

Estudo das Propriedades Físicas e Mecânicas de pastas de cimento geopoliméricas com adição de microfibras de aço

Juliana Cezário Magnus (1), Daiane dos Santos da Silva Godinho (2)

UNESC – Universidade do Extremo Sul Catarinense

(1) julianamagnus1@hotmail.com, (2) dss@unesc.net

Resumo: Os Geopolímeros são polímeros minerais oriundos da geossíntese de materiais ricos em sílica e alumina ativados em meio alcalino. Este material vem sendo cada vez mais estudado para aplicações na construção civil devido à ampla gama de matérias-primas possíveis de serem utilizadas na síntese, como caulinita, argilas, metacaulim, cinzas leves ou pesadas, tornando deste modo uma alternativa sustentável quando comparado aos cimentos convencionais. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência da adição de microfibras de aço nas propriedades físicas e microestruturais de pastas de cimento geopoliméricas compostas à base de metacaulim, hidróxido de sódio e silicato de sódio submetidas a altas temperaturas. Para isso, foram estudadas 3 formulações com diferentes variações de adições de hidróxido de alumínio com e sem adição de microfibra de aço à temperatura ambiente, a 900 °C e a 1200 °C. Por meio das análises dos ensaios realizados pode-se constatar que a adição de microfibras de aço proporcionou ganhos significativos de resistência à compressão nas amostras estudadas à temperatura ambiente, variando de 17,65% a 40,18 %. Porém mediante a exposição a altas temperaturas o fator que mais apresentou influência nas resistências adquiridas foi a temperatura. O ensaio de difração de raio X demonstra uma mudança na microestrutura do material após a exposição a altas temperaturas, transformando-o de amorfo para cristalino. Foram também realizados ensaios de calorimetria exploratória diferencial, espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier e microscopia eletrônica de varredura a fim de melhor compreender o comportamento do material.

Palavras-chave: geopolímeros; altas temperaturas; microfibras de aço; propriedades termomecânicas.

Abstract: Geopolymers are mineral polymers obtained from the geosynthesis of materials rich on silica and alumina activated in an alkaline medium. This material has been increasingly studied for applications in the building industry, due to the wide range of possible raw materials to be used in its synthesis such as kaolin, clay, metakaolin, bottom or fly ash, being a sustainable alternative compared to ordinary cements. The aim of this work was to evaluate the influence of the addition of steel microfibers in the physical and microstructural properties of geopolymers cement pastes, composed by metakaolin, sodium hydroxide and sodium silicate. Three compositions with different variations of aluminum hydroxide additions were studied with and without addition of steel microfiber at room temperature, at 900 °C and 1200 °C. The analysis of the results showed that the addition of steel microfibers increased significantly the compressive strength of the samples studied at room temperature. However, the samples exposed at high temperatures showed that temperature had the greatest influence on the mechanical resistance. The X-ray diffraction analysis showed a change in the microstructure of the material after exposure to high temperatures, changing it from amorphous to crystalline. Differential scanning calorimetry,

Fourier transform infrared spectroscopy and scanning electron microscopy analyzes were made in order to better understand the behavior of the material.

Key-words: geopolymer; high temperatures; steel microfiber; thermomechanical properties.

Introdução

Na década de 1970 iniciaram-se estudos envolvendo uma nova classe de materiais denominados atualmente como geopolímeros. Os primeiros estudos desenvolvidos acerca deste material inovador iniciaram-se com o pesquisador francês Davidovits, sendo este o principal responsável pelo crescente aumento de pesquisas voltadas à estrutura dos geopolímeros e suas propriedades (SEVERO et al., 2013).

Os primeiros estudos voltados para a produção de materiais geopoliméricos surgiram devido à problemática apresentada na década de 1970 com a ocorrência de incêndios catastróficos na região da França (DAVIDOVITS, 2015). Desde então, diversos pesquisadores estudam aplicações para este material voltado à exposição a altas temperaturas, devido a sua característica de se manter intacto ou até mesmo elevar sua resistência quando exposto por um determinado tempo a temperaturas elevadas.

O geopolímero é definido como um polímero mineral formado a partir de matérias-primas ricas em sílica e alumina, ativadas em meio alcalino em temperaturas relativamente baixas (BOSCHI; LOT; MELCHIADES, 2016), este processo pode ser denominado como geoquímica ou geossíntese (DAVIDOVITS, 2002).

Segundo Severo et al. (2013), ativação alcalina é a reação de síntese dos geopolímeros, sendo definida, de modo geral, como uma reação de hidratação de aluminossilicatos com substâncias alcalinas ou alcalino terrosas, sendo uma vasta gama de materiais aluminossilicatos suscetíveis a esse tipo de reação. Esta reação química produz um material com boa propriedade cimentícia semelhante aos ligantes constituintes das rochas naturais (PINTO, 2006) e (BEZERRA1 et al., 2013).

Pode-se considerar de modo geral que qualquer material mineral que contenha um sistema rico em aluminossilicatos, desde que apresente uma estrutura não cristalina, pode ser utilizado para o processo de geopolimerização (PINTO, 2006). Com isso, os geopolímeros se tornam uma alternativa viável como material de construção a ser empregado na construção civil, já que pode ser fabricado a partir de diversas matérias-primas como resíduos de olarias, escórias, cinzas volantes, podendo ser utilizadas cinzas leves ou pesadas, pozolanas, ou até

mesmo materiais puros como a argilas, caulinita ou o metacaulim. Os geopolímeros podem apresentar diversas propriedades como elevada resistência à compressão, baixa retração, cura rápida, resistência a ácidos, características cimentícias e resistência a altas temperaturas. Propriedades estas que podem variar de acordo com a seleção das matérias-primas e as condições de processamento na etapa de cura do material (SEVERO et al., 2013).

Os geopolímeros vêm sendo estudados para diversas aplicações em diferentes áreas do conhecimento, não apenas para aplicações na construção civil.

Desde 1973 encontraram-se diversas aplicações para os geopolímeros, tais como:

- ✓ Composto geopolimérico à base de fibra de carbono com excelente resposta para resistência à exposição a altas temperaturas (LYON et al., 1997);
- ✓ Giancaspro, Balaguru e Lyon (2006) estudaram o comportamento de resinas geopoliméricas inorgânicas com adição de microesferas de vidro como proteção térmica para estruturas de madeira;
- ✓ Painéis de aglomerados resistentes ao fogo compostos por um núcleo de madeira revestido com nanocompósitos geopoliméricos (DAVIDOVITS, 1973 apud DAVIDOVITS, 2015);
- ✓ Adições de microfibras de vidro como um reforço para as estruturas formadas de compostos geopoliméricos (ALOMAYRI, 2017).

Com o decorrer do tempo alguns estudiosos foram desenvolvendo estudos com adições de outros materiais ou resíduos para melhorar algumas propriedades dos geopolímeros, sendo uma delas a adição de fibras metálicas em formato espiral, fibra de carbono, fibra de basalto, fibra de vidro, fibra de polipropileno, poliamida modificada, PVA entre outras.

As fibras de aço possuem uma boa resistência e alto módulo de elasticidade. Por meio de incorporação de modo adequado pode-se tornar um método eficaz para melhorar o desempenho mecânico e a retração das peças, como também amenizar o comportamento frágil dos geopolímeros (BERNAL et al., 2010) e (KHAN et al., 2018).

Utilizando a adição de microfibras de aço em materiais geopoliméricos pode-se conseguir um aumento na resistência desses materiais perante a compressão simples, tração, flexão e tenacidade (BHUTTA et al., 2016). A melhoria das características físicas e

mecânicas dos geopolímeros com adição de fibras pode ser explicado pela tensão de contato criada entre a matriz geopolimérica e as fibras.

No momento que o material é exposto a uma determinada carga, quando se inicia a ruptura do mesmo, a abertura e o crescimento das fissuras são controlados pela ação de ligação das fibras fazendo com que seja necessária uma maior energia para o rompimento do material (BERNAL et al., 2010). As fibras dispersas aleatoriamente dentro do material reduzem a extensão ou retardam o crescimento de microfissuras fornecendo uma capacidade de transferência da tensão interna gerada para outras áreas estáveis da matriz (YAZICI, INAN, TABAK, 2007 E AYDIN, BARADAN, 2013 APUD GAO et al., 2017).

Em geopolímeros com adição de fibras metálicas a ligação entre a fibra e a matriz geopolimérica é o fator mais crítico onde necessita-se de desenvolvimento de pesquisa para melhor compreensão e otimização de desempenho dos compostos reforçados (BHUTTA et al., 2016).

Shaikh e Haque (2018) estudaram a influência da adição de fibra de carbono e fibra de basalto em amostras de geopolímeros expostos a diversas temperaturas. Com base em ensaios Shaikh e Haque (2018) constataram que houve um ganho de resistência significativo nas amostras com adição de ambas as fibras até a temperatura de exposição de 400 °C, seguido por uma perda de resistência que pode ser atribuída ao aumento da porosidade no interior das amostras devido à expulsão da água presente.

Celik et al. (2018) analisaram o efeito da adição de diversas fibras e diferentes percentuais de adição em amostras expostas a altas temperaturas. As fibras utilizadas por Celik et al. (2018) foram: poliolefina, basalto, poliamida modificada e PVA. A resistência à compressão obtida antes da exposição a altas temperaturas revela que todas as misturas adquiriram uma melhora na resistência à compressão (CELIK et al., 2018). Ao expor as amostras a temperaturas elevadas de 900 °C houve uma redução considerável de resistência em todas as amostras, em torno de 30 a 85 % de perda. A perda de resistência foi atribuída à desintegração de algumas fibras, à deformação das amostras e ao aumento da quantidade de poros devido à fase de expulsão da água tanto livre quanto microestrutural contida nas amostras (CELIK et al., 2018).

Diante do exposto, o objetivo do presente trabalho é avaliar a influência da adição de microfibras de aço nas propriedades microestruturais e mecânicas de pastas geopoliméricas à

base de metacaulim ativadas em solução alcalina após exposição a altas temperaturas, utilizando como ativadores alcalinos o hidróxido de sódio e silicato de sódio. Tendo como objetivos específicos: avaliar a influência da relação Si/Al em altas temperaturas; avaliar a influência da adição das microfibras de aço; e avaliar o comportamento do material quando exposto a altas temperaturas. Para isto foram realizados diversos ensaios como compressão simples, calorimetria exploratória diferencial (DSC), espectrometria de infravermelhos por transformada de Fourier (FTIR), difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em amostras de geopolímeros de diferentes formulações submetidas a altas temperaturas.

Materiais

Para a realização do presente trabalho foi utilizado caulim doado pela empresa Esmalglass. A Figura 1 representa a análise mineralógica por difratometria de raios X do material doado.

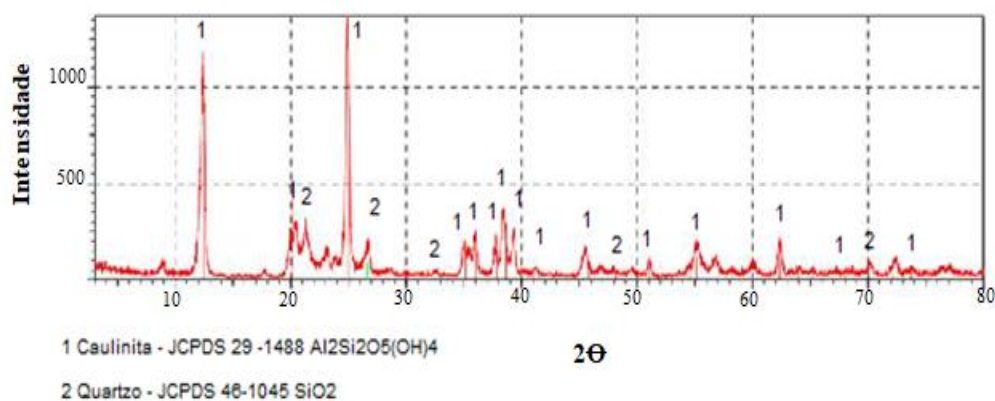


Figura 1. Análise mineralógica do caulim.

Pelo fato do caulim adquirido apresentar características de material cristalino, o mesmo foi calcinado para transformá-lo em material amorfo, tornando-o deste modo em metacaulim. O caulim foi calcinado com o auxílio de uma mufla à temperatura de 900 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min com patamar de 1 hora. Após, o equipamento foi desligado e aguardado o seu resfriamento natural para a retirada do material. Na Figura 2 é apresentada a análise mineralógica por difratometria de raios X do metacaulim. É possível perceber que a

estrutura do material sofreu alteração após ser calcinado, apresentando uma estrutura amorfa com formação do halo amorfo entre 2Θ 18° a 30°.

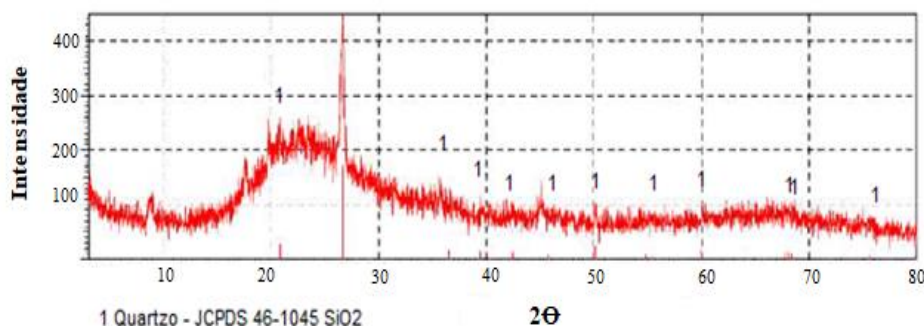


Figura 2. Análise mineralógica do metacaulim.

Para a produção das misturas foi utilizado o silicato de sódio ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$) alcalino na razão $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 1,0:1,0 com as especificações de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 – Especificações do Silicato de Sódio.

Componente	Percentual Presente
Na_2O	28%
SiO_2	25,20%
H_2O	46,50%
Sólidos Totais	53,50%

Foi utilizado hidróxido de sódio no formato de micro pérolas com pureza de 97 %.

Outro material utilizado para a confecção dos corpos de prova foi o hidróxido de alumínio, com as especificações de acordo com a Tabela 2.

Tabela 2 – Especificações do hidróxido de alumínio.

Análise Química		
Características	Especificação /*Típico	Resultado %
Al_2O_3	Mínimo 63,8	64,9
SiO_2	Máximo 0,044	0,007
Fe_2O_3	Máximo 0,034	0,01
Na_2O Total	Máximo 0,36	0,33
Ácidos Insolúveis	Máximo 0,10	0,02
Umidade (110 °C)	Máximo 0,50	0,05
P.F. (110 – 1000 °C)	34,0 – 35,0	34,8

A Figura 3 mostra a microfibras de aço revestida com cobre utilizada no presente trabalho, com as especificações de acordo com a Tabela 3.



Figura 3. Microfibras de aço revestida com cobre.

Tabela 3 – Especificações da fibra.

Microfibras de Aço		
Diâmetro Ø (mm)	Comprimento (mm)	Massa (g)
0,21	13,00	0,0040

Métodos

O presente estudo contou com a produção de 72 corpos de prova, sendo 4 CP para cada variável analisada, onde foram estudadas 3 formulações distintas. Foram moldadas amostras sem adição de fibra, classificadas como amostras referências, e com adição de 0,5 % em massa de microfibras de aço. O percentual de adição adotado no presente estudo foi embasado em pesquisas já realizada por diferentes autores com outros tipos de fibras. As amostras foram estudadas em diferentes temperaturas, sendo estas à temperatura ambiente de aproximadamente 23 °C a 900 °C e a 1200 °C.

As formulações foram obtidas a partir de adições de hidróxido de alumínio a uma formulação padrão, com o intuito de modificar a relação Si/Al. Pela adição do hidróxido de alumínio foram obtidas 3 formulações conforme a Tabela 4.

Tabela 4 – Composição das formulações.

Formulações	MK (%)	Na ₂ SiO ₃ (%)	NaOH (%)	Al (%)
F1	40,5	52	7,5	0
F2	40,5	52	7,5	10
F3	40,5	52	7,5	20

A Figura 4 apresenta um fluxograma para melhor compreensão das variáveis analisadas no presente trabalho.

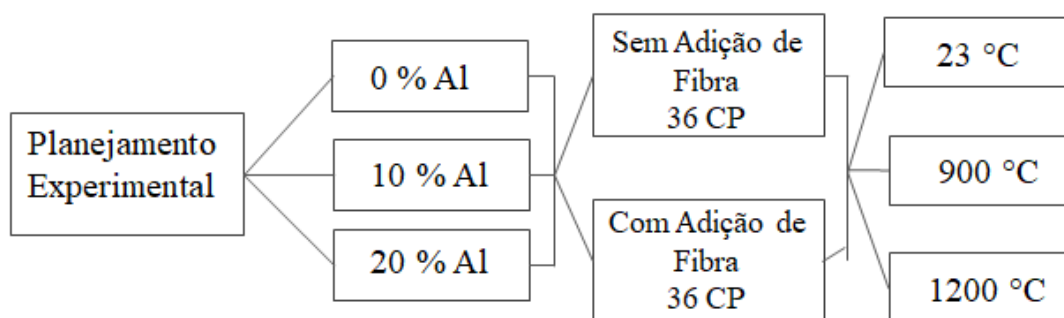


Figura 4. Fluxograma das variáveis em análise.

A Tabela 5 apresenta as razões molares entre $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, Si/Al , Na/Al , e água/precursor presentes em cada formulação estudada.

Tabela 5 – Razões molares.

Formulações	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Si/Al	Na/Al	Água/Precursor
1	3,58	1,79	1	0,83
2	2,63	1,31	0,72	0,66
3	2,03	1,01	0,46	0,55

Após a definição das formulações foi iniciada a preparação das misturas. Primeiramente foram pesados todos os materiais a serem utilizados em diferentes recipientes, sendo estes o silicato de sódio, hidróxido de sódio, metacaulim, hidróxido de alumínio e a microfibras de aço. O hidróxido de sódio foi dissolvido no silicato de sódio durante 3 minutos com o auxílio de um agitador mecânico da marca Fisatom modelo 713D, tomando-se o cuidado para adicionar aos poucos o hidróxido de sódio para evitar acúmulo no fundo do recipiente. A temperatura de todas as soluções alcalinas foi controlada. Após a completa dissolução do hidróxido de sódio e o equilíbrio das soluções a 25 °C foram então adicionados o metacaulim e o hidróxido de alumínio. Em uma argamassadeira mecânica foi realizada a preparação da pasta pela homogeneização dos sólidos nos líquidos, tomando-se o cuidado de adicionar pequenas quantidades de sólidos para evitar a formação de grumos no material. Após a completa adição dos sólidos nos líquidos a mistura permaneceu batendo durante 10 min com o intuito de obter a melhor homogeneização possível da pasta geopolimérica.

Ao término da preparação das pastas geopoliméricas estas foram moldadas em recipientes cilíndricos no caso das formulações de referência, caso contrário estas ainda recebiam a adição da microfibras de aço onde a homogeneização foi realizada manualmente com o auxílio de uma colher e somente após isto foram moldadas.

As amostras moldadas permaneceram tapadas à temperatura ambiente de aproximadamente 23 °C pelo período de 10 dias, onde então foram desmoldadas e encaminhadas para a realização dos ensaios de resistência à compressão, DSC, TGA, DRX, FTIR, MEV e aquecimento a 900 °C e a 1200 °C.

Os copos de prova foram retificados em uma serra fita modelo S1101 da marca Starrett antes de serem destinados ao ensaio de compressão simples.

O primeiro ensaio realizado foi o ensaio de compressão das amostras à temperatura ambiente. O ensaio foi desenvolvido em máquina universal de ensaios da marca EMIC modelo DL 10000 a um deslocamento de 1 mm/min até a ruptura dos corpos de prova, de acordo com a norma NBR 5739/2007. Em seguida foi moído o material restante do ensaio de compressão em um moinho de bolas marca Servitech, modelo CT-242 durante 15 minutos e então peneirado. O material moído foi peneirado manualmente em peneiras de malhas 200 e 325 mesh e destinado aos ensaios de DSC, DRX, FTIR e MEV.

As amostras estudadas a temperaturas elevadas foram aquecidas a 900 °C e a 1200 °C com taxa de aquecimento de 3 °C/min e patamar de 30 min em uma mufla, após isso o equipamento foi desligado e mantido fechado até a temperatura chegar próxima à temperatura ambiente para então retirada dos corpos de prova.

O DRX foi realizado com o equipamento Lab X, modelo XRD 6000, operando a 25 kV e 25 mA, com radiação de $\text{CuK}\alpha$, ângulo de varredura de 3° a 80° 2 θ , passo de 0,02° e tempo de contagem de 0,6 s por passo, ou seja, 2°/min.

O ensaio de FTIR foi realizado no equipamento Shimadzu, modelo IR prestige-21 em ambiente de ar sintético.

O ensaio de DSC foi realizado no laboratório LabValora, em equipamento Netzsch, modelo STA 449 F3 Jupiter em atmosfera de ar sintético, com taxa de aquecimento 10 °C/min até atingir 1100 °C.

Para a realização do ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura ZEISS modelo EVO MA10, com o propósito de avaliar a porosidade apresentada pelas amostras estudada.

Resistência à Compressão Axial

A Tabela 6 mostra a composição das formulações e a média dos resultados de resistência à compressão axial obtidas em cada amostra, para uma melhor compreensão dos dados.

Tabela 6 – Composição das formulações e média dos resultados de resistência à compressão (MPa).

Formulações	MK (%)	SS (%)	HS (%)	Al (%)	Sem adição de Fibra			Com adição de Fibra		
					23 °C	900 °C	1200 °C	23 °C	900 °C	1200 °C
F1	40,5	52	7,5	0	40,73	3,80	-	47,92	3,59	-
F2	40,5	52	7,5	10	40,64	11,22	-	56,97	3,41	-
F3	40,5	52	7,5	20	46,00	13,14	14,41	53,70	4,16	10,79

A Figura 5 apresenta a média das resistências à compressão apresentadas pelas amostras sem adição de microfibras de aço e com adição de microfibras de aço nas diferentes temperaturas ensaiadas. Segundo os dados obtidos é possível visualizar que a formulação F3 com adição de 20 % de hidróxido de alumínio foi a que apresentou melhor comportamento mecânico dentre as demais formulações. Quando analisados os dados obtidos das amostras sem adição de microfibras de aço é possível perceber que à medida que aumentou o percentual de adição de alumina, ou seja, menor a relação Si/Al há uma melhora na resistência mecânica das amostras após exposição a altas temperaturas.

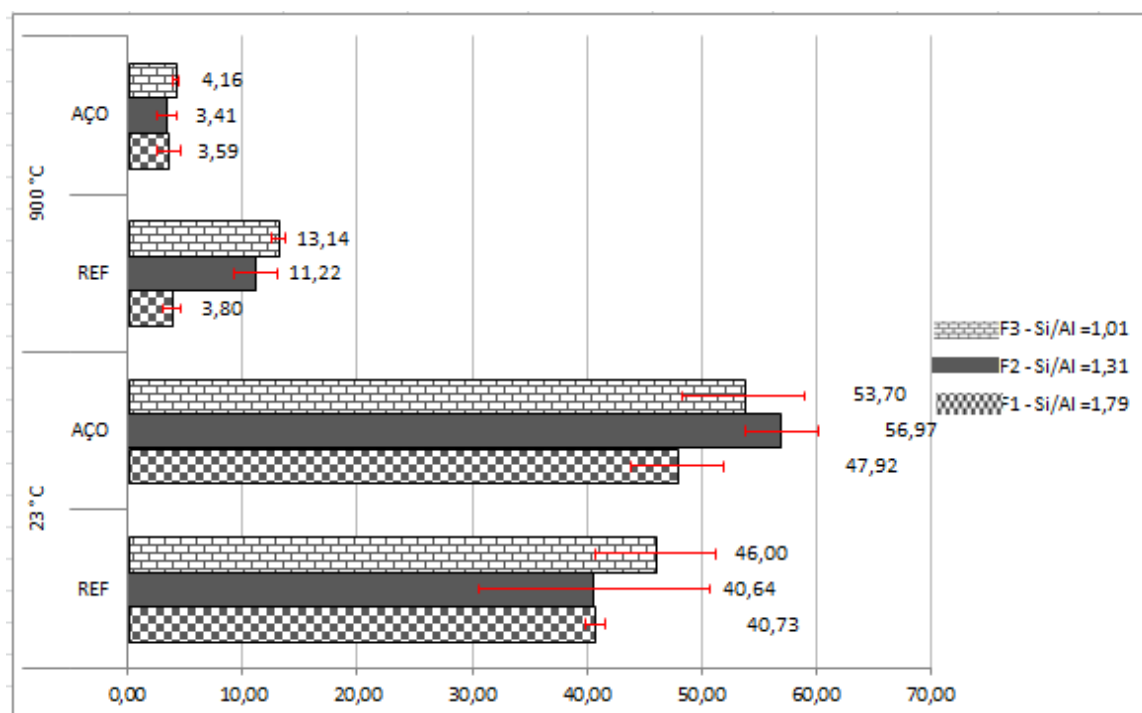


Figura 5. Média dos resultados de resistência à compressão das amostras sem e com adição de fibra.

A Tabela 7 mostra a análise estatística pelo método ANOVA realizada com base nas variáveis temperatura de exposição e relação Si/Al das amostras sem adição de microfibras de aço. Segundo Calado (2003), para que um fator seja significativo, deve-se obter um valor $p \leq \alpha$. O nível de significância adotado foi 95% ($\alpha = 0,05$).

Tabela 7 – Teste ANOVA para amostras sem adição de microfibras de aço, nas temperaturas de 23 °C e 900 °C.

Fonte de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	F	Significância (p)
Mistura	2	160,017	80,009	3,564	0,061
Temperatura	1	4920,651	4920,651	219,199	< 0,001
Mistura x temperatura	2	42,288	21,144	0,942	0,417
Erro	12	269,380	22,448		
Total	17	5392,335			

Para a variável ‘mistura’ o valor de p foi 0,061 (6,1%). Em comparação com o nível de significância adotado de 5% pode-se afirmar que não houve diferença significativa, mesmo as amostras apresentando um ganho de resistência. Como as amostras de geopolímero não apresentam uma uniformidade nos dados de resistência à compressão, uma alternativa viável para uma melhor compreensão da influência da relação Si/Al seria a realização de uma quantidade maior de amostras ensaiadas. Para temperatura o valor de p foi < 0,001 indicando que existe diferença significativa.

Ao analisar as amostras com adição de microfibras de aço à temperatura ambiente é possível perceber que a formulação F1 sem adição de alumina apresenta a menor resistência obtida dentre as demais. E que a variação do percentual de alumina presente nas composições aumentou até certo ponto a resistência à compressão, seguida por uma diminuição de resistência à medida que o percentual de alumina é duplicado.

Pode-se observar que, na medida em que ocorre o incremento da temperatura, a resistência à compressão axial das amostras de geopolímeros com e sem adição de fibras apresentou um comportamento decrescente de resistência.

A perda de resistência após a exposição a altas temperaturas pode ser atribuída aos danos causados na estrutura devido à perda de massa oriunda da evaporação da água livre na estrutura, que tem seu início a temperaturas acima da ambiente e se estende até aproximadamente 300 °C (PROVIS et al. 2009), causando, além da perda de massa, danos físicos às amostras como fissuras e o aumento do teor de poros no interior do material.

A queda de resistência à compressão das amostras com adição de microfibras de aço após exposição a altas temperaturas é significativa quando comparada à sem adição de fibras pelo fato das fibras apresentarem uma decomposição após exposição a altas temperaturas. A decomposição da fibra acentuou os danos físicos das amostras o que pode ter acarretado numa queda de resistência à compressão.

A Tabela 8 apresenta o método de análise de variância (ANOVA), realizado para as amostras com diferentes relações Si/Al, com e sem adição de microfibras de aço à temperatura de 900 °C. Para ‘mistura’ o valor de p foi <0,001 indicando que houve diferença significativa e para a variável ‘fibra’ e a interação entre mistura e fibra o valor de p foi <0,001 também indicando a significância.

Tabela 8 – Teste ANOVA para amostras sem e com adição de microfibras de aço a 900 °C.

Fonte de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	F	Significância (p)
Mistura	2	78,889	39,445	37,060	<0,001
Fibra	1	144,557	144,557	135,819	<0,001
Mistura x Fibra	2	67,879	33,940	31,888	<0,001
Erro	12	12,772	1,064		
Total	17				

O mesmo comportamento foi observado por Celik et al. (2018), onde foi analisado o efeito da adição de diversas fibras e diversos percentuais de adição em amostras expostas a altas temperaturas. A resistência à compressão obtida antes da exposição a altas temperaturas revela que todas as misturas adquiriram uma melhora na resistência à compressão, porém ao expor as amostras a temperaturas elevadas houve uma perda considerável de resistência em todas as amostras, em torno de 30 a 85 % de redução. A perda de resistência foi atribuída à desintegração de algumas fibras, à deformação das amostras e ao aumento da quantidade de poros devido à fase de expulsão da água tanto livre quanto microestrutural contida nas amostras (CELİK et al., 2018).

Quando comparadas as resistências à compressão obtidas a 23 °C com e sem adição das microfibras de aço é possível verificar que houve um aumento significativo de resistência nas amostras com adição de microfibras de aço perante as demais. A Tabela 9 mostra a análise de variância (ANOVA), obtida para as variáveis ‘mistura’ e ‘fibra’ à temperatura ambiente.

Tabela 9 – Teste ANOVA para amostras com e sem adição de microfibras de aço à temperatura ambiente.

Fonte de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	F	Significância (p)
Mistura	2	103,422	51,711	1,678	0,228
Fibra	1	487,656	487,656	15,826	0,002
Mistura x Fibra	2	79,138	39,569	1,284	0,312
Erro	12	369,759	30,813		
Total	17	5392,335			

Para ‘mistura’ o valor de p foi 0,228 (22,8%) e adotando-se o nível de significância de 5% pode-se afirmar que não houve diferença significativa. Para ‘fibra’ o valor de p foi 0,002 (0,2%) existindo assim diferença significativa. O mesmo pode ser observado no teste de Tukey.

A Tabela 10 apresenta o teste de Tukey realizado, onde as médias seguidas pela mesma letra minúscula ou maiúsculas não diferem entre si de acordo com a mistura pelo teste Tukey a 5% de significância. Deste modo pode-se perceber que a variável que influencia de forma significativa nas resistências à compressão é a adição da microfibras de aço.

Tabela 10 – Teste de Tukey para amostras com e sem adição de microfibras de aço à temperatura ambiente.

Mistura	Fibra		
	Sem Fibra	Com Fibra	Media
0%	40,6267 aA	47,9200 aB	44,3233
10%	40,6400 aA	56,9733 aB	48,8067
20%	45,9967 aA	53,7000 aB	49,8484
Média	42,4544 aA	52,8644 aB	47,6594

As amostras com adição de microfibras apresentam ganhos de 17,65 %, 40,08 % e 16,74% de resistência quando comparadas com as amostras F1, F2 e F3 sem adição de microfibras. O ganho de resistência adquirido é devido à capacidade das fibras de reduzirem a extensão ou retardarem o crescimento de microfissuras, fornecendo uma capacidade de transferência da tensão interna gerada para outras áreas estáveis da matriz (YAZICI, INAN, TABAK, 2007 E AYDIN, BARADAN, 2013 APUD GAO et al., 2017). Deste modo, fazendo com que seja necessária uma maior energia para que ocorra o rompimento do material, gerando assim maiores resistências (BERNAL et al., 2010).

Não são apresentados os dados de resistência à compressão das formulações a 1200 °C pelo fato destas não terem mantido sua forma cilíndrica inicial após a exposição a altas temperaturas. Dentre as formulações estudadas para apenas uma amostra referente à

formulação F3 com e sem adição de microfibras foi possível realizar o ensaio. A resistência adquirida foi de 14,41 MPa para a amostra F3 sem adição de fibra e 10,79 MPa para a amostra com adição de fibra. Os dados não foram apresentados juntamente com os demais na Figura 9 por não serem representativos. Quando comparada às resistências obtidas da formulação F3 a 900 °C e a 1200 °C é possível identificar um aumento de resistência de 9,67 % e 159,38 % para amostras sem adição de fibra e com adição de fibra, respectivamente. Segundo Villaquirán-Cañedo e Gutiérrez (2018) o ganho de resistência a 1200 °C ocorre devido à densificação e cristalização do gel geopolimérico, onde ocorre a reorganização do gel e a formação de novas fases cristalinas. Esta redução de resistência a 900 °C pode estar associada com o aumento da energia superficial do gel causado pela perda de água da superfície e pelo aparecimento de pequenos poros na estrutura do gel geopolimérico, causando o colapso da sua estrutura (KONG, SANJAYAN, SAGOE-CRENTSIL, 2008 apud VILLAQUIRÁN-CAICEDO; GUTIÉRREZ, 2018).

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Na Figura 6 são apresentados os resultados obtidos do ensaio de calorimetria exploratória diferencial (DSC) em (a) e Termogravimetria (TGA) em (b) das três formulações estudadas sem adição de microfibras de aço. Ao analisar os gráficos é possível perceber que as amostras apresentaram comportamentos distintos entre si, oriundos da variação dos percentuais de adições de alumina presente em cada formulação.

A perda total de massa das amostras foi de 24 % para a formulação F1, 22 % para a formulação F2 seguida de 25 % para a formulação F3. A perda significativa de massa ocorreu entre as temperaturas de 30 °C e 400 °C, após essa temperatura as amostras não apresentam perdas de massa significativas até 1100 °C.

A perda de massa está associada à perda de água presente nas amostras. Segundo Rahier e Wastiels (1996) e Davidovits (2015) a perda de massa pode ser dividida em períodos distintos, sendo primeiramente associada à perda de água livre presente na estrutura que ocorre de forma rápida e a temperaturas abaixo de 100 °C, assim explicando os picos endotérmicos encontrados em todas as amostras em torno de 100 °C. Esta perda de água não apresenta influências significativas sobre a estabilidade dimensional do material. À

temperatura de até 300 °C ocorre a evaporação da água presente em pequenos poros da estrutura, esta perda de água é a responsável pela retração significativa apresentada pelas amostras no período de aquecimento (RAHIER; WASTIELS, 1996). Acima de 300 °C, a perda de massa é atribuída à desidroxilação da água quimicamente ligada, presente principalmente nas moléculas de Si-OH (PROVIS et al., 2009).

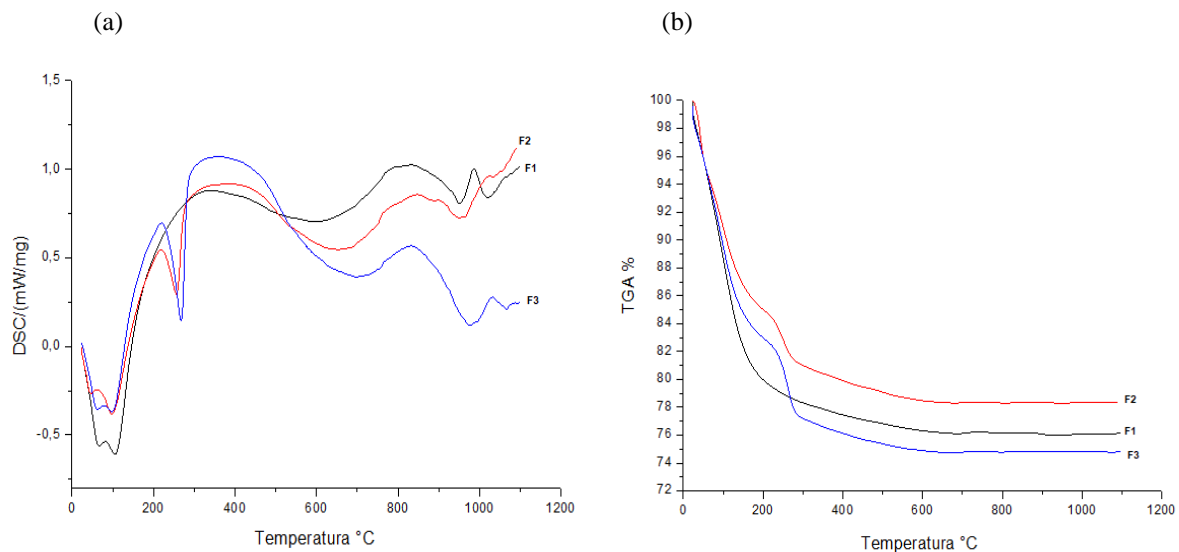


Figura 6. Calorimetria exploratória diferencial (a) e Termogravimetria (b).

Segundo Rahier e Wastiels (1996) a temperaturas acima de 700 °C ocorre um encolhimento do material seguido por uma imediata expansão, fazendo com que aumente o índice de fissuras nas amostras.

Difração de Raios X (DRX)

A Figura 7 ilustra os resultados de DRX das amostras sem adição de microfibras de aço estudadas em diferentes temperaturas.

As amostras analisadas a 23 °C apresentaram apenas picos referentes a quartzo em ambas as formulações. Os picos de maior intensidade correspondentes ao quartzo nas amostras à temperatura ambiente encontram-se em torno de 2θ 18° a 21° e 27°. O pico de quartzo presente em 27° também foi observado por Azevedo, Strecker e Lombardi (2018) e pode ser constatado que é um pico característico não só em geopolímeros à base de

metacaulim, mas também em materiais geopoliméricos à base de cinzas, como no estudo desenvolvido por Alomayri (2017).

Quando analisados os dados obtidos nas amostras expostas a elevadas temperaturas é possível perceber que ocorre uma mudança de fase. Nas amostras à temperatura de 900 °C e 1200 °C não foi possível perceber os picos de quartzo como nas amostras à temperatura ambiente, e os picos mais intensos nestas temperaturas passam a corresponder à nefelina, situada entre 2Θ 20° a 33°. O mesmo comportamento pode ser observado nos estudos desenvolvidos por Elimbi et al. (2014) onde a nefelina aparece com maior intensidade a 900 °C. É possível perceber que houve uma pequena variação na intensidade dos picos quando comparadas as amostras estudadas a 900 °C com as de 1200 °C.

A nefelina é um mineral formado basicamente de sílica e alumina, pertencente ao grupo dos feldspatos. Possui cor variando do translúcido ao transparente ou do branco ao cinza. A nefelina se cristaliza em um sistema hexagonal e pode ser alterada, formando sodalita, e zeólita (LINS; FREITAS, 2008).

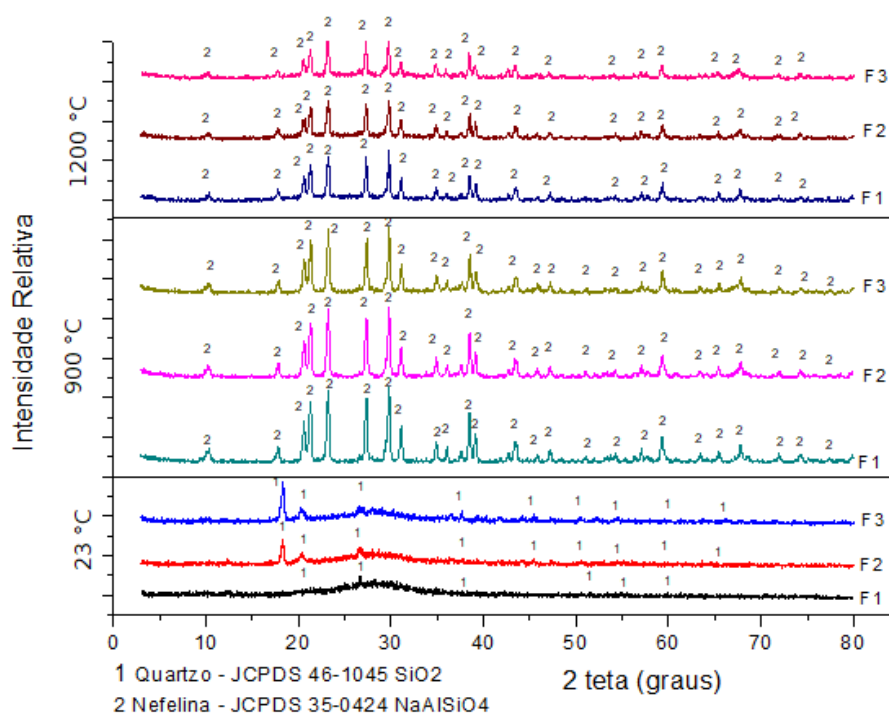


Figura 7. Difratoograma das amostras estudadas.

Pode-se perceber que as amostras estudadas à temperatura ambiente apresentaram uma estrutura amorfa com formação do halo amorfo entre 2Θ 20° a 35°. Porém após a exposição a

altas temperaturas a estrutura amorfa não se mantém e da origem a um material com características cristalinas. Este comportamento de transformação de uma estrutura amorfa para uma estrutura cristalina após a exposição a altas temperaturas diverge dos resultados encontrados por Behera et al. (2018). Segundo Villaquirán-Caicedo e Gutiérrez (2018) este comportamento pode ser explicado pelo fato que a 1200 °C ocorre a densificação do geopolímero devido à sinterização do material originando assim uma estrutura de caráter cristalino.

Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 8 representa os resultados dos espectros de infravermelho das amostras sem adição de microfibras de aço nas diferentes temperaturas estudadas. É possível perceber que ambas as formulações apresentaram bandas de absorção entre 3436 a 3453 cm^{-1} características de alongamento das moléculas de grupos O-H e H-O-H, sendo uma indicação de água cristalina gerada dos produtos de hidratação (ABDEL-GAWWAD; ABO-EL-ENEIN, 2016). Esses picos indicam a presença de H_2O formadas através de ligações fracas localizadas na superfície do material ou presentes nas cavidades estruturais das amostras (YONG et al., 2012 apud ELIMBI, et al., 2005).

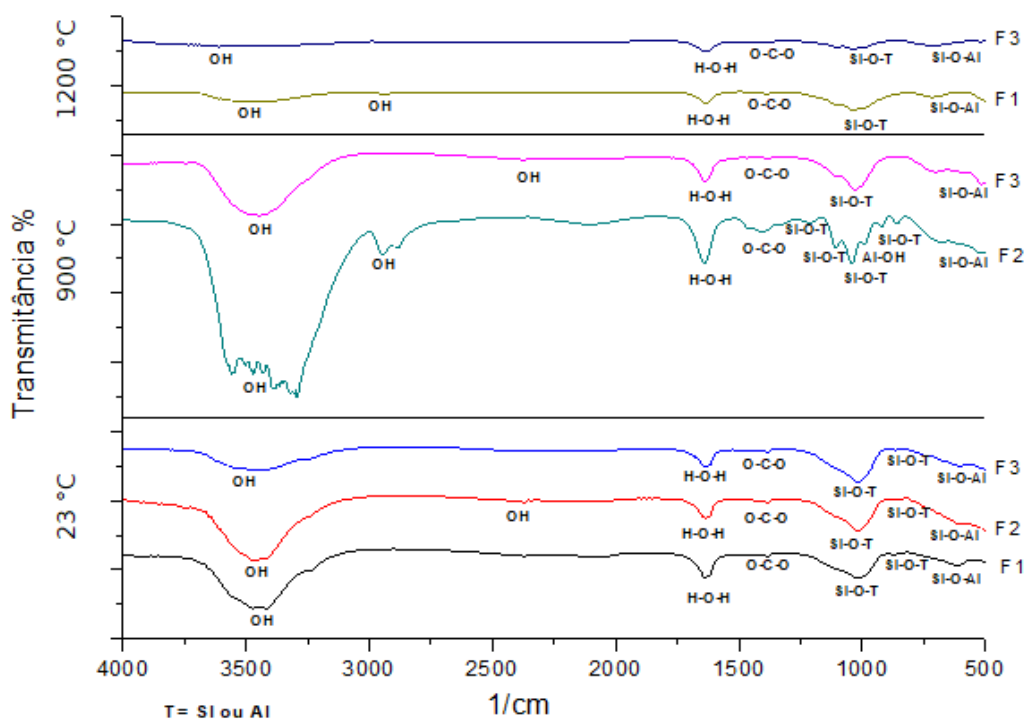


Figura 8. Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).

Segundo Ramos et al. (2018) e Kumar e Kumar (2013) picos entre 2360 e 2950 cm^{-1} são atribuídos a deformações angulares das moléculas de O-H e H-O-H também oriundas tipicamente de água estrutural. Também foram encontradas bandas localizadas a 1631 e 1637 cm^{-1} que representam vibrações de flexão entre ligações H-O-H (ABDEL-GAWWAD; ABO-EL-ENEIN, 2016).

Todas as amostras tanto à temperatura ambiente quanto as expostas a altas temperaturas apresentaram a banda localizada a aproximadamente 1384 cm^{-1} . De acordo com Tang et al. (2018) esta banda está associada às vibrações de alongamento geradas nas moléculas de O-C-O. O mesmo pode ser observado nos estudos desenvolvidos por (KAYA; SOYER-UZUN, 2016) e (KUMAR; KUMAR, 2013).

Os espectros das amostras mostram que as bandas encontradas na região de 1010 e 1040 cm^{-1} correspondem a ligações de alongamento assimétrico de Si-O-T, onde T pode ser uma molécula de Al ou Si (JAARVELD; DEVENTER, 1999). A formulação F2 a 900 °C apresenta picos em 1107,14 cm^{-1} e 1209,39 cm^{-1} que segundo Rees et al. (2007) e Khater e Gawaad (2016) são característicos de vibrações de alongamento assimétrico de Si-O-Si ou Si-O-Al.

As bandas situadas em torno de 653-717 cm^{-1} segundo Abdel-Gawwad e Abo-el-Enein (2016) estão associadas às vibrações de alongamento simétricas de pontes de Si-O-Al, enquanto as bandas apresentadas entre 810-909 cm^{-1} correspondem a vibrações de ligações simétricas e assimétricas de Si-O-T (MADAVARAPU, 2014).

A amostra F2 a 900 °C foi a única dentre as demais a apresentar um pico característico de Al-OH (banda de absorção) em torno de 995 cm^{-1} , o mesmo foi observado por Yong et al., (2012). Analisando os dados das diferentes formulações à temperatura ambiente é possível constatar que não houve o surgimento de nenhuma nova banda, apenas modificações nas intensidades dos picos apresentados.

A exposição a altas temperaturas provocou o surgimento de algumas bandas e a modificação da intensidade de determinados picos quando comparadas com as amostras à temperatura ambiente. Deste modo indicando que o aumento da temperatura de exposição das amostras acarretou uma modificação na microestrutura do material. As formulações F1 a 900 °C e F2 a 1200 °C não foram apresentadas nos resultados da Figura 8 devido a erros oriundos do ensaio de FTIR.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Na Figura 9 e 10 são apresentadas imagens obtidas pelo ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) das diferentes amostras estudadas após ensaiadas a 23 °C, 900 °C e 1200 °C. O ensaio de MEV foi realizado para as amostras sem adição de microfibras de aço apresentadas na Figura 9 e para as amostras com adição de microfibras de aço apresentadas na Figura 10, com o intuito de demonstrar a porosidade apresentada por cada amostra após exposição a diferentes temperaturas.

Não foi possível observar as microfibras de aço presentes nas amostras no ensaio de MEV.

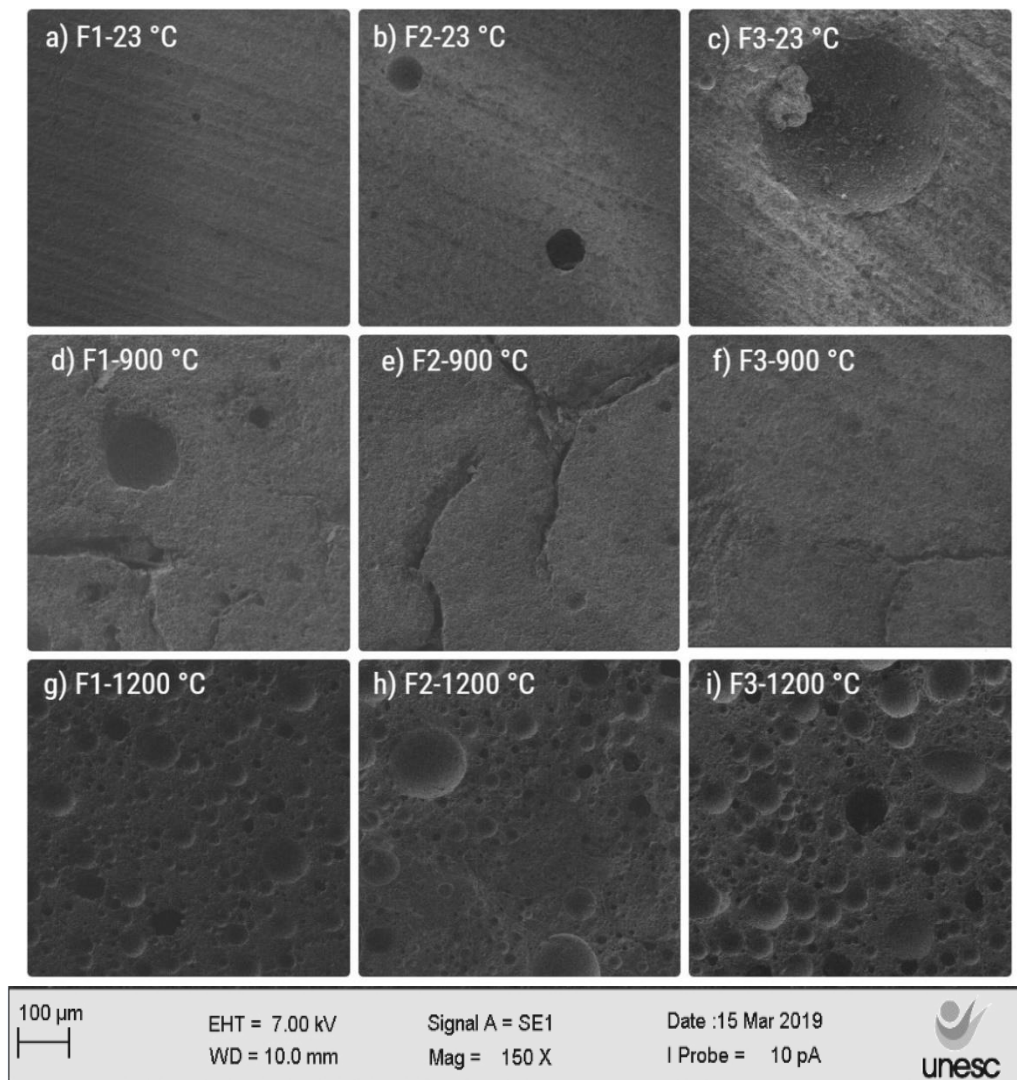


Figura 9. Imagens obtidas por MEV das amostras sem adição de microfibras de aço.

Nas Figuras 9 e 10 nos itens a), b) e c) são apresentadas as amostras estudadas à temperatura ambiente. É possível perceber que estas amostras são compostas por um material denso e quase isento de manifestações de poros. O que pode explicar as elevadas resistências à compressão obtidas.

Algumas amostras estudadas a 23 °C apresentaram pequenas fissuras além da presença de poros, podendo ter sido originados tanto no momento da formação da estrutura quanto oriundos dos ensaios mecânicos. Após a exposição a 900 °C é possível identificar que ocorreu um aumento no grau de fissuração das amostras, podendo ter ocorrido devido à evaporação da água livre presente no interior dos poros, fazendo com que as amostras perdessem sua estrutura uniforme e assim acarretando na diminuição da resistência.

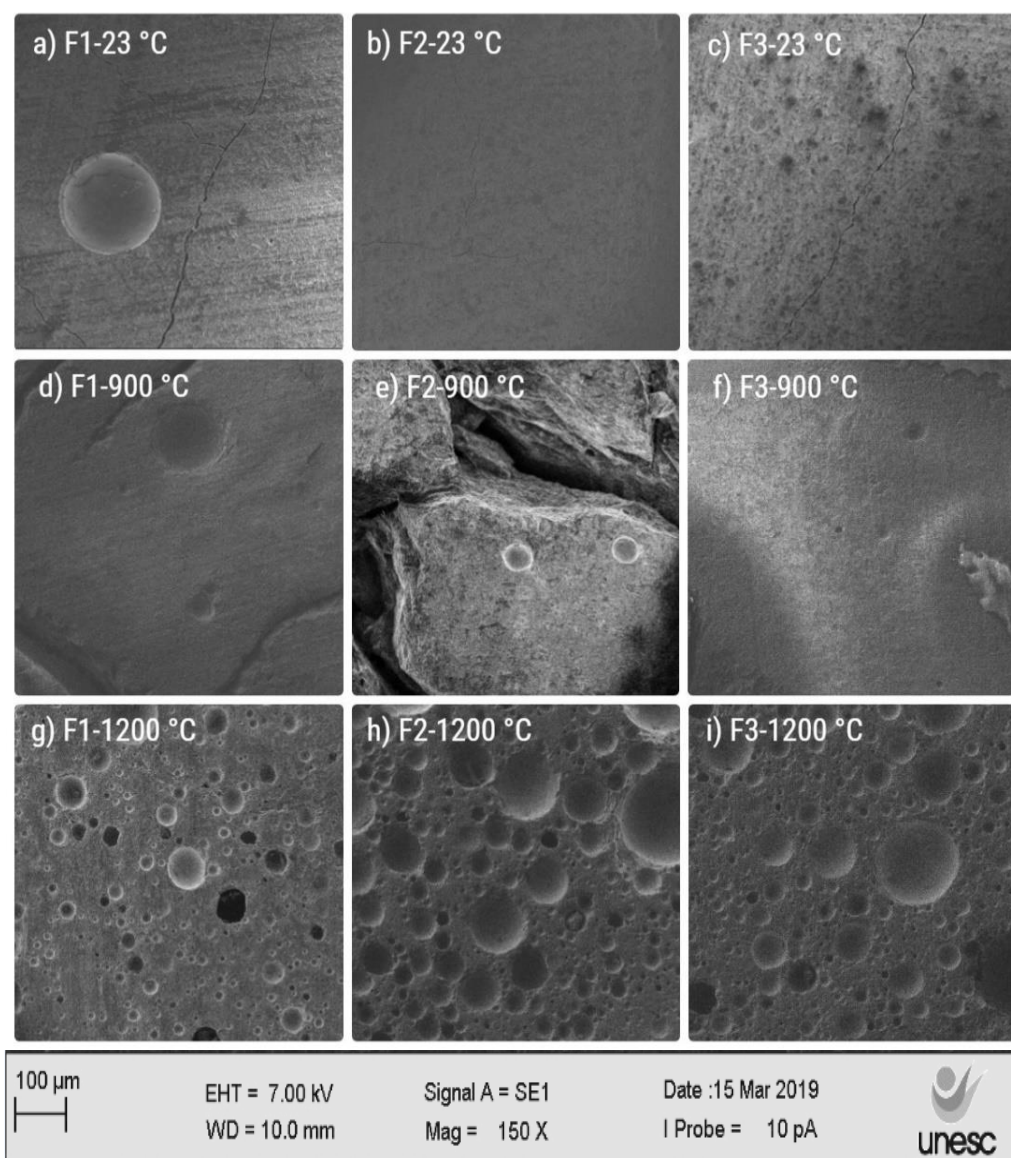


Figura 10. Imagens obtidas por MEV das amostras com adição de microfibras de aço.

É possível identificar que a temperatura de exposição teve uma influência significativa na porosidade apresentada pelas amostras. Segundo Burciaga, Escalante-Garcia e Magellan-Rivera (2015) o aumento da porosidade é oriundo do aumento da pressão interna causada pela evaporação, primeiramente da água livre retida no interior dos poros e posteriormente pela água presente na estrutura formada dos geopolímeros.

Conclusão

A partir dos dados apresentados e analisados é possível concluir que:

- ✓ A exposição das amostras a altas temperaturas ocasionou uma mudança na microestrutura do material, transformando-o de amorfo para cristalino;
- ✓ A adição de microfibras de aço apresentou ganhos significativos na resistência à compressão das amostras quando estudadas à temperatura ambiente;
- ✓ Todas as amostras estudadas apresentaram significância estatística sobre a resistência à compressão superior ao nível de 95 % na análise de variância (ANOVA).
- ✓ Nas amostras à temperatura ambiente e a 900 °C, de acordo com a análise de variância (ANOVA), a variação da relação Si/Al não apresentou mudanças significativas nas resistências à compressão.
- ✓ De acordo com a análise de variância a exposição a altas temperaturas foi a variável que contribuiu de forma significativa para a redução da resistência à compressão.

Sugestões para Trabalhos Futuros

- ✓ Analisar o efeito de diferentes temperaturas na microestrutura de geopolímeros à base de metacaulim;
- ✓ Analisar o comportamento da adição da microfibras de aço em geopolímeros formados à base de hidróxido de potássio e silicato de potássio, expostos a altas temperaturas;
- ✓ Analisar o efeito gerado por adição de diferentes tipos de fibras em pastas geopoliméricas expostas a altas temperaturas.

Referências

ABDEL-GAWWAD, H.a.; ABO-EL-ENEIN, S.a.. **A novel method to produce dry geopolymer cement powder**. Hbrc Journal. p. 13-24, 2016.

ALOMAYRI, Thamer. Effect of glass microfibre addition on the mechanical performances of fly ash-based geopolymer composites. **Journal Of Asian Ceramic Societies**, [s.l.], v. 5, n. 3, p.334-340, set. 2017. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jascer.2017.06.007>.

ALOMAYRI, Thamer. Effect of glass microfibre addition on the mechanical performances of fly ash-based geopolymer composites. **Journal Of Asian Ceramic Societies**, [s.l.], v. 5, n. 3, p.334-340, set. 2017. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jascer.2017.06.007>.

AZEVEDO, A. G. de S.; STRECKER, K.; LOMBARDI, C. T.. Produção de geopolímeros à base de metacaulim e cerâmica vermelha. **Cerâmica**, [s.l.], v. 64, n. 371, p.388-396, set. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643712420>.

BEHERA, Promoda et al. **Microstructure and mechanical properties of carbon microfiber reinforced geopolymers at elevated temperatures**. *Construction And Building Materials*, v. 160, n. 1, p.733-743, 2018.

BERNAL, Susan et al. Performance of an alkali-activated slag concrete reinforced with steel fibers. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 24, n. 2, p.208-214, fev. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2007.10.027>.

BEZERRA, I. M. T. et al. Influência da proporção do ativador alcalino nas propriedades mecânicas de materiais ativados alcalinamente. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 8, p.101-105, jul. 2013.

BHUTTA, Aamer et al. Pull-out behavior of different fibers in geopolymer mortars: effects of alkaline solution concentration and curing. **Materials And Structures**, [s.l.], v. 50, n. 1, 3 out. 2016. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-016-0889-2>.

BOSCHI, A. O.; LOT, A. V.; MELCHIADES, F. G.. EFEITO DAS CARACTERÍSTICAS DAS MATÉRIAS-PRIMAS DE PARTIDA NO DESEMPENHO DE GEOPOLÍMEROS. **60º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, Águas de Lindóia - Sp, v. 1, n. 1, p.916-927, 15 maio 2016.

BURCIAGA, O. Diaz; ESCALANTE-GARCIA, Ji; MAGELLAN-RIVERA, Rx. **Resistencia a la compresión y evolución microestructural de geopolímeros base metacaolín expuestos a alta temperatura**. *Alconpat*, México, v. 5, n. 1, p.58-73, abr. 2015.

CALADO, Verônica; MONTGOMERY, Douglas C. **Planejamento de Experimentos usando Statística**. Rio de Janeiro: E-Papers Serviços Editoriais, 2003. 260 p.

CELIK, Abdullah et al. High-temperature behavior and mechanical characteristics of boron waste additive metakaolin based geopolymer composites reinforced with synthetic fibers. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 187, p.1190-1203, out. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.08.062>.

DAVIDOVITS, Joseph. **Geopolymer Chemistry and applications**. 4. ed. França. Institut Géopolymère, 2015. 623 p.

DAVIDOVITS, Joseph. **30 Years of Successes and Failures in Geopolymer Applications. Market Trends and Potential Breakthroughs**. 2002. Disponível em: <https://www.geopolymer.org/fichiers_pdf/30YearsGEOP.pdf>. Acesso em: 21 set. 2018.

ELIMBI, A. et al. Thermal behavior and characteristics of fired geopolymers produced from local Cameroonian metakaolin. **Ceramics International**, [s.l.], v. 40, n. 3, p.4515-4520, abr. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.08.126>.

GAO, X. et al. Evaluation of hybrid steel fiber reinforcement in high performance geopolymer composites. **Materials And Structures**, [s.l.], v. 50, n. 2, abr. 2017. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1617/s11527-017-1030-x>.

GIANCASPRO, James; BALAGURU, P. N.; LYON, Richard E.. Use of Inorganic Polymer to Improve the Fire Response of Balsa Sandwich Structures. **Journal Of Materials In Civil Engineering**, [s.l.], v. 18, n. 3, p.390-397, jun. 2006. American Society of Civil Engineers (ASCE). [http://dx.doi.org/10.1061/\(asce\)0899-1561\(2006\)18:3\(390\)](http://dx.doi.org/10.1061/(asce)0899-1561(2006)18:3(390)).

KAYA, Kardelen; SOYER-UZUN, Sezen. Evolution of structural characteristics and compressive strength in red mud–metakaolin based geopolymer systems. **Ceramics International**, [s.l.], v. 42, n. 6, p.7406-7413, maio 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.01.144>.

KHAN, Musaad Zaheer Nazir et al. Experimental evaluation of quasi-static and dynamic compressive properties of ambient-cured high-strength plain and fiber reinforced geopolymer composites. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 166, p.482-499, mar. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.166>.

KHAN, Musaad Zaheer Nazir et al. Mechanical properties of ambient cured high strength hybrid steel and synthetic fibers reinforced geopolymer composites. **Cement And Concrete Composites**, [s.l.], v. 85, p.133-152, jan. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.10.011>.

KHATER, H.m.; GAWAAD, H.a. Abd El. Characterization of alkali activated geopolymer mortar doped with MWCNT. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 102, p.329-337, jan. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.121>.

KONG, Daniel L. Y.; SANJAYAN, Jay G.; SAGOE-CRENTSIL, Kwesi. **Factors affecting the performance of metakaolin geopolymers exposed to elevated temperatures**. Journal Of Materials Science. p. 824-831. 2008.

KUMAR, Anuj; KUMAR, Sanjay. Development of paving blocks from synergistic use of red mud and fly ash using geopolymerization. **Construction And Building Materials**, [s.l.], v. 38, p.865-871, jan. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.09.013>.

LINS, Adão Benvindo da; FREITAS, Fernando Antonio. **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. 2008. Disponível em: <<http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/522>>. Acesso em: 29 abr. 2019.

LYON, Richard E. et al. Fire-resistant Aluminosilicate Composites. **Fire And Materials**, [s.l.], v. 21, n. 2, p.67-73, mar. 1997. Wiley. [http://dx.doi.org/10.1002/\(sici\)1099-1018\(199703\)21:23.0.co;2-n](http://dx.doi.org/10.1002/(sici)1099-1018(199703)21:23.0.co;2-n).

MADAVARAPU, Sateesh Babu. **FTIR Analysis of Alkali Activated Slag and Fly Ash Using Deconvolution Techniques**. 2014. 52 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestre da Ciencia, Arizona, 2014.

PINTO, Amândio Teixeira. **Introdução ao Estudo dos Geopolímeros**. 2006. Disponível em: <<http://www.geopolymer.com.br/PDF/introducao.pdf>>. Acesso em: 27 set. 2018.

PROVIS, John L.; DEVENTER, Jannie S.J.Van. **Geopolymers structure, processing, properties and industrial applications**. Washington, EUA, 2009. CRS Press, 2009. P. 453.

RAHIER; WASTIELS, J.. Low-temperature synthesized aluminosilicate glasses. **Journal Of Materials Science**. p. 80-85. 1996.

RAMOS, Giovanni Antonio et al. Effect of porcelain tile polishing residue on geopolymer cement. **Journal Of Cleaner Production**, [s.l.], v. 191, p.297-303, ago. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.236>.

REES, Catherine A. et al. In Situ ATR-FTIR Study of the Early Stages of Fly Ash Geopolymer Gel Formation. **Langmuir**, [s.l.], v. 23, n. 17, p.9076-9082, ago. 2007. American Chemical Society (ACS). <http://dx.doi.org/10.1021/la701185g>.

SEVERO, C. G. S. et al. **Características, particularidades e princípios científicos dos materiais ativados alcalinamente**. **Remap**, Campina Grande, v. 8, n. 2, p.55-67, jul. 2013.

SHAIKH, Faiz; HAQUE, Sharany. Behaviour of Carbon and Basalt Fibres Reinforced Fly Ash Geopolymer at Elevated Temperatures. **International Journal Of Concrete Structures And Materials**, [s.l.], v. 12, n. 1, 25 maio 2018. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1186/s40069-018-0267-2>.

TANG, Ning et al. Geopolymer as an additive of warm mix asphalt: Preparation and properties. **Journal Of Cleaner Production**, [s.l.], v. 192, p.906-915, ago. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.276>.

VAN JAARSVELD, J.G.S., VAN DEVENTER, J.S.J.. The Effect of Metal Contaminants on the Formation and Properties of Waste-Based Geopolymers. **Cement and Concrete Research**, v. 29, p. 1189–1200, 1999.

VILLAQUIRÁN-CAICEDO, M.a.; GUTIÉRREZ, R. Mejía de. Synthesis of ceramic materials from ecofriendly geopolymer precursors. **Materials Letters**, [s.l.], v. 230, p.300-304, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2018.07.128>.

Yazici S, Inan G, Tabak V (2007) Effect of aspect ratio and volume fraction of steel fiber on the mechanical properties of SFRC. *Constr Build Mater* 21:1250–1253

YONG, Heah Cheng et al. **EFFECT OF ALKALI CONCENTRATION ON MECHANICAL PROPERTIES OF KAOLIN GEOPOLYMERS**. *Romanian Journal Of Materials*, 1, v. 42, n. 1, p.149-186, 2012.