resistências à compressão

superiores a 50 MPa após ativação alcalina e cura térmica (CHINDAPRASIRT et al., 2012).

Diversos fatores influenciam as características finais dos geopolímeros à base de bentonita, incluindo a composição do ativador alcalino, as condições de cura e a adição de materiais suplementares (DUXSON et al., 2005). Entre as vantagens do uso da bentonita como precursor geopolimérico, destacam-se sua ampla disponibilidade, baixo custo, elevada área de superfície e boa capacidade de troca catiônica (HU et al., 2009).

Assim, embora a bentonita apresente grande potencial como fonte de aluminossilicatos para a síntese de geopolímeros, a otimização das condições de processamento e ativação ainda é necessária para explorar plenamente suas propriedades e obter materiais com desempenho aprimorado (SILVA et al., 2007).

### 3.3 ALUMINA

#### 3.3.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

A alumina, ou óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), é amplamente utilizado na síntese de geopolímeros. Sua composição confere propriedades únicas que a tornam um material versátil e essencial para diversas aplicações. A alumina é amplamente reconhecida por sua estrutura cristalina, sendo a  $\alpha$ -alumina, ou coríndon, a forma mais estável e comum, frequentemente utilizada em processos industriais (DONG e JIA, 2023). Além disso, sua pureza varia conforme o grau de refinamento, o que influencia diretamente suas propriedades e aplicações. Aluminas de alta pureza, por exemplo, são mais caras, mas oferecem desempenho superior em contextos que exigem maior controle químico e térmico (ACOSTA e GÓMEZ, 2023).

No Brasil, a alumina possui uma posição estratégica devido à abundância de bauxita, o minério do qual ela é extraída. O país é um dos maiores produtores mundiais de bauxita, e a presença de diversas refinarias de alumina em seu território facilita o acesso ao material, reduzindo custos de transporte e importação (NATIONAL CENTER FOR BIOTECHNOLOGY INFORMATION, 2023a). Essa disponibilidade local não só fortalece a indústria nacional, mas também impulsiona pesquisas acadêmicas que buscam explorar novas aplicações para a alumina, como na síntese de geopolímeros. A produção significativa de alumina no Brasil torna o material

acessível e economicamente viável, o que é um fator crucial para o desenvolvimento de tecnologias sustentáveis (NATIONAL CENTER FOR BIOTECHNOLOGY INFORMATION, 2023b).

No contexto dos geopolímeros, a alumina desempenha um papel central. Ela é a principal fonte de íons  $Al^{3+}$ , essenciais para a formação da rede tridimensional que caracteriza esses materiais. A quantidade e o tipo de alumina utilizados influenciam diretamente as propriedades mecânicas e químicas dos geopolímeros, como resistência à compressão, durabilidade e estabilidade térmica (CROSBIE e NICHOLSON, 2023). Além disso, a versatilidade da alumina permite que diferentes formas do material sejam empregadas, como alumina calcinada, hidróxido de alumínio ou mesmo resíduos industriais ricos em alumina. Essa flexibilidade abre caminho para a utilização de subprodutos de outros processos industriais, promovendo a economia circular e reduzindo o impacto ambiental (KRUTILIN e KRAPCHETOVA, 2023).

Do ponto de vista econômico, o custo da alumina pode variar significativamente, dependendo de fatores como o grau de pureza e as flutuações do mercado internacional de commodities. Aluminas de alta pureza, por exemplo, são mais caras, mas oferecem propriedades superiores que justificam seu uso em aplicações específicas (ACOSTA e GÓMEZ, 2023). No entanto, a produção nacional no Brasil ajuda a mitigar esses custos, tornando o material mais acessível para a indústria e para pesquisas (NATIONAL CENTER FOR BIOTECHNOLOGY INFORMATION, 2023a).

Em suma, a alumina é um componente fundamental para o desenvolvimento de geopolímeros e outras tecnologias sustentáveis. Sua abundância no Brasil, aliada às suas propriedades físico-químicas, a torna uma opção atrativa tanto para a indústria quanto para a pesquisa acadêmica. Ao explorar as possibilidades oferecidas pela alumina, é possível avançar no desenvolvimento de materiais inovadores que atendam às demandas da indústria moderna, ao mesmo tempo em que se promove a sustentabilidade ambiental. A combinação de disponibilidade, versatilidade e potencial para redução de impactos ambientais faz da alumina um material de grande relevância para o futuro da ciência e da tecnologia.

### 3.3.2 ALUMINA NA SÍNTESE DE GEOPOLÍMEROS

A alumina tem um papel fundamental como complemento na síntese de geopolímeros à base de bentonita, otimizando as propriedades mecânicas e auxiliando na formação de fases reativas, com a diminuição da razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , fator determinante na polimerização alcalina (FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ et al., 2006).

Geopolímeros são materiais cimentícios inorgânicos obtidos por ativação alcalina de precursores ricos em aluminossilicatos. Durante esse processo, a alumina contribui para a formação de redes poliméricas tridimensionais que conferem resistência mecânica, durabilidade e estabilidade química ao material (VALADARES, 2021). A alumina participa do processo de geopolimerização formando ligações Al-O-Si em meio alcalino, resultando em uma estrutura reticulada composta por tetraedros de alumínio e silício interligados, essenciais para garantir a resistência mecânica e a estabilidade do material (PROVIS; VAN DEVENTER, 2014).

A presença de alumina no sistema geopolímero influencia diretamente a relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , um dos principais parâmetros na definição das propriedades do material. Estudos indicam que valores dessa relação entre 2 e 4 proporcionam um equilíbrio adequado entre resistência mecânica, porosidade e estabilidade estrutural (DUXSON et al., 2007).

A reatividade da alumina depende da forma estrutural do alumínio presente no precursor. Existem duas principais formas reativas:

- **Alumina tetraédrica:** Essa forma é altamente reativa e diretamente envolvida na formação da matriz geopolimérica. Fontes como aluminato de sódio fornecem alumínio tetraédrico, que melhora a resistência mecânica e compactação do material (PROVIS; VAN DEVENTER, 2014).
- **Alumina octaédrica:** Presente em materiais como bauxita e algumas argilas, essa forma possui menor reatividade e, frequentemente, atua mais como um material de preenchimento do que como um reagente ativo no processo de geopolimerização (VALADARES, 2021).

A conversão da alumina para sua forma mais reativa pode ser promovida por tratamentos térmicos, como a calcinação, que desidroxila as estruturas aluminossilicatadas e aumenta sua reatividade química (DUXSON et al., 2007).

Diversos materiais podem ser utilizados como fontes de alumina para geopolímeros, sendo sua eficiência dependente da mineralogia e da reatividade do alumínio presente:

- **Metacaulinita:** Obtida pela calcinação da caulinita, essa argila calcinada é uma das fontes mais reativas de alumina e sílica para geopolímeros (DUXSON et al., 2007).
- **Óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ):** Usado para ajustar a relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  e melhorar a estabilidade química da matriz geopolimérica (VALADARES, 2021).
- **Bauxita e argilas aluminosas:** Embora possam ser fontes viáveis, sua reatividade depende da presença de fases cristalinas menos solúveis, como gibbsita e caulinita (PROVIS; VAN DEVENTER, 2014).

A incorporação de alumina afeta diretamente as propriedades mecânicas, estruturais e químicas dos geopolímeros.

- **Resistência mecânica:** A presença de alumina reativa melhora a resistência à compressão devido à formação de uma matriz geopolimérica mais densa. No entanto, um excesso de alumina pode comprometer a resistência, aumentando a porosidade e alterando a relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  (DUXSON et al., 2007).
- **Porosidade e densidade:** A quantidade de alumina influencia a estrutura porosa do material. Um teor adequado resulta em uma matriz compacta, enquanto um excesso pode aumentar a formação de microporos, afetando a densidade e a durabilidade (PROVIS; VAN DEVENTER, 2014).
- **Durabilidade:** A formação de redes de aluminossilicatos bem estruturadas aumenta a resistência dos geopolímeros a ambientes agressivos, como soluções ácidas e ricas em sulfatos (VALADARES, 2021).

A alumina desempenha um papel essencial na síntese de geopolímeros, atuando como um componente estrutural crítico na formação da matriz polimérica. Sua contribuição para a resistência mecânica, estabilidade química e microestrutura do material depende de sua forma reativa e da proporção em relação à sílica. A escolha da fonte de alumina e o controle da relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  são fatores determinantes para otimizar as propriedades do geopolímero à base de bentonita e garantir seu desempenho em aplicações estruturais e ambientais.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foram avaliadas 15 diferentes formulações com o objetivo de investigar a formação de geopolímeros à base de bentonita e à base de bentonita e alumina ativada alcalinamente. Para isso, foram preparadas e caracterizadas amostras contendo hidróxido de sódio, silicato de sódio e óxido de alumínio, variando suas proporções para verificar a influência desses componentes na estrutura final do material.

A metodologia adotada incluiu a preparação das misturas, a cura e a análise dos produtos formados para identificar a presença de uma matriz geopolimérica. As etapas experimentais foram delineadas para compreender o comportamento reativo dos materiais utilizados e sua capacidade de gerar uma rede polimérica estabilizada. A seguir, são detalhados os reagentes utilizados, os procedimentos adotados para síntese e as técnicas empregadas na caracterização das amostras.

### 4.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados para a síntese dos geopolímeros incluíram bentonita da marca Sigma-Aldrich, alumina de alta pureza (99,99%) da marca TKK, hidróxido de sódio (NaOH) em micro pérola P.A. da marca Neon, silicato de sódio C-325 da marca Manchester e água deionizada.

A solução de NaOH foi preparada a partir da dissolução do hidróxido de sódio micro perolado em água deionizada, um processo realizado com o auxílio de um agitador magnético para garantir a completa dissolução e evitar a formação de precipitados.

O silicato de sódio utilizado na pesquisa, identificado como silicato de sódio C-325 (BFC70), possui concentração de aproximadamente 30,55% e desempenha um papel fundamental na ativação alcalina, fornecendo silício para a estruturação da matriz geopolimérica.

### 4.2 MÉTODOS

#### 4.2.1 CALCINAÇÃO DA BENTONITA

A bentonita utilizada neste trabalho passou por um processo de calcinação com o objetivo de aumentar sua reatividade e adequá-la à síntese dos geopolímeros, conforme descrito por GRANIZO et al. (2007). O tratamento térmico foi realizado em um Forno Mufla Microprocessado, da marca Quimis modelo Q318M21, a 800°C por um período de 4 h, buscando a eliminação de compostos voláteis e a modificação da estrutura cristalina do material.

Esse processo tem como finalidade promover a desidroxilação dos minerais presentes na bentonita, tornando o alumínio mais disponível para a reação de geopolimerização (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014). Além disso, a temperatura e o tempo de exposição foram controlados para evitar a sinterização do material, garantindo que sua superfície específica permanecesse adequada para interações com a solução alcalina.

Após a calcinação, a bentonita foi submetida à caracterização por difração de raios X (DRX) para avaliar possíveis alterações em sua estrutura cristalina, bem como à análise de área superficial pelo método BET, a fim de verificar eventuais modificações na porosidade do material. Essas análises foram realizadas com o objetivo de compreender os efeitos do tratamento térmico e sua influência na reatividade da bentonita nas formulações testadas.

#### 4.2.2 SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO

Para a preparação da solução de hidróxido de sódio 10 Molar (M), a massa necessária de NaOH foi calculada com base na Equação a seguir:

$$Massa (g) = Molaridade (mol/L) \times Volume (L) \times Massa molar (g/mol)$$

Sabendo que a massa molar do NaOH é 40 g/mol, para preparar 1 litro de solução 10 M, a massa de NaOH foi determinada como:

$$Massa (g) = 10 \times 1 \times 40$$

Dessa forma, 400 g de NaOH foram pesados e dissolvidos em aproximadamente 700 mL de água deionizada, sob agitação constante utilizando um agitador magnético. A adição do NaOH foi realizada gradualmente para minimizar o

aquecimento excessivo da solução, uma vez que a dissolução do hidróxido de sódio em água é um processo exotérmico.

Após a completa dissolução do NaOH, a solução foi transferida para um balão volumétrico de 1 litro, e o volume foi completado com água deionizada até atingir 1.000 mL.

#### 4.2.3 SOLUÇÃO ALCALINA

A solução alcalina utilizada no experimento foi preparada a partir da mistura da solução de hidróxido de sódio 10 M com silicato de sódio, com o objetivo de obter um meio para promover a ativação da bentonita ou da combinação de bentonita e alumina na formação do geopolímero. Para atender às diferentes formulações do estudo, foram definidas cinco soluções alcalinas distintas, variando-se as proporções entre a solução de NaOH 10 M e o silicato de sódio, conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 - Proporção dos reagentes das soluções alcalinas

<b>NaOH 10 M (g)</b>	<b>Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (g)</b>
15	15
13	17
10	20
17	13
20	10

Fonte: autora

Inicialmente, a solução de hidróxido de sódio 10 M foi preparada conforme descrito anteriormente. Em seguida, cada uma das cinco soluções alcalinas foi obtida pela adição da solução de NaOH ao silicato de sódio, sendo a mistura realizada em um béquer de polipropileno (PP).

Para garantir a correta incorporação dos reagentes e a formação da solução alcalina, a mistura do silicato de sódio com a solução de NaOH foi realizada sob agitação controlada através de um agitador mecânico (Figura 2).

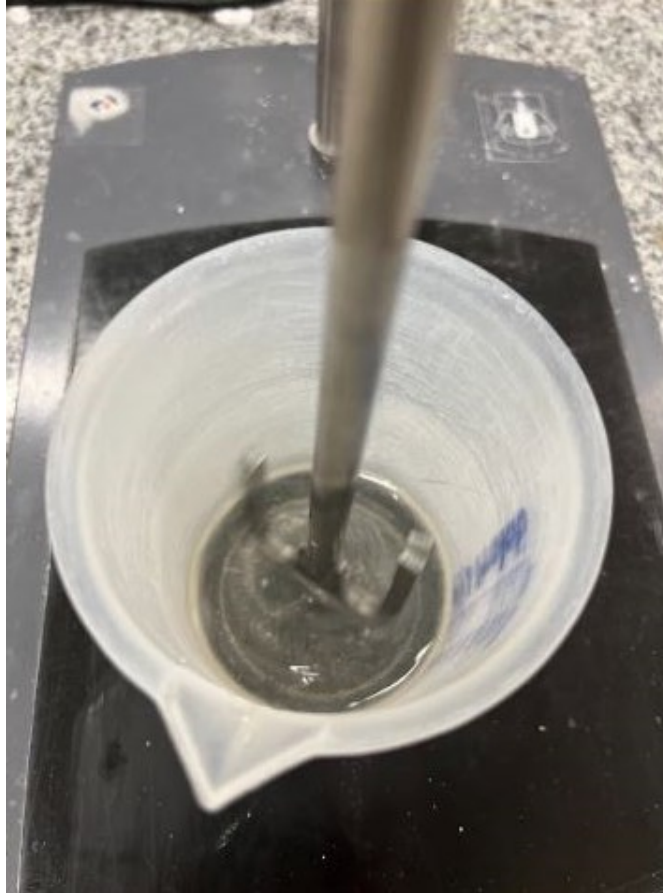
Figura 2 – Agitador mecânico utilizado na preparação da solução alcalina e na síntese de geopolímero



Fonte: autora

O processo foi conduzido a uma velocidade em torno de 300 RPM por 10 min, garantindo a completa homogeneização dos reagentes. A Figura 3 apresenta a solução alcalina sendo homogeneizada sob agitação em um agitador mecânico.

Figura 3 - Solução alcalina sob agitação em agitador mecânico



Fonte: autora

Após o período de agitação, a solução alcalina foi utilizada na síntese do geopolímero, com a adição subsequente da bentonita calcinada ou da mistura de bentonita calcinada e alumina, dando continuidade ao processo de geopolimerização.

#### 4.2.4 SÍNTESE DO GEOPOLÍMERO

Após a preparação da solução alcalina, obtida pela mistura da solução de hidróxido de sódio 10 M com silicato de sódio sob agitação mecânica, deu-se início à incorporação dos sólidos precursores. A bentonita calcinada, ou a combinação de bentonita calcinada e alumina, foi gradualmente adicionada à solução sob agitação em um agitador mecânico, inicialmente operando a uma velocidade inferior a 200 RPM. Esse procedimento visou minimizar a formação de grumos e garantir uma dispersão homogênea dos sólidos na fase líquida. A Figura 4 apresenta a etapa de incorporação dos precursores na solução alcalina.

Figura 4 – Adição dos precursores bentonita calcinada e alumina à solução alcalina



Fonte: autora

À medida que todo o pó foi incorporado à solução, a velocidade de agitação foi gradualmente aumentada para aproximadamente 300 RPM, mantendo-se esse regime por um período de 5 min. Esse aumento na intensidade da agitação teve como finalidade promover uma melhor interação entre os componentes, assegurando a homogeneização completa da mistura e favorecendo a ativação dos precursores geopoliméricos. A Figura 5 mostra uma das misturas ao final da agitação.

Figura 5 - Mistura resultante da síntese de geopolímero



Fonte: autora

Ao final do processo de geopolimerização, a mistura resultante foi vertida em moldes para a etapa de cura, como mostra a Figura 6. As amostras foram deixadas para secagem natural, com o tempo de cura variando em função das condições ambientais, como temperatura e umidade relativa, além do tamanho e formato dos corpos de prova. Essas variáveis influenciaram diretamente o tempo necessário para a completa estabilização estrutural dos geopolímeros.

Figura 6 – Mistura resultante da síntese de geopolímero em moldes para etapa de cura.



Fonte: autora

Para a realização dos experimentos, foram desenvolvidas 15 formulações distintas, variando-se a quantidade de solução hidróxido de sódio 10 M e silicato de sódio, enquanto a quantidade de bentonita calcinada permaneceu fixa. A partir da 6ª formulação, foram adicionados 7,5 g de alumina à composição, e da 11ª a 15ª formulação, a quantidade de alumina foi elevada para 15 g. A Tabela 2 apresenta a composição detalhada de cada formulação testada.

Tabela 2 – Formulações utilizadas na síntese de geopolímeros

<b>Amostra</b>	<b>NaOH (g)</b>	<b>Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> (g)</b>	<b>Bentonita (g)</b>	<b>Alumina (g)</b>
<b>1</b>	15	15	30	0
<b>2</b>	13	17	30	0
<b>3</b>	10	20	30	0
<b>4</b>	17	13	30	0
<b>5</b>	20	10	30	0
<b>6</b>	15	15	30	7,5
<b>7</b>	13	17	30	7,5
<b>8</b>	10	20	30	7,5
<b>9</b>	17	13	30	7,5
<b>10</b>	20	10	30	7,5
<b>11</b>	15	15	30	15
<b>12</b>	13	17	30	15
<b>13</b>	10	20	30	15
<b>14</b>	17	13	30	15
<b>15</b>	20	10	30	15

Fonte: autora

#### 4.2.5 TESTE DE SOLUBILIDADE

Durante o desenvolvimento deste trabalho, realizou-se o teste de solubilidade para avaliar se houve formação de geopolímero nas 15 formulações testadas. Esse teste é um indicativo da eficácia da geopolimerização, permitindo identificar se o material formado possui resistência adequada ao meio aquoso ou se ainda há componentes solúveis que podem comprometer suas propriedades (MATSIMBE et al., 2022).

Para esse experimento, foi utilizada uma amostra de cada uma das 15 formulações, coletadas após o período de cura. As amostras foram imersas em água fervente por 2 h. Durante esse tempo, observou-se se havia desintegração ou perda de massa significativa, o que indicaria uma formação incompleta da estrutura geopolimérica. Após a imersão, as amostras foram inspecionadas visualmente para verificar se apresentavam sinais de dissolução na água (MATSIMBE et al., 2022).

Esse teste foi fundamental para uma análise preliminar dos resultados das formulações desenvolvidas, uma vez que um geopolímero bem-formado deve apresentar baixa solubilidade, mantendo sua integridade estrutural (VALADARES, 2019; MATSIMBE et al., 2022). Por outro lado, materiais que passaram por um processo de geopolimerização incompleto tendem a apresentar maior solubilidade, com sinais de desintegração parcial ou total quando expostos à água (MATSIMBE et al., 2022).

Diversos fatores influenciam esse comportamento, como a composição da matéria-prima, a concentração e o tipo de ativador alcalino utilizado, as condições de cura (tempo e temperatura) e a relação entre sólidos e líquidos na formulação inicial (GARCÍA-LODEIRO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO, 2014; VALADARES, 2019; MATSIMBE et al., 2022). Assim, esse teste não apenas serviu para validar a estabilidade do material, mas também permitiu otimizar o desenvolvimento do trabalho. Apenas as amostras que não sofreram dissolução foram submetidas aos testes de caracterização, que serão abordados nos tópicos a seguir (MATSIMBE et al., 2022).

### 4.3 CARACTERIZAÇÃO

Os materiais foram submetidos a diferentes técnicas de caracterização para avaliar sua composição química, estrutura cristalina e área superficial específica. Essas análises são fundamentais para compreender a interação entre os reagentes e a formação da estrutura geopolimérica.

A Fluorescência de Raios X (FRX) e a Difração de Raios X (DRX) foram aplicadas às amostras de geopolímero que não se solubilizaram no teste de solubilidade. A análise de FRX teve como objetivo não apenas identificar os elementos presentes, mas principalmente avaliar a razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ . Já a análise de DRX, além de ser realizada nessas amostras, também foi empregada para caracterizar a bentonita antes e após o processo de calcinação e a alumina. Por fim, a análise da área superficial pelo método BET foi utilizada para determinar a superfície específica da bentonita, tanto em seu estado natural quanto após a calcinação.

#### 4.3.1 DIFRAÇÃO DE RAIO-X (DRX)

A difração de raios X (DRX) é uma técnica amplamente utilizada na caracterização de materiais, sendo especialmente relevante para aqueles que apresentam componentes cristalinos e amorfos. Sua principal finalidade é identificar e quantificar as fases cristalinas presentes em uma amostra, além de avaliar o grau de desordem estrutural em materiais parcialmente ou totalmente amorfos, como os geopolímeros (VALADARES, 2019; LONGHI *et al.*, 2019). No contexto deste estudo, o DRX foi aplicado com o objetivo de analisar a bentonita antes e após a calcinação, a alumina, além de caracterizar as amostras de geopolímero que não solubilizaram no teste de solubilidade, investigando a formação de novas fases cristalinas ou amorfas decorrentes do processo de geopolimerização.

Inicialmente, o DRX foi utilizado para caracterizar a bentonita em seu estado natural e após a calcinação, permitindo a identificação das fases cristalinas presentes e a avaliação das possíveis transformações estruturais ocasionadas pelo tratamento térmico. Minerais como montmorilonita e quartzo foram analisados para verificar se houve modificações que pudessem influenciar a reatividade do material na etapa de ativação alcalina (VALADARES, 2019; LONGHI *et al.*, 2019). Além disso, a alumina

também foi caracterizada por DRX, permitindo sua comparação com os difratogramas dos geopolímeros, a fim de avaliar a incorporação desse material na estrutura final.

Após essa etapa, o DRX foi empregado para analisar as amostras de geopolímero que não solubilizaram no teste de solubilidade, com o intuito de verificar se a reação de geopolimerização ocorreu de forma eficaz. A técnica possibilitou a identificação de picos de difração característicos dos minerais precursores, além da presença de halos amorfos, que indicam a formação do gel aluminossilicato (N-A-S-H), um dos principais produtos da reação de geopolimerização (VALADARES, 2019; LONGHI *et al.*, 2019). O desaparecimento ou a atenuação de determinados picos cristalinos após a ativação alcalina podem indicar a dissolução parcial dos componentes cristalinos e a formação da estrutura geopolimérica. A detecção de novas fases, como zeólitas, também fornece indícios sobre as transformações químicas e estruturais ocorridas durante o processo (VALADARES, 2019).

A análise por DRX é fundamental para compreender a reatividade da bentonita e da alumina, além da eficiência do processo de geopolimerização, fornecendo informações essenciais para a caracterização dos materiais produzidos. Essa técnica tem sido amplamente empregada na caracterização de geopolímeros obtidos a partir de diferentes precursores permitindo a identificação tanto de fases amorfas quanto cristalinas formadas ao longo do processo (VALADARES, 2019; LONGHI *et al.*, 2019).

No presente trabalho, a análise de Difração de Raios X (DRX) foi realizada utilizando o difratômetro Rigaku MiniFlex600, equipado com um tubo de raios X de 600 W e um detector de silício. Os dados foram coletados com um tamanho de passo de 0,1 na faixa de 2° a 100° (2 $\theta$ ). Para a identificação das fases cristalinas, foi utilizado o software X'Pert HighScore Plus. Além disso, os difratogramas foram obtidos com o auxílio do software OriginLab.

#### 4.3.2 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX)

A Fluorescência de Raios X (FRX) é uma técnica analítica amplamente utilizada para a determinação da composição química de materiais. Baseia-se na excitação dos átomos da amostra por meio de raios X, o que resulta na emissão de raios X característicos de cada elemento presente. Por ser um método não destrutivo, permite a identificação e quantificação de uma ampla gama de elementos, desde os

mais leves, como o sódio, até os mais pesados, como o urânio (VALADARES, 2021; GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

No estudo dos geopolímeros, a FRX desempenha um papel essencial na caracterização das matérias-primas e dos produtos finais. A análise permite determinar a composição química de precursores como metacaulim, bentonita calcinada e alumina, garantindo que esses materiais apresentem proporções adequadas de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) e alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), componentes fundamentais para a formação da estrutura geopolimérica (VALADARES, 2021; GARCÍA-LODEIRO et al., 2014). Além disso, a técnica possibilita a verificação da razão molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  no material final, um parâmetro essencial para o desenvolvimento da matriz geopolimérica e, conseqüentemente, para o desempenho do material.

A razão molar  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  tem influência direta nas propriedades dos geopolímeros. Em geral, essa relação varia entre 2 e 4, dependendo da aplicação desejada. Razões próximas a 2 favorecem a formação de uma estrutura mais densa e compacta, enquanto valores mais altos tendem a aumentar a porosidade do material (VALADARES, 2021; GARCÍA-LODEIRO et al., 2014). Essa variação afeta diretamente a resistência mecânica, uma vez que uma maior proporção de  $\text{SiO}_2$  contribui para a formação de uma matriz mais coesa e rica em ligações Si-O-Si, resultando em materiais com maior resistência estrutural. Além disso, a relação  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  influencia a estabilidade química dos geopolímeros em ambientes agressivos. Materiais com maior teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tendem a ser mais reativos em meios ácidos, o que pode impactar sua durabilidade (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

Nesse estudo, a análise de FRX foi realizada utilizando o espectrômetro EDX-7200 da marca Shimadzu, empregando o método de espectrometria de fluorescência de raios X por dispersão de energia.

A medição foi conduzida na atmosfera de ar. O colimador utilizado foi de 10 mm, e o equipamento operou com duas configurações distintas de voltagem e corrente para diferentes faixas elementares:

- **Al-U:** Tubo de radiação Ródio (Rh), 50 kV e corrente ajustada automaticamente (85  $\mu\text{A}$ ). Faixa de aquisição: 0 – 40 keV.
- **Na-Sc:** Tubo de radiação Ródio (Rh), 15 kV e corrente ajustada automaticamente (1000  $\mu\text{A}$ ). Faixa de aquisição: 0 – 20 keV.

### 4.3.3 ÁREA SUPERFICIAL – MÉTODO BET

A análise da área superficial pelo método BET (Brunauer, Emmet e Teller) é uma técnica amplamente utilizada para determinar a área superficial e específica de materiais porosos, como a bentonita. Este método é crucial para avaliar as propriedades físicas de materiais antes e após processos como a calcinação, que podem alterar significativamente suas características.

A análise BET mede a área superficial de um material por meio da adsorção de gases, geralmente nitrogênio, em diferentes pressões. O princípio básico é que a quantidade de gás adsorvido é diretamente proporcional à área superficial disponível para adsorção. A curva de adsorção é então ajustada à equação BET, que relaciona a quantidade de gás adsorvido com a pressão parcial do gás, permitindo calcular a área superficial específica do material (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938).

A equação definida por Brunauer, Emmett e Teller (1938) é representada da seguinte forma:

$$\frac{1}{V_a(P_0/P - 1)} = \frac{C - 1}{V_m C} \cdot \frac{P}{P_0} + \frac{1}{V_m C}$$

Onde:

- $V_a$ : Volume de gás adsorvido
- $P_0/P$ : Pressão relativa
- $V_m$ : Volume da monocamada
- $C$ : Constante relacionada à energia de adsorção

No contexto deste estudo, a análise BET foi aplicada para investigar as modificações estruturais da bentonita antes e após a calcinação a 800°C por 4 h. A calcinação é um processo térmico que remove componentes voláteis, como água adsorvida e grupos hidroxila, podendo causar colapso parcial ou reorganização da estrutura porosa (DUXSON et al., 2007).

A bentonita natural tende a apresentar uma alta área superficial devido à sua estrutura lamelar e capacidade de adsorção de moléculas de água entre suas camadas (REFAEY, 2022). No entanto, a calcinação pode afetar essa estrutura de diferentes maneiras:

**Redução da área superficial:** devido ao fechamento parcial dos poros pela sinterização ou colapso estrutural das camadas (REFAEY, 2022).

**Aumento da área superficial:** se ocorrer a remoção de compostos que estavam bloqueando a porosidade, expondo novas superfícies ativas (SLANÝ et al., 2023).

A comparação entre os valores de área superficial antes e após a calcinação permite compreender o impacto desse tratamento térmico na estrutura da bentonita e sua influência na reatividade do material. Essa análise é essencial para avaliar sua adequação como precursor na formação de geopolímeros, visto que a área superficial afeta diretamente a interação entre os reagentes e a formação do gel aluminossilicato (N-A-S-H), principal produto da geopolimerização (DUXSON et al., 2007).

Para a análise da área superficial, utilizou-se o equipamento Autosorb 6100, da fabricante Anton Paar – QuantaTec, um analisador de fisissorção de nitrogênio a alto vácuo, projetado para medições avançadas de área superficial pelo método BET e distribuição de tamanho de poros.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 ÁREA SUPERFICIAL – MÉTODO BET

A análise BET permitiu quantificar a área superficial da bentonita antes e após a calcinação, evidenciando o impacto do tratamento térmico na estrutura porosa do material. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 3 – Área superficial da bentonita e da bentonita calcinada:

Tabela 3 – Área superficial da bentonita e da bentonita calcinada

<b>Amostra</b>	<b>Área superficial (m<sup>2</sup>/g)</b>
Bentonita	29,64
Bentonita Calcinada	10,43

Fonte: autora

Os resultados indicam uma redução significativa da área superficial da bentonita após a calcinação, passando de 29,64 m<sup>2</sup>/g para 10,43 m<sup>2</sup>/g. Essa diminuição, segundo Refaey (2022), sugere um colapso parcial da estrutura lamelar, possivelmente devido à remoção de água adsorvida e grupos hidroxila, o que pode ter levado à sinterização parcial do material e fechamento dos poros.

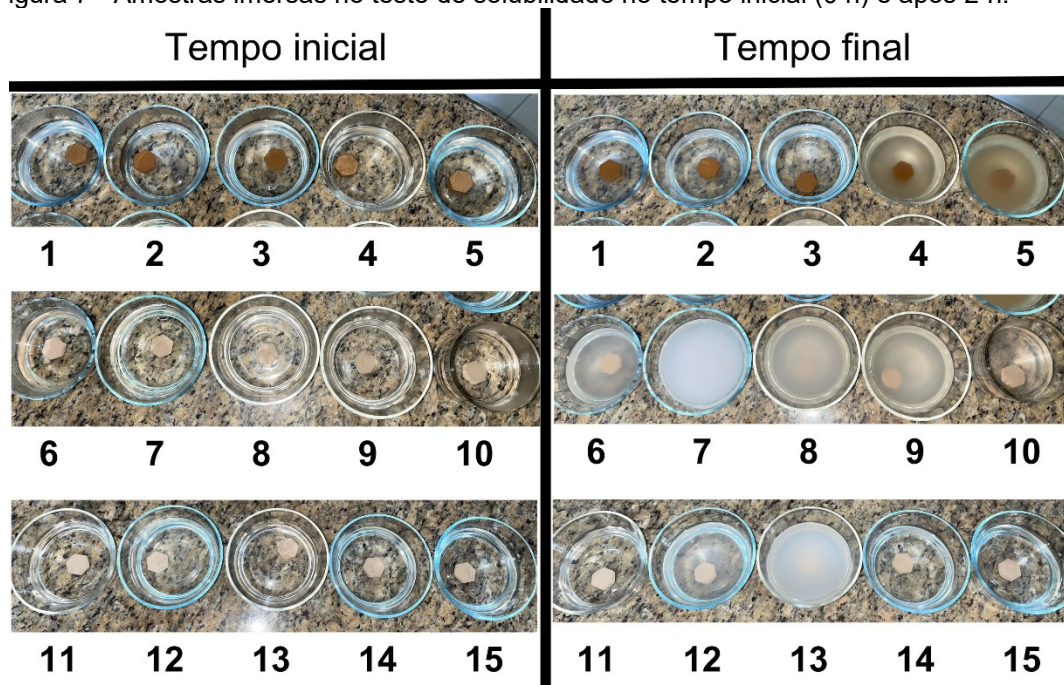
A redução da área superficial pode impactar diretamente a reatividade da bentonita como precursor geopolimérico, uma vez que a menor disponibilidade de superfície ativa pode afetar a interação entre os reagentes e a formação do gel aluminossilicato (N-A-S-H) (DUXSON et al., 2007). No entanto, essa transformação estrutural pode também indicar uma modificação favorável para determinadas aplicações, dependendo do desempenho desejado no material final.

### 5.2 TESTE DE SOLUBILIDADE

O teste de solubilidade foi realizado com o objetivo de avaliar a resistência das amostras ao meio aquoso e verificar a eficácia do processo de geopolimerização nas 15 formulações desenvolvidas. Esse ensaio é um indicativo da estabilidade do material formado, permitindo identificar se a estrutura geopolimérica foi adequadamente consolidada ou se ainda há componentes solúveis que podem comprometer suas propriedades (MATSIMBE et al., 2022).

Após um período de 2 h de imersão, observou-se que algumas amostras apresentaram desintegração parcial, indicando uma formação incompleta da estrutura geopolimérica. Esse comportamento pode estar associado a fatores como a composição da matéria-prima, a concentração e o tipo de ativador alcalino utilizado, as condições de cura (tempo e temperatura) e a relação entre sólidos e líquidos na formulação inicial (GARCÍA-LODEIRO; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ; PALOMO, 2014; VALADARES, 2019; MATSIMBE et al., 2022). A Figura 7 mostra as amostras imersas no tempo inicial e após as duas h, permitindo a comparação visual entre aquelas que mantiveram sua integridade estrutural e as que sofreram degradação.

Figura 7 - Amostras imersas no teste de solubilidade no tempo inicial (0 h) e após 2 h.



Fonte: autora

Dentre as 15 formulações testadas, apenas as amostras 1, 2, 3, 10, 11, 14 e 15 aparentemente não se solubilizaram ao final do ensaio. Esses resultados indicam que, nessas formulações, o processo de geopolimerização ocorreu de forma mais eficiente, resultando em uma estrutura com maior resistência à dissolução em meio aquoso (VALADARES, 2019; MATSIMBE et al., 2022).

A integridade dessas amostras pode estar relacionada a fatores como a composição da solução ativadora, a proporção entre sólidos e líquidos e a presença de alumina nas formulações. Como apenas essas formulações demonstraram estabilidade, elas foram selecionadas para as análises de caracterização, que serão

discutidas nos tópicos a seguir. A Figura 8 apresenta uma comparação visual das amostras antes e após o teste de solubilidade, destacando aquelas que aparentemente permaneceram intactas ao final do ensaio.



Fonte: autora

### 5.3 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X (FRX)

A composição química das amostras que não se solubilizaram durante o teste de solubilidade foi determinada por Fluorescência de Raios X (FRX), permitindo a identificação e quantificação dos principais óxidos presentes. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Percentual da composição química das amostras determinadas por Fluorescência de Raios X (FRX).

Amostra	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SO <sub>3</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	SrO	ZrO <sub>2</sub>	ZnO	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	PbO	Ga <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ThO <sub>2</sub>	NbO	CuO	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	OsO <sub>4</sub>	Rb <sub>2</sub> O
1	75,704	16,571	3,816	2,088	1,183	0,341	0,187	0,04	0,026	0,009	0,007	0,006	0,005	0,005	0,004	0,004	0,004	x	x	x
2	75,697	16,742	3,91	1,782	1,21	0,368	0,18	0,041	0,026	0,01	0,007	0,007	0,004	0,005	0,004	0,004	0,003	x	x	x
3	72,148	15,054	4,756	5,946	1,349	0,395	0,213	0,052	0,033	0,011	0,009	0,008	0,006	0,006	0,005	0,005	0,004	x	x	x
10	53,932	34,318	7,052	1,713	2,088	0,351	0,279	0,092	0,071	0,02	0,017	0,015	0,012	0,013	0,011	0,008	0,007	x	x	x
11	44,548	48,284	4,904	0,417	1,144	0,326	0,202	0,056	0,044	0,015	0,011	0,009	0,01	0,011	0,007	0,006	0,005	x	x	x
14	46,542	43,695	6,937	0,338	1,524	0,43	0,267	0,085	0,066	0,02	0,016	0,012	0,013	0,015	0,011	0,008	0,007	0,015	x	x
15	40,77	41,918	12,626	0,345	2,772	0,472	0,415	0,218	0,165	0,049	0,04	0,026	0,029	0,039	0,027	0,021	0,019	x	0,039	0,01

Fonte: autora

Observa-se que as amostras 1, 2 e 3 apresentam teores elevados de  $\text{SiO}_2$ , variando entre 72,1% e 75,7%, e menores teores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (entre 15,1% e 16,7%). Essas amostras foram formuladas apenas com bentonita como fonte de aluminossilicatos. Já as amostras 10, 11, 14 e 15 apresentam uma redução no teor de  $\text{SiO}_2$  (40,8% a 53,9%) e um aumento expressivo na concentração de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (34,3% a 48,3%), resultado da adição de alumina na formulação. Especificamente, a amostra 10 recebeu 7,5 g de alumina, enquanto as amostras 11, 14 e 15 tiveram a incorporação de 15 g.

Para avaliar a influência da composição química na estabilidade das amostras, a razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  foi calculada e está apresentada na Tabela 5. Esse parâmetro é crucial na formação da matriz geopolimérica, pois influencia diretamente a densidade, a resistência mecânica e a estabilidade química do material (VALADARES, 2021; GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

Tabela 5 – Razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Amostra	Razão $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
1	4,57
2	4,52
3	4,79
10	1,57
11	1,08
14	1,07
15	0,97

Fonte: autora

As amostras compostas apenas por bentonita (1, 2 e 3) apresentaram razões  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  de aproximadamente 4,57, 4,52 e 4,79, respectivamente, valores superiores à faixa geralmente recomendada para geopolímeros convencionais (entre 2 e 4) (VALADARES, 2021). Isso sugere a presença de uma matriz rica em ligações Si-O-Si, o que pode resultar em materiais mais coesos e resistentes. Por outro lado, as amostras com adição de alumina (10, 11, 14 e 15) apresentaram razões significativamente menores, variando entre 0,97 e 1,57, indicando uma maior concentração de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na estrutura. Esse comportamento pode estar associado a uma menor reticulação da matriz geopolimérica, o que pode impactar negativamente a resistência mecânica e a durabilidade do material em determinados ambientes (GARCÍA-LODEIRO et al., 2014).

A estabilidade das amostras no teste de solubilidade pode ser correlacionada com sua composição química. As amostras formuladas apenas com bentonita, que apresentaram razões  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  mais altas, mantiveram sua integridade estrutural, sugerindo que a maior proporção de sílica favoreceu a formação de uma estrutura mais estável. Por outro lado, as amostras com maior teor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , resultante da adição de alumina, apresentaram menor razão  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , o que pode ter levado à formação de uma rede menos resistente à dissolução em meio aquoso. Dessa forma, a análise de FRX foi fundamental para compreender a influência da composição química na estabilidade dos materiais desenvolvidos.

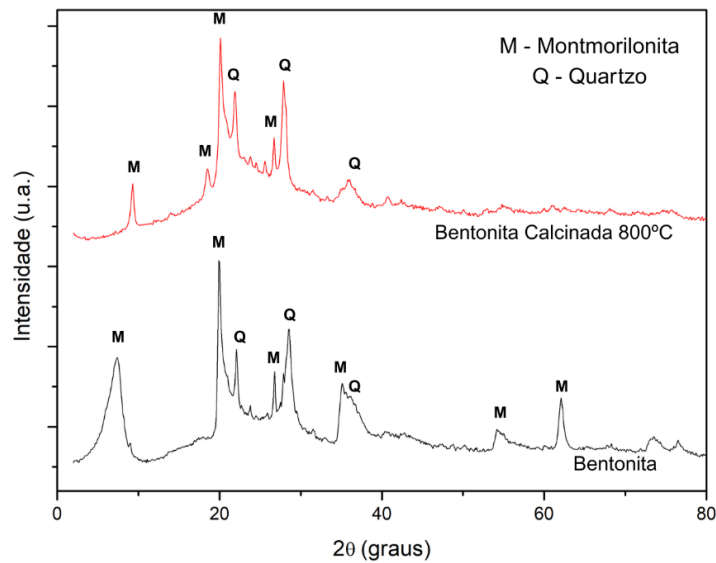
#### 5.4 DIFRAÇÃO DE RAIO-X (DRX)

Para a análise dos resultados de DRX, os dados obtidos foram plotados no software OriginLab e examinados tanto pelo software HighScore Plus quanto manualmente, com o auxílio de outros estudos presentes na literatura. Essa abordagem foi necessária devido à impossibilidade de identificar todos os picos presentes exclusivamente pelo software.

##### 5.4.1 BENTONITA E BENTONITA CALCINADA

Os difratogramas da bentonita natural e da bentonita calcinada estão apresentados na Figura 9. O difratograma da bentonita natural indicou a predominância de montmorilonita, evidenciada por seus picos característicos em  $6-8^\circ$ ,  $19-21^\circ$ ,  $27-29^\circ$ ,  $35-37^\circ$ ,  $55-57^\circ$  e  $62-64^\circ$ , além da presença de quartzo como fase secundária, observado em  $21-22^\circ$ ,  $27-29^\circ$  e  $36-37^\circ$ . Esses achados são compatíveis com os relatados por MA et al. (2010), que também identificaram montmorilonita e quartzo na composição da bentonita natural. A ocorrência de quartzo é comum em bentonitas naturais devido à sua origem geológica.

Figura 9 – Difratograma da bentonita e da bentonita calcinada à 800°C por 4 h.



Fonte: autora

Após a calcinação a 800°C por 4 h, a análise de DRX revelou mudanças estruturais significativas, incluindo o desaparecimento dos picos da montmorilonita em 27–29°, 35–37°, 55–57° e 62–64°. A redução da intensidade dos demais picos característicos dessa fase indica o colapso da estrutura laminar, um comportamento típico de argilas do tipo esmectita submetidas a altas temperaturas (MA et al., 2009).

O quartzo, por sua vez, manteve-se presente, e seus picos tornaram-se mais bem definidos com o aumento da temperatura. Esse aumento na definição, segundo MA et al., 2009, pode indicar uma maior cristalinidade decorrente de uma microestrutura mais ordenada, contribuindo para a estabilidade térmica do material mesmo após a calcinação.

A conversão da bentonita calcinada em um material amorfo pode ser vantajosa para a síntese de geopolímeros, uma vez que aumenta sua reatividade superficial (GRANIZO et al., 2007). A presença de quartzo, embora inerte, pode atuar como carga inorgânica, contribuindo para a modificação das propriedades do material.

#### 5.4.2 GEOPOLÍMEROS

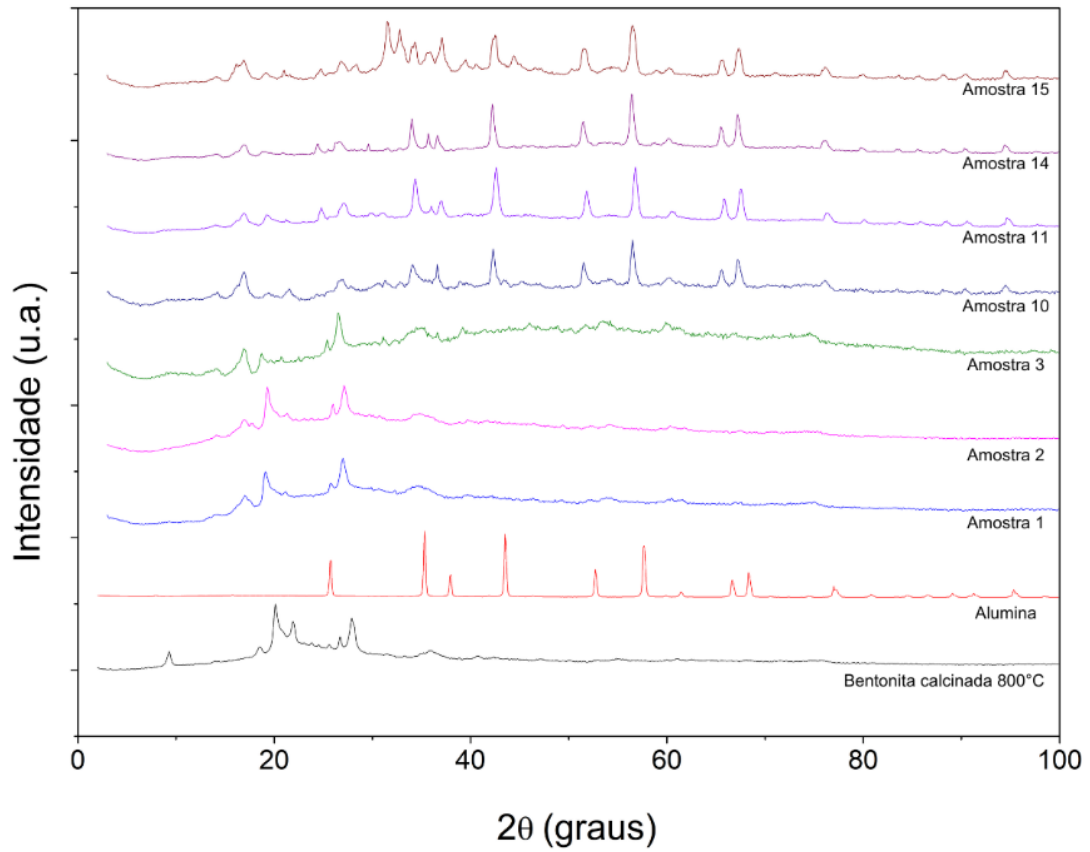
A Figura 10 apresenta o difratograma contendo os resultados da análise de DRX da bentonita calcinada a 800°C por 4 h, da alumina e das amostras de geopolímeros. Essa análise tem como objetivo comparar e identificar os picos de

difração característicos dos minerais precursores, além da presença de halos amorfos, que indicam a formação do gel aluminossilicato (N-A-S-H), um dos principais produtos da reação de geopolimerização (VALADARES, 2019; LONGHI et al., 2019).

Conforme observado na Figura 10, as amostras 1, 2 e 3, que utilizam apenas bentonita calcinada como precursor, mantiveram os picos de difração entre aproximadamente  $20^{\circ}$ – $22^{\circ}$  e  $26^{\circ}$ – $28^{\circ}$ , indicando a persistência de fases cristalinas da bentonita após a ativação alcalina. No entanto, verifica-se um aumento significativo da região amorfa no difratograma, sugerindo a formação do gel aluminossilicato, o que é um indicativo da reação de geopolimerização.

Por outro lado, as amostras 10, 11, 14 e 15, nas quais a alumina foi adicionada como precursor juntamente com a bentonita calcinada, apresentaram picos de difração semelhantes aos de seus precursores, porém com intensidades reduzidas para as fases cristalinas da bentonita. Além disso, os picos característicos da alumina, observados em aproximadamente  $43^{\circ}$ ,  $53^{\circ}$ ,  $58^{\circ}$ ,  $66^{\circ}$ ,  $68^{\circ}$  e  $77^{\circ}$ , permaneceram evidentes, indicando que esse material manteve sua estrutura cristalina durante o processo de geopolimerização. Entretanto, também foi notado um aumento na região de halo amorfo, reforçando a hipótese da formação do gel aluminossilicato (VALADARES, 2019; LONGHI et al., 2019).

Figura 10 – Difratoograma da bentonita calcinada, alumina e das amostras de geopolímeros.



Fonte: autora

O surgimento de novos picos após a geopolimerização pode estar associado a transformações químicas e estruturais ocorridas durante o processo, como a possível formação de zeólitas. A presença dessas fases cristalinas secundárias pode indicar a ocorrência de reações secundárias, favorecendo a modificação das propriedades mecânicas e estruturais do material final (VALADARES, 2019).

## 6. CONCLUSÃO

Este trabalho teve como objetivo principal investigar a formação de geopolímeros a partir de bentonita calcinada e bentonita calcinada com alumina, avaliando sua síntese, estabilidade e características microestruturais. Os objetivos específicos propostos foram atendidos, permitindo uma análise abrangente do comportamento desses materiais sob diferentes condições experimentais.

A calcinação da bentonita a 800°C por 4 h resultou em uma redução significativa da área superficial (de 29,64 m<sup>2</sup>/g para 10,43 m<sup>2</sup>/g), conforme determinado pelo método BET. Essa diminuição pode ser atribuída ao fechamento parcial dos poros pela sinterização ou ao colapso estrutural das camadas, processos que reduzem a acessibilidade das superfícies ativas (REFAEY, 2022). A calcinação foi essencial para garantir a disponibilidade de aluminossilicatos amorfos, facilitando a ativação alcalina subsequente.

O teste de solubilidade indicou que a estabilidade das formulações geopoliméricas em meio aquoso não esteve exclusivamente associada à presença ou ausência de alumina. Das 15 formulações testadas, três contendo apenas bentonita, uma com 7,5 g de alumina e três com 15 g de alumina permaneceram íntegras após 2 h de imersão. Esses resultados sugerem que a estabilidade depende não apenas da composição química, mas também da estrutura da matriz geopolimérica e do grau de reticulação da rede.

A caracterização por DRX confirmou que todas as amostras geopoliméricas apresentaram uma maior região amorfa em relação aos precursores (bentonita calcinada e bentonita calcinada com alumina), evidenciando o sucesso da ativação alcalina na formação da estrutura geopolimérica. Além disso, a presença de alumina influenciou a organização microestrutural dos geopolímeros, impactando a relação SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e, conseqüentemente, a formação da rede tridimensional do material.

Em síntese, os resultados demonstram que a bentonita calcinada é um precursor viável para geopolímeros, mas sua elevada razão SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (~4,5) pode exigir ajustes na formulação. Logo, a incorporação de alumina mostrou-se eficaz na redução desta razão, mas em concentrações elevadas pode comprometer a coesão estrutural do geopolímero, conforme indicado pelos testes de solubilidade. A combinação das técnicas de caracterização – BET, DRX e FRX – revelou-se essencial para estabelecer relações entre o processamento, a composição e o desempenho

final do material, proporcionando uma compreensão mais abrangente do sistema estudado.

Perspectivas futuras incluem a investigação de tratamentos térmicos alternativos para a bentonita, a otimização da quantidade de alumina e a avaliação de propriedades mecânicas, como resistência à compressão, para aplicações específicas.

## 7. REFERÊNCIAS

- BRAZ, E. Análise da adequação do mercado produtor de barita e de bentonita para perfuração de poços de petróleo. In: XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, Anais. Recife, 2002.
- BRUNAUER, Stephen; EMMETT, P. H.; TELLER, Edward. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. **Journal Of The American Chemical Society**, [S.L.], v. 60, n. 2, p. 309-319, fev. 1938. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ja01269a023>. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ja01269a023>. Acesso em: 17 mar. 2025.
- BUCHWALD, A.; DOMBROWSKI, K.; WEIL, M. Development of Geopolymer Concrete Supported by System Analytical Tools. Proceeding sof the 2nd Int. Symposiun of Non-tradition Cementand Concrete. ed. By Bilekand Kersner, 25-35, 2005
- BUCHWALD, A.; HOHMANN, M.; POSERN, K.; BRENDLER, E. The suitability of thermally activated illite/smectite clay as raw material for geopolymer binders. *Applied Clay Science*, v. 46, p. 300–304, 2009.
- CHINDAPRASIRT, P.; DE SILVA, P.; SAGOE-CRENTSIL, K.; HANJITSUWAN, S. Effect of SiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the settings and hardening of high calcium fly ash-based geopolymer systems. *Journal of Materials Science*, v. 47, p. 4876–4883, 2012.
- COELHO, J. M.; CABRAL JUNIOR, M. Estudo prospectivo da bentonita: tendências de mercado. In: II Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste. Anais. 2010.
- DAVIDOVITS, J. Geopolymers – chemistry and applications. 3. ed. In: Institute Géopolymère, Saint-Quentin, France, 2011
- DUXSON, P.; MALLICOAT, S. W.; LUKEY, G. C.; KRIVEN, W. M.; VAN DEVENTER, J. S. J. 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, p. 8–20, 2007.
- DUXSON, P.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; MALLICOAT, S. W.; KRIVEN, W. M.; VAN DEVENTER, J. S. J. Understanding the relationship between geopolymer composition, microstructure and mechanical properties. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 269, p. 47–58, 2005.
- FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Characterization of fly ashes. Potential reactivity as alkaline cements. *Fuel*, v. 82, p. 2259–2265, 2003.
- FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. Mid-infrared spectroscopic studies of alkali-activated fly ash structure. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 86, p. 207-214, 2005.

- FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A.; SOBRADOS, I.; SANZ, J. The role played by reactive alumina content in the alkaline activation of fly ashes. *Microporous and Mesoporous Materials*, v. 91, p. 111–119, 2006.
- FLETCHER, R. A.; MACKENZIE, K. J. D.; NICHOLSON, C. L.; SHIMADA, S. The composition range of alumino silicate geopolymers. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 25, p. 1471–1477, 2005.
- GARCÍA-LODEIRO, I.; CHERFA, N.; ZIBOUCHE, F.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PALOMO, A. The role of aluminium in alkali-activated bentonites. *Materials and Structures*, v. 48, n. 3, p. 585-597, 2014.
- GRANIZO, M. L.; ALONSO, S.; BLANCO-VARELA, M. T.; MARTINEZ-RAMIREZ, S. Alkali activation of metakaolins: parameters affecting mechanical, structural and microstructural properties. *Journal of Materials Science*, v. 42, p. 2934–2943, 2007.
- HU, M.; ZHU, X.; LONG, F. Alkali-activated fly ash-based geopolymers with zeolite or bentonite as additives. *Cement and Concrete Composites*, v. 31, p. 762–768, 2009.
- LONGHI, Márton A. *et al.* New selective dissolution process to quantify reaction extent and product stability in metakaolin-based geopolymers. *Composites Part B: Engineering*, [S.L.], v. 176, p. 107172, nov. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107172>.
- LUZ, A. B.; OLIVEIRA, C. H. Bentonita. In: LUZ, A. B.; LINS, F. F. Rochas & Minerais Industriais: Usos e Especificações. 2. ed. Rio de Janeiro: CETEM, 2008. p. 239-254.
- MA, Hongchao; YAO, Quantong; FU, Yinghuan; MA, Chun; DONG, Xiaoli. Synthesis of Zeolite of Type A from Bentonite by Alkali Fusion Activation Using  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . *Industrial & Engineering Chemistry Research*, [S.L.], v. 49, n. 2, p. 454-458, 23 nov. 2009. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/ie901205y>. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ie901205y>. Acesso em: 19 mar. 2025.
- NUNES, A. R.; FERREIRA, H. C. Argilas bentoníticas: conceitos, estruturas, propriedades, usos industriais, reservas, produção e produtores/fornecedores nacionais e internacionais. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 3, p. 26-35, 2008.
- OSÓRIO, P. Concepção de um Saferoom Anti-Tornado em Betão Geopolimérico. 2006. 204 f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia, Universidade Do Minho. Guimarães, Portugal
- PROVIS, J. L. Geopolymers and other alkali-activated materials: why, how, and what? *Materials and Structures*, v. 47, p. 11–25, 2014.
- PROVIS, John L.; VAN DEVENTER, Jan Stephanus Jakob (Ed.). *Geopolymers: structures, processing, properties and industrial applications*. Elsevier, 2009

REFAEY, Ahmed El. Effect of Calcination and Ca-modified on Bentonite and Zeolite, with Respect to Phosphorus Removal from Aqueous Solution. *Egyptian Journal of Soil Science*, [S.L.], p. 0, 1 fev. 2022. Egypt's Presidential Specialized Council for Education and Scientific Research. <http://dx.doi.org/10.21608/ejss.2022.108515.1482>. Disponível em: [https://journals.ekb.eg/article\\_216767\\_10720065fbfb95504c9eb4ea10ec8151.pdf](https://journals.ekb.eg/article_216767_10720065fbfb95504c9eb4ea10ec8151.pdf). Acesso em: 17 mar. 2025.

SILVA, P. D.; SAGOE-CRENTSIL, K.; SIRIVIVATNANON, V. Kinetics of geopolymerization: role of  $Al_2O_3$  and  $SiO_2$ . *Cement and Concrete Research*, v. 37, p. 512–518, 2007.

SLANÝ, Michal; KUZIELOVÁ, Eva; ŠEMLIČKA, Matúš; MATEJDES, Marián; STRUHÁROVÁ, Alena; PALOU, Martin T.. Metabentonite and metakaolin-based geopolymers/zeolites: relation between kind of clay, calcination temperature and concentration of alkaline activator. *Journal of Thermal Analysis And Calorimetry*, [S.L.], v. 148, n. 20, p. 10531-10547, 27 maio 2023. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-023-12267-1>. Disponível em: <https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s10973-023-12267-1.pdf>. Acesso em: 17 mar. 2025.

VALADARES, J. *Síntese e caracterização de geopolímeros macroporosos com uso de peróxido de hidrogênio*. 2019. 87 f. Dissertação (Mestrado em Construção Civil) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2019.