



Universidade Federal da Paraíba
Centro de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
Mestrado – Doutorado

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ
DE GEOPOLÍMEROS REFORÇADOS COM
PARTÍCULAS DE QUASICRISTAIS AlCuFe**

Por

Maria das Dores Bandeira Barroso

*Tese de Doutorado apresentada à Universidade Federal da Paraíba para
obtenção do grau de Doutor*

João Pessoa – Paraíba

Outubro, 2009

Maria das Dores Bandeira Barroso

***DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ
DE GEOPOLÍMEROS REFORÇADOS COM PARTÍCULAS
DE QUASICRISTAIS AlCuFe***

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento às exigências para obtenção do Grau de **Doutor em Engenharia Mecânica**.

Área de Concentração: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Severino Jackson Guedes de Lima

**DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ DE
GEOPOLÍMEROS REFORÇADOS COM PARTÍCULAS DE
QUASICRISTAIS AlCuFe**

Por

MARIA DAS DORES BANDEIRA BARROSO

Prof. Dr. SEVERINO JACKSON GUEDES DE LIMA – CT/UFPB
Orientador

Prof. Dr. SANDRO MARDEN TORRES – CT/UFPB
Examinador Interno

Prof. Dr. SILVIO ROMEROS DE BARROS – CT/UFPB
Examinador Interno

Prof. Dr. SEVERINO CESARINO DA NÓBREGA NETO – IFPB/PB
Examinador Externo

Prof. Dr. TIBÉRIO ANDRADE DOS PASSOS – CT/UFPB
Examinador Externo

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho as Lídias de minha vida, minha mãe **LÍDIA** (in memorian) presença viva todos os dias e a minha filha **ANNA LÍDIA** motivo maior do meu empenho e dedicação.

*“...Nem mesmo o céu, nem as estrelas, nem mesmo
o mar e o infinito não é maior que o meu amor nem mais bonito...
...Como é grande o meu amor por VOCÊS”.*

Roberto Carlos e Erasmos Carlos.

Dedico também a meu pai **Geraldo Barroso** (in Memoriam) pelo exemplo de trabalho e honestidade também pelos incentivos e inúmeros esforços para conclusão dos meus estudos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em primeiro lugar a Deus por seu imenso amor e misericórdia, por ter me dado forças para continuar buscando esse objetivo, mesmo nos momentos mais difíceis.

A meus pais que souberam me conduzir para o bem.

Ao professor, orientador Dr. Severino Jacson Guedes de Lima pela orientação e amizade.

Ao professor, Dr. Sandro Marden Torres, pelos conhecimentos transmitidos,

Ao professor, Dr. Tadeu Melo pelos ensinamentos e pela contribuição na etapa de fundição das ligas.

Ao Professor Dr. Tibério Andrade dos Passos da Universidade Federal da Paraíba, pela condução dos ensaios de MEV, pelos ensinamentos e pela amizade;

As secretárias e funcionários do LSR (CT-UFPB), pelo apoio na realização deste trabalho e caracterizações dos materiais.

Aos meus colegas de curso pela amizade e apoio, em especial a Silvana Garcia Viana e Rosa Maria de Medeiros Marinho, pela amizade, força, apoio, compreensão e por dividir comigo todas as tristezas e alegrias.

Ao colega Daniel, um obrigado especial pela colaboração no desenvolvimento da parte experimental.

Ao colega bolsista do PIBIC, Cristiano Roosevelt, pela colaboração e apoio na realização deste trabalho.

A Elizabeth pela companhia diária, pelos cafés e pelas palavras de incentivo em todos os momentos destes quatro anos.

Aos demais colegas do laboratório, obrigado pelo companheirismo.

A Arminda e principalmente D. Darci por ter me substituído como mãe nas minhas longas ausências; um muito obrigado não basta.

A CAPES pela bolsa concedida.

***DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ DE
GEOPOLÍMERO REFORÇADOS COM PARTÍCULAS DE
QUASICRISTAIS AlCuFe***

RESUMO

Este trabalho propõe-se à obtenção de um compósito, tendo como matriz um polímero inorgânico à base de materiais com ocorrência geológica natural - silicatos e aluminatos, resistentes a altas temperaturas, de alta resistência inicial e curável a temperatura ambiente, chamado geopolímero. Para formulação dos compósitos foram adicionadas partículas da liga quasicristalina do sistema Al-Cu-Fe. É abordado o método de obtenção dos quasicristais e a preparação dos compósitos. A formação da fase icosaedral $Al_{65,3}Cu_{22,8}Fe_{11,9}$ por fusão convencional ao ar, foi acompanhada por espectroscopia de fluorescência de raios-x (EFRX) a fim de monitorar a composição do fundido e, assim, promover correções nos teores dos elementos químicos componentes da liga para manter sua composição nominal. As ligas, então processadas, foram submetidas a tratamentos térmicos para homogeneização e estabilização da fase icosaedral. O controle microestrutural foi realizado por difração de raios-x (DRX) ($K_{\alpha}Cu = 1,5406\text{\AA}$) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), antes e após tratamento térmico. Compósitos de matriz geopolimérica com frações volumétricas de partículas da liga quasicristalina iguais a 5, 10, e 17% foram preparados. Também, avaliou-se a influencia da adição de diferentes teores de água na resistência dos compósitos. Os compósitos com matriz geopoliméricas obtidos foram caracterizados mecânica e estruturalmente e os resultados das análises por MEV indicam que há uma boa aderência entre a matriz e a fase dispersa, e, portanto, a potencialidade para a produção do material composto estudado. Pelos resultados das análises mecânicas o compósito que apresentou melhor desempenho mecânico foi aquele com 5% em volume de fase quasicristalina, sem a adição de água.

Palavras chaves: quasicristais, geopolímeros, compósitos, fundição ao ar, fluxo protetor.

***DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS COM MATRIZ DE
GEOPOLÍMERO REFORÇADOS COM PARTÍCULAS DE
QUASICRISTAIS AlCuFe.***

ABSTRACT

This paper intends to obtain a composite having a polymer matrix as inorganic-based materials with natural geological occurrence - silicates and aluminates, resistant to high temperatures, high initial resistance and curable at room temperature, called geopolymer. For the formulation of composite particles were added quasicrystalline alloy system Al-Cu-Fe. It discussed the method for obtaining of quasicrystals and the preparation of composites. The training phase icosahedral Al₆₅, Fe₁₁ 3Cu 22.8, 9, by conventional fusion air, was accompanied by fluorescence spectroscopy x-ray (EFRX) to monitor the composition of the melt and thereby promote the levels Corrections components of the chemical elements combine to keep its nominal composition. Alloys, then processed, were subjected to heat treatment for homogenization and stabilization phase icosahedral. The microstructure control was conducted by x-ray diffraction (XRD) ($K\alpha_{Cu} = 1.5406 \text{ \AA}$) and scanning electron microscopy (SEM) before and after heat treatment. Geopolymer matrix composites with volume fractions of quasicrystalline alloy particles equal to 5, 10, and 17% were prepared. Also, we evaluated the influence of adding different amounts of water in the resistance of the composites. The geopolymer matrix composites were characterized structurally and mechanically and the analysis results by SEM indicate that there is good adhesion between the matrix and dispersed phase, and therefore the capability to produce the composite material studied. The results of mechanical tests showed that the composite best performance was the one with 5% by volume of quasicrystalline phase, without adding water.

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	1
1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS	1
1.2. OBJETIVOS DO TRABALHO.....	5
1.2.1. Objetivo Geral	5
1.2.2. Objetivos Específicos.....	5
1.3. Estrutura do Trabalho	6
CAPÍTULO II	7
2. COMPÓSITOS.....	7
2.1. Introdução	7
2.2. Classificação dos Compósitos	9
2.3. Compósito de Matriz Geopolimérica.....	11
CAPÍTULO III	13
3. GEOPOLÍMEROS	13
3.1. Origem dos Geopolímeros.	14
3.2. Geopolimerização e Estrutura dos Geopolímeros.....	15
3.3. CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES DOS GEOPOLÍMEROS	17
3.4. Precursores Geopoliméricos	18
CAPÍTULO IV – QUASICRISTAIS	20
4.1. INTRODUÇÃO.....	20
4.2. Métodos de Obtenção dos Quasicristais	25
4.3. QUASICRISTAIS DO SISTEMA ALCUFE.....	26
4.4. PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS.....	29
4.5. Aplicações dos Quasicristais.	31

CAPÍTULO V	33
5. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
5.1. Etapa I: Obtenção dos Quasicristais	33
5.1.1. Elaboração da Liga.....	34
5.1.2. Produção da Liga Al _{65,3} Cu _{22,8} Fe _{11,9}	35
5.2. TRATAMENTOS TÉRMICOS.	36
5.3. CARACTERIZAÇÕES DAS LIGAS QUASICRISTALINAS	37
5.3.1. Caracterização Microestrutural	37
5.3.2. Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X.....	37
5.3.3. Difração de Raios-X.....	37
5.3.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	39
5.4. Etapa II: Fabricação dos Compósitos	39
5.4.1. Descrição dos Materiais.	40
5.4.2. Elaboração da Matriz Geopolimérica.....	41
5.4.3. PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS	42
5.4.4. Influência da Água na Matriz Geopolimérica.	42
5.4.5. Preparação dos Corpos de Prova.	43
5.4.6. Condições de Cura	44
5.5. ASPECTOS DA CURA.....	46
5.6. Caracterizações dos Compósitos	47
5.6.1. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	48
5.6.2. Resistência a Compressão	48
5.6.3. RESISTÊNCIA A TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL	49
5.6.4. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	50
5.6.5. Caracterização Microestrutural	50
5.6.7. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	50
CAPÍTULO VI	52
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES	52

6.1. ETAPA I: Obtenção dos Quasicristais.....	52
6.2. Tratamento Térmico	55
6.2.1. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DA AMOSTRA BRUTA DE FUSÃO.....	56
6.2.2. Amostra Tratada Termicamente.....	56
6.3. Microscopia Eletrônica de Varredura das Ligas.....	57
6.4. ETAPA II: Fabricação dos Compósitos.....	59
6.4.1. Descrição do Precursor Geopolimérico - Metacaulinita	59
6.4.2. ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DO PRECURSOR.....	60
6.4.2. Ativador: Silicato de Sódio	60
6.4.3. Formulação do Geopolímero.....	61
6.5. ASPECTOS DA CURA.....	62
6.6. CARACTERIZAÇÕES MECÂNICAS DOS COMPÓSITOS	65
6.6.1. Desempenho aos 7 dias	65
6.6.2. Resistência à Compressão	65
6.6.3. RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	68
6.6.4. CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA – DESEMPENHO AOS 28 DIAS.....	71
6.6.5. Resistência à Compressão	71
6.6.6. RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL.....	75
6.6.7. Influência do Teor de Água nas Amostras	76
6.6.8. MICRODUREZA.....	77
6.6.9. Estudo da Microestrutura.	78
6.6.10. Interface Matriz/Quasicristal.....	81
6.6.11. Análise da Fratura	82
CAPÍTULO VII.....	86
7. CONCLUSÕES	86
REFERÊNCIAS	88

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1. Cristal simples da liga quasicristalina HoMgZn (TREBIN,2003)	3
Figura 2.1. Organograma de classificação dos compósitos	10
Figura 2.2. Classificação dos Compósitos de modo geral.	11
Figura 3.1. Estrutura e ordenamento dos geopolímeros adaptado de (BARBOSA, 1999).	16
Figura 4.1. Poliedros – icosaedral, octogonal dodecaedral, triacontraedral	22
Figura 4.2. Triângulo isósceles de lados F e 1 idealizado por Penrose (ALENCAR, 2008)...	22
Figura 4.3. Mosaicos de Penrose nas formas “seta” e “arraia” (ALENCAR, 2008).....	23
Figura 4.4. Representação dos “mosaicos de Penrose” preenchendo o plano com simetria de ordem cinco (ALENCAR, 2008).	23
Figura 4.5. MET do quasicristal com eixo de simetria pentagonal influenciada pelo número de ouro τ (SORDELET, DUBOIS, 1997).	24
Figura 4.6. Cristal simples da liga quasicristalina Zn-Mg-Ho (TREBIN, 2003)	26
Figura 4.7. Diagrama de fases ternário da liga AlCuFe rica em alumínio (BRADLEY, GOLDSCHMIDT, 1939).....	27
Figura 4.8. Diagrama de fase pseudo-binário da liga Al-Cu-Fe (FAUDOT <i>et al.</i> , 1991). 28	
Figura 4.9. Padrão de difração da liga quasicristalina Al-Cu-Fe registrado ao longo do eixo de simetria de ordem cinco (SHAITURA, MIKHEEVA, TEPLOV, 2001, SHAITURA <i>et al.</i> , 2002).	28
Figura 5.1. Fluxograma de Obtenção dos Quasicristais	34
Figura 5.2. Ciclo térmico utilizado para tratamento térmico das ligas.....	36
Figura 5.3. Fluxograma das etapas de fabricação e caracterização dos compósitos.	40
Figura 5.4. Fluxograma da metodologia de preparação das pastas.	42
Figura 5.5. Seqüência de preparação das amostras: (a) recipiente usado para misturar as matérias primas (pós) através da moagem centrífuga de baixa frequência e moldes (b) pós de quasicristal e geopolímeros separados (c) mistura manual das pastas (d) corpos de prova do compósito em fase de cura no molde cilíndrico (e) amostra para ensaio de tração por compressão diametral (f) amostra para ensaio de compressão.....	45

Figura 5.6. Amostra com 5% de QC, imediatamente após mistura.....	46
Figura 5.7. Amostra com 17% de QC, imediatamente após mistura.....	46
Figura 5.8. Aspectos da mistura do geopolímero e elementos puros Al, Cu e Fe.....	47
Figura 5.9. Aspectos da mistura do ativados e elementos puros Al, Cu e Fe.....	47
Figura 5.10. Detalhe do sistema do ensaio de compressão e corpos de prova.	48
Figura 5.11. Sistema do ensaio de tração por compressão diametral e detalhe dos corpos de prova utilizados no ensaio.....	49
Figura 6.1. Difratoograma de algumas ligas oriundas das primeiras fusões.	53
Figura 6.2. Lingotes da Al _{65,3} Cu _{22,8} Fe _{11,9} fundida ao ar e vazada em coquilha de aço.....	54
Figura 6.3. DRX das amostras (a): antes e (b): após condições ótimas de processamento.	55
Figura 6.4. Difratoograma de raios-x da liga bruta de fusão.....	56
Figura 6.5. Difratoograma da amostra tratada termicamente.	57
Figura 6.6. Micrografia da liga Al _{65,3} Cu _{22,8} Fe _{11,9} bruta fusão.	58
Figura 6.7. Micrografia obtida por MEV com amostra tratada termicamente.	58
Figura 6.8. Curvas de DRX da (a):caulinita e (b): metacaulinita.	60
Figura 6.9. Comparação ilustrativa da amostra com 5% de QC, (esquerda): imediatamente após mistura; (direita): após um dia de cura ao ar.	62
Figura 6.10. Comparação ilustrativa da amostra com 17% de QC, (esquerda): imediatamente após mistura; (direita): após um dia de cura ao ar.	62
Figura 6.11. Aspecto das amostras algumas horas após a mistura.	63
Figura 6.12. Ilustração comparativa das amostras antes da mistura (acima) e algumas horas após iniciada a cura.	64
Figura 6.13. Detalhe do ensaio de compressão aos 7 dias, esquerda:antes do ensaio; direita: após ensaio.	65
Figura 6.14. Curva Tensão-Deformação da amostra de geopolímero aos 7 dias.	66
Figura 6.15. Curva Tensão-Deformação da amostra do compósito 5% QC aos 7 dias..	66
Figura 6.16. Curva Tensão-Deformação da amostra do compósito 10% QC aos 7 dias.	67
Figura 6.17. Curva Tensão-Deformação da amostra do compósito 17% QC aos 7 dias.	67
Figura 6.18. Detalhe do ensaio tração por compressão diametral aos 7 dias.	68
Figura 6.19. Curva Tração por Compressão diametral do geopolímero aos 7 dias.....	69
Figura 6.20. Curva Tração por Compressão diametral do compósito com 5% QC aos 7 dias.....	69

Figura 6.21. Curva Tração por Compressão diametral do compósito com 10% QC aos 7 dias.....	70
Figura 6. 22. Curva Tração por Compressão diametral do compósito com 17% QC aos 7 dias.....	70
Figura 6.23. Curva da amostra de geopolímero ensaiada por compressão aos 28 dias..	72
Figura 6.24. Curva do compósito com 10% QC ensaiada por compressão aos 28 dias.	72
Figura 6.25. Curva do compósito com 5% QC ensaiada por compressão aos 28 dias...	73
Figura 6.26. Curva do compósito com 5% QC ensaiada por compressão aos 28 dias...	73
Figura 6.27. Curvas referentes ao ensaio de resistência a compressão para o geopolímero e compósitos aos 28 dias de cura.	74
Figura 6.28. Curvas referente ao ensaio de resistência a tração por compressão diametral para o geopolímero e compósitos aos 28 dias de cura.....	75
Figura 6.29. Gráfico dos valores de Microdureza Vickers para o GP e os compósitos.	77
Figura 6.29. Micrografia da matriz geopolimérica.....	79
Figura 6.30. Micrografia do compósito com 5% de quasicristal.....	79
Figura 6.31. Microestrutura do compósito com 10% de QC.....	80
Figura 6.32. Micrografia do compósito com 17% QC.....	80
Figura 6.33. Micrografia mostrando detalhe da interface entre a matriz geopolimérica e partícula de QC.....	82
Figura 6.34. Microestrutura de uma partícula de QC fraturada mostrando detalhes da entrada e da saída da fratura.	83
Figura 6.35. Análise por EDS da matriz de GP e uma partícula de QC.....	83
Figura 6.36. Micrografia de partícula de QC fraturada.	84
Figura 6.37. Análise de uma partícula fraturada com detalhe da distribuição dos elementos Al, Cu e Fe no compósito.....	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1. Estruturas de quasicristais presentes em algumas ligas (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).....	25
Tabela 4.2. Condutividade térmica de ligas quasicristalinas comparadas a outras classes de materiais (DUBOIS et al., 1994, POPE et al., 1999, KIRIHARA, 2002, GRIGOR'EV, MEOELIKHOV, 1991).	30
Tabela 4.3. Microdureza e coeficiente de atrito de ligas quasicristalinas comparadas a outras classes de materiais (SHAITURA, 2007).	31
Tabela 5.1. Razões molares para metacaulinita.....	41
Tabela 5.2. Composição das amostras produzidas.	43
Tabela 6.1. Análise química das ligas oriundas das primeiras fusões.	53
Tabela 6.2. Composição química da liga Al-Fe.	54
Tabela 6.3. Composição Química da Metacaulinita, MK.	59
Tabela 6.4. Composição Química do Ativador.	61
Tabela 6.5. Razões molares para metacaulinita.....	61
Tabela 6.6. Valores das medias da tração por compressão diametral para as amostras aos 28 dias de cura.	76
Tabela 6.7. Efeito da relação H:S na Resistência a Compressão.	76
Tabela 6.8. Valores de microdureza dos compósitos com diferentes frações de reforço.	77

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 4. 1	24
Equação 5.1	38
Equação 5.2	38
Equação 5. 3	50

LISTA DE SÍMBOLOS

CO ₂	Dióxido de carbono
Al	Alumínio
Fe	Ferro
Cu	Cobre
CMO	Compósito de matriz orgânica
CMM	Compósito de matriz metálica
CMC	Compósitos de matriz cerâmica
Si	Silício
O	Oxigênio
Dr.	Doutor
(PS)	Polissialato
(PSS)	Polissialato-Siloxo
(PSDS)	Polissialato-Disiloxo
Mpa	Megapascal
cm	Centímetro
cos	Coseno
sen	Seno
τ	Número de ouro
Mn	Manganês
Zn	Zinco
Mg	Magnésio
Ho	Hólmio
K	Grau kelvin
Ψ	Psi
β	Beta
λ	Lambda
Pd	Paládio
Re	Rênio
Ω	Omega
m Ω	Milomega
ρ	Densidade
W	watt
mK	Micro kelvin
Li	Lítio

°C	Grau centigrado
EFRX	Espectroscopia de Fluorescência de Raios-x
DRX	Difração de Raios-X
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
g	Gramas
%	Porcentagem
min	Minuto
d_0	Constante da rede quasicristalina
(ERE)	Elétrons retroespalhados
(ES)	Elétrons secundários
QC	Quasicristal
GP	Geopolímero
pH	Índice de acidez
MK	Metacaulinita
μm	Micrometro
S/A	Sociedade Anônima
K	Potássio
Na	Sódio
PVC	Policloreto de Vinila
NBR	Norma brasileira
mm	Milímetro
seg	Segundo
HV	Hardness Vickers (Microdureza Vickers)
Kg	Quilograma
n°	Número
EDS	Espectrografia de Raios-X por dispersão de energia
UV	Ultravioleta

CAPÍTULO I

1.1. CONSIDERAÇÕES GERAIS

Com o avanço tecnológico das últimas décadas e as crescentes pesquisas de novos materiais e processo, a ciência dos materiais, vem assumindo papel importante na inovação tecnológica mundial.

A diversidade de materiais, atualmente disponíveis para o uso em engenharia, é extraordinariamente grande, existindo materiais cada vez mais especializados para aplicações específicas. Os materiais compósitos representam um caso de particular importância dentro dos designados materiais de engenharia não tradicionais.

Os compósitos, de maneira geral, apresentam-se como um atrativo tecnológico crescente, devido à possibilidade da adequação de propriedades, pela combinação de materiais metálicos, poliméricos ou cerâmicos, resultando assim em matérias cujas propriedades são superiores, as dos materiais individuais, para dada aplicação específica.

A mudança das características físicas de um material compósito está diretamente relacionada ao tipo e quantidades relativas dos constituintes utilizados, podendo-se então, modificar os valores de densidade, melhorar as propriedades mecânica, térmica e elétrica simplesmente alterando-se as proporções dos materiais misturados (TIEGS, 2005).

Nos dias de hoje, os compósitos à base de cimento são bastante empregados na construção civil: pastas, argamassas, e concretos fibrosos. Compósitos cimentícios são misturas íntimas de um ou mais aglomerantes, agregados e água. Podendo-se adicionar outros elementos com a finalidade de melhorar determinadas propriedades (RODRIGUES, 2003). As matrizes desses compósitos são frágeis e se rompem com pequenas deformações sobre esforços de tração. Apesar da boa resistência aos esforços de compressão, não suportam grandes solicitações de tração e cargas dinâmicas. Para compensar essa deficiência, outros materiais são empregados como reforço dos materiais a base de cimento (FREITAS, 2007).

Entre as grandes vantagens do compósito com matriz cimentante pode ser enumerado, o fato de ser um material de construção simples, ser barato, poder ser produzido com uso de equipamentos simples, ser moldado, adquirindo qualquer forma, ter boa resistência e boa vida útil (AZIZ; PARAMASIVAM; LEE, 1981). Um dos benefícios da utilização de reforços em matrizes cimentícia é claramente observada no comportamento pós fissuração do compósito. Ele reduz ruptura abrupta, passando a apresentar, eventualmente, maiores deformações até a ruptura, levando, portanto ao aumento da tenacidade e da resistência ao impacto. Ou seja, o compósito apresenta um comportamento mais dúctil ao invés da ruptura brusca que ocorre em cimentos não reforçados (FREITAS, 2007).

Neste trabalho, os geopolímeros são propostos como matriz na elaboração de compósitos cimentícios reforçados com fase quasicristalinas do sistema AlCuFe. A motivação para utilizar geopolímero como matriz foi devido a características como: resistência a altas temperaturas, alta reatividade, boa plasticidade, baixa densidade, capacidade de servir como molde, pega rápida, boa trabalhabilidade, boa resistência mecânica, coesão e acabamento superficial, que são observados no estado fresco, associadas ao rápido desenvolvimento de resistência mecânica e dureza superficial (FREITAS, 2007). Além dessas vantagens o geopolímero é um material considerado de baixo impacto ambiental.

Os geopolímeros foram inicialmente estudados por Davidovits, em meados de 1978, que desenvolveu um programa experimental de investigação que levou à formulação de compostos inorgânicos de base polimérica, obtendo produtos com boas propriedades cimentícias, redução de tempo de pega e elevada estabilidade, entre outros aspectos (DAVIDOVITS, 1988). Os geopolímeros apresentam-se, recentemente, como material a ser empregado na produção de componentes resistentes ao fogo, na construção de estruturas, e para o controle de resíduos tóxicos ou radioativos (MARINHO, 2004). Uma vantagem interessante no desenvolvimento destes materiais é a redução da emissão de CO₂ na atmosfera durante sua produção, o que traz benefícios sociais relacionados ao meio ambiente.

Compósitos de matriz cimentante reforçados com quasicristais abrem novas oportunidades para o desenvolvimento de uma nova classe de materiais compósitos geopolímero/quasicristal com características atrativas. Neste trabalho, o material selecionado como fase reforço da matriz geopolimérica no desenvolvimento do compósito foi o quasicristal AlCuFe.

Os quasicristais, descoberto primeiramente em 1984, apresentam-se como um grande desafio para cientistas e engenheiros, pois, sabe-se pouco desse material. A cada dia este desafio está sendo superado, o que pode ser comprovado através das linhas de aplicações atualmente existentes para esse material. Os quasicristais encontram-se numa posição entre o cristal e o amorfo. Diferentemente dos cristais, os quasicristais têm uma estrutura complexa. Essa estrutura apresenta uma repetição de quase periodicidade no arranjo dos átomos, juntamente com simetrias rotacionais não observadas em cristais: simetrias de ordem cinco, oito, dez e até doze (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). A figura (1.1) apresenta um exemplo de uma liga icosaedral quasicristalina HoMgZn.

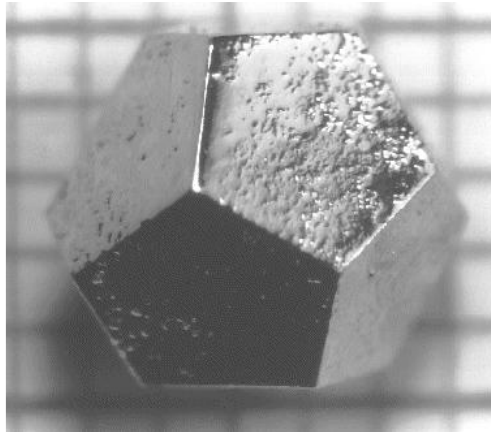


Figura 1.1. Cristal simples da liga quasicristalina HoMgZn (TREBIN,2003)

Os quasicristais já vêm sendo estudados pelo grupo de estudos de materiais do LSR-UFPB e sua escolha baseia-se, principalmente, em suas propriedades, que são de grande interesse para aplicações práticas. Entre estas propriedades podemos destacar um baixo coeficiente da fricção, alta dureza, elevadas resistências ao desgaste e oxidação, baixas condutibilidades elétricas e térmicas. Algumas aplicações dos quasicristais são limitadas por serem bastante frágeis e possuírem baixa deformabilidade na temperatura ambiente, o que exclui qualquer possibilidade de aplicação como material estrutural, embora seu comportamento torne-se dúctil o suficiente para acomodar deformações plásticas a altas temperaturas (DUBOIS, 2000). Este inconveniente de fragilidade pode ser superado usando quasicristais como uma fase descontínua (reforço) para produção de materiais compósitos ou como revestimentos.

As ligas quasicristalinas a base de alumínio, tais como o Al-Cu-Fe, são as mais atrativas para o uso comercial. Os componentes que incorporam a composição desta liga

são relativamente baratos e não tóxico o que tem favorecido sobremaneira a expansão da escala de aplicação destes promissores materiais.

O desenvolvimento do trabalho descrito nesta tese aborda os aspectos relativos ao processo produtivo; as etapas que originam a formação da fase quasicristalina nas ligas AlCuFe e o desempenho destes materiais em termos de propriedades mecânicas e de microestrutura, para a fabricação de compósitos, através da adição de diferentes frações em volume destas partículas numa matriz de geopolímero.

1.2. OBJETIVOS DO TRABALHO

A seguir são relacionados o objetivo geral e os específicos considerados durante a realização desta pesquisa. O trabalho foi dividido em duas etapas e com base no exposto relacionamos os objetivos da forma que se segue.

1.2.1. Objetivo Geral

Produzir um compósito com matriz geopolimérica usando partículas de quasicristais obtidas por fundição ao ar em condições extrapoláveis para produção em escala industrial.

1.2.2. Objetivos Específicos

- a) Obtenção da liga quasicristalina de composição $\text{Al}_{65,3}\text{Cu}_{22,8}\text{Fe}_{11,9}$ por fundição convencional ao ar;
- b) Manter a composição da liga, pela compensação do teor dos elementos constituintes durante o processo de fabricação;
- c) Estudo do efeito do tratamento térmico visando a obtenção de 100% da fase icosaedral quasicristalina;
- d) Avaliar o efeito do teor de adição dos quasicristais nas propriedades mecânicas e microestruturais dos compósitos de matriz geopolimérica/quasicristal;
- e) Investigar o comportamento mecânico dos compósitos;
- f) Avaliar a microestrutura dos compósitos, especialmente a interface entre os grãos quasicristalinos e a matriz geopolimérica.

1.3. Estrutura do Trabalho

O trabalho está dividido em duas etapas principais: a primeira etapa tratou da obtenção de amostras de grande volume (bulk) da fase quasicristalina do sistema AlCuFe por fundição convencional ao ar; e outra foi dedicada a obtenção de um compósito inédito composto por uma matriz de geopolímero e por partículas quasicristalinas obtidas na primeira etapa deste trabalho.

Posteriormente, foi feita uma fundamentação teórica, que serve para embasar conceitualmente a discussão do tema; e a parte experimental também foi abordada com as formas de execução, análise de resultados e as conclusões do trabalho.

Por questões didáticas e para uma melhor compreensão o trabalho foi dividido em sete capítulos.

No capítulo 1 fez-se uma breve abordagem ao tema enfatizando os materiais compósitos, a contribuição dos quasicristais e dos geopolímeros explicitando-se os objetivos do trabalho.

No capítulo 2 descrevem-se de uma maneira geral os materiais compósitos e algumas considerações envolvendo compósitos de matriz geopolimérica.

No capítulo 3 é abordado os aspectos gerais bem como os principais compostos dos geopolímeros.

O capítulo 4 é dedicado aos quasicristais, as técnicas de preparação destes materiais e o sistema quasicristalino Al-Cu-Fe que foi abordado neste trabalho.

O capítulo 5 é dedicado a parte experimental desenvolvida nesta pesquisa, os materiais utilizados, enfatizando a técnica de produção dos quasicristais, o método de produção dos compósitos bem como as caracterizações utilizadas.

No capítulo 6 são apresentados os resultados e as discussões no que diz respeito à obtenção dos quasicristais, bem como dos compósitos com matriz geopolimérica e a caracterização mecânica.

As conclusões finais serão abordadas no capítulo 7 e finalizando, a lista de referências bibliográficas.

CAPÍTULO II

2. COMPÓSITOS

2.1. Introdução

Tecnologias avançadas requerem materiais com propriedades ímpares e desempenho em uso que não são alcançadas por constituintes individuais (metais, cerâmicos, ou polímeros). A diversidade de materiais atualmente disponíveis para o uso em engenharia é extraordinariamente grande, existindo por isso materiais cada vez mais especializados para aplicações específicas. Por exemplo, os construtores de aeronaves estão cada vez mais pesquisando materiais que tenham baixa densidade, sejam resistentes, rígidos, resistentes a abrasão e ao impacto e não sejam facilmente corroídos. Esta é preferencialmente a melhor combinação de características. Frequentemente, materiais resistentes são relativamente densos; além disso, aumentando-se a resistência ou a rigidez geralmente resulta em um decréscimo da resistência ao impacto.

Os compósitos de uma maneira geral, apresentam-se como um atrativo tecnológico crescente, devido à possibilidade na combinação de suas propriedades, seja nas combinações de materiais metálicos, poliméricos ou cerâmicos, resultando assim em propriedades superiores as dos materiais individuais (REDDY, 1997).

Geralmente um compósito é considerado um material multifase que exhibe uma significativa proporção de propriedades de ambas as fases constituintes de modo que uma melhor combinação de propriedades é obtida. De acordo com o “Princípio da ação combinada”, as melhores combinações de propriedades são ajustadas pela combinação equivalente de dois ou mais materiais distintos. Com isso visa-se obter um material que explore mais efetivamente as melhores características dos constituintes.

Devido a possibilidade de se adequar as suas propriedades mecânicas aos requisitos de cada tipo de aplicação, os materiais compósitos tem tido grande aceitação no projeto de elementos estruturais. Eles têm proporcionado significativas reduções de peso devido as suas altas propriedades específicas. Entretanto, essa utilização eficiente

dos materiais compósitos só é possível se o comportamento mecânico for caracterizado experimentalmente.

A composição dos materiais é decidida de acordo com a necessidade da estrutura e a relativa importância de várias propriedades e principalmente de acordo com a sua aplicação específica principal justificativa de se fabricá-los (MIRACLE e DONALDSON, 2001).

Atualmente na indústria mundial em virtude das características mistas que unem propriedades de metais, cerâmicas e polímeros tem-se uma variedade de elementos produzidos com materiais compósitos (KOMEYA e MATSUI, 1994). Dentre inúmeras características dos materiais compósitos, a possibilidade de obtenção de propriedades específicas como altas razões rigidez/peso e resistência/peso, excelente resistência à corrosão, baixa expansão térmica, bom comportamento à fadiga, facilidade de transporte, baixo consumo de energia no processo de fabricação e da estrutura em si são consideradas importantes, tendo em vista que seria praticamente impossível se obter tais características fazendo-se uso de um dos componentes individualmente (KELLY, 1988).

Feitas as devidas considerações define-se material compósito como aqueles constituídos por dois ou mais materiais (fases), que podem ser da mesma natureza ou não, cuja combinação resulta num agregado de propriedades equivalentes diferente das propriedades dos constituintes. Nestes materiais, uma das fases normalmente mais dúctil se apresenta em maior proporção sendo comumente denominada “matriz”. A fase ou fases complementares apresentam-se em menor proporção, na maioria dos casos é mais dura do que a matriz e é normalmente denominada “reforço”.

A matriz de um material compósito exerce total influência em suas propriedades, pois determina a resistência do compósito à maioria dos processos degradativos que causam, eventualmente, a falha da estrutura, incluindo os danos de impacto, a de laminação, a absorção de água, ataque químico, resistência à corrosão e resistência à oxidação. Além de exercer influência nas propriedades do compósito, a matriz contribui para uma maior ou menor facilidade de conformação na fabricação do material compósito e influencia no custo final do produto.

Um compósito é projetado de modo que as cargas mecânicas a que a estrutura está submetida no serviço sejam suportadas pelo reforço. Suas propriedades dependem da matriz, do reforço, e da camada limite entre os dois, chamada de interface. Desta forma, há muitas variáveis a considerar ao projetar um compósito: o tipo de matriz

(metálica, cerâmica e polimérica), o tipo de reforço (fibras ou partículas), suas proporções relativas, a geometria do reforço, método de cura e a natureza da interface. Cada uma destas variáveis deve ser cuidadosamente controlada a fim de produzir um material estrutural otimizado para as circunstâncias sob as quais será usado (GIBSON, 1994).

As propriedades, a forma e a disposição espacial dos constituintes podem ser selecionadas visando à obtenção da combinação ótima de propriedades mecânicas, físicas e tecnológicas, ou seja, um material sob medida.

2.2. Classificação dos Compósitos

Existe uma quantidade enorme de possibilidade de características que podem ser usadas para a classificação dos materiais compósitos. De acordo com os tipos de matérias primas utilizadas para se produzir um material compósito, pode-se classificá-los como: compósitos de matriz orgânica (CMO's), compósitos de matriz metálica (CMM's) e compósitos de matriz cerâmica (CMC's) conforme Fig. (2.1) abaixo.

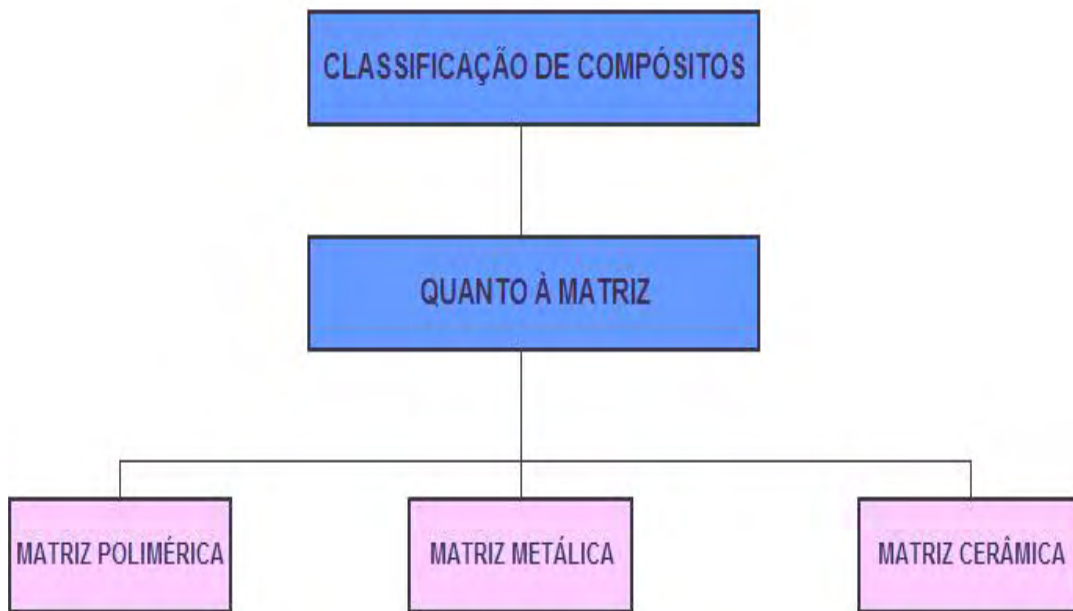


Figura 2.1. Organograma de classificação dos compósitos

Outro critério de classificação é de acordo com a forma e disposição do reforço. Considerando a forma do componente disperso, os materiais compósitos podem ser classificados em três categorias (REDDY, 1997):

- Compósitos fibrosos – consiste de fibras de um material como reforço em uma matriz constituída por outro material.
- Compósitos particulados – compostos de partículas macroscópicas de um material como reforço em uma matriz formada por outro material.
- Compósitos laminados – são constituídos por camadas de diferentes materiais, incluindo compósitos dos primeiros dois tipos, ou mesmo materiais isotrópicos tradicionais.

Considerando a forma como o reforço está distribuído na matriz os materiais compósitos se classificam em aleatórios ou periódicos (REDDY, 1997). Na figura (2.2) é apresentada a classificação dos materiais compósitos de um modo geral (MOREIRA, 2008).

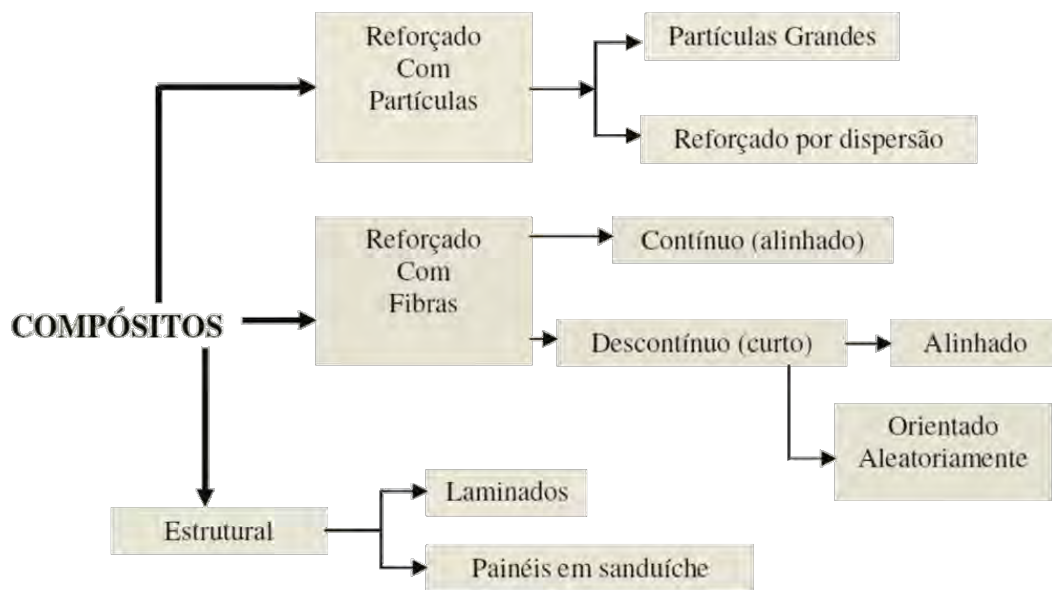


Figura 2.2. Classificação dos Compósitos de modo geral.

2.3. Compósito de Matriz Geopolimérica

Como aplicações potenciais dos geopolímeros podem ser citadas: materiais refratários, materiais para aplicações balísticas, cimentos para ambientes agressivos e reparações estruturais, retenção de resíduos tóxicos e radioativos, estabilização de solos contaminados, pavimentação, cimentação de poços de petróleo, moldes para vários tipos de indústrias, remediação de solos contaminados, isolamento de vazamento no núcleo de reatores nucleares (LIMA, 2004) entre outros. Em todos os campos da indústria entre elas: na indústria automobilística e aeronáutica, fundição não ferrosa e metalúrgica, engenharia civil, indústria de plásticos, na arte e decorações, entre outros.

Podem ser usados puros ou na forma de compósitos. Dentre as características que dão destaque a este material incluem-se alta resistência inicial, baixa retração, a resistência a sulfatos e a resistência a ciclos resfriamento-descongelamento (DAVIDOVITS, 2002).

O Brasil tem ampliado sua experiência de inovação na obtenção de compósitos usando os geopolímeros como matriz. Os resultados são promissores no sentido de procurar correlacionar as propriedades dos materiais, o desempenho estrutural do componente e os diferentes processos de manufatura com a redução de custos. Um exemplo de aplicação de geopolímeros foi desenvolvido no trabalho de FREITAS

(2007) onde se estudou sua aplicação como matriz em compósitos reforçado com fibra de carbono, adequados para situações onde se deseja alta resistência à queima, para ser aplicado no interior de cabines e em outros componentes de aeronaves (LYON *et al*, 1997). Os resultados mostram vantagens quanto à resistência à queima, durabilidade frente aos raios UV e não emissão de qualquer substância tóxica.

No trabalho de SOUZA (2005) no intuito de prover estabilidade mecânica às pastas de geopolímeros usaram-se cargas minerais particuladas e fibras minerais e poliméricas para compor o compósito. Neste trabalho a combinação de dois tipos de carga foi capaz de eliminar a microfissuração e promover ganhos de resistência na ordem de 125%. Além desse resultado, a adição de fibras de polipropileno apesar de não impedir a fissuração dos corpos de prova, promoveu melhorias na resistência à compressão.

No trabalho desenvolvido por OLIVEIRA (2005), a adição de fibras de polipropileno em compósitos geopoliméricos promoveu resultados satisfatórios em relação à melhoria das propriedades mecânicas do material. Neste mesmo trabalho observou-se que os resultados de resistência e tenacidade dos compósitos geopoliméricos foram superiores aos dos compósitos de cimento Portland.

SILVA *et al* (2002) em seus estudos observou que a adição de microfibras de wollastonita natural promoveu a estabilização da matriz geopolimérica e melhorou todas as propriedades mecânicas do compósito. A tenacidade a fratura, por exemplo, teve um aumento da ordem de 26%, para um volume de fibra de 2%.

CAPÍTULO III

3. GEOPOLÍMEROS

O geopolímero é um material que tem chamado a atenção da comunidade científica e tem sido investigado seu potencial de emprego em várias áreas, inclusive na formulação de compósitos com possibilidades de aplicações tecnológicas. Os geopolímeros, também chamados de materiais alcalinamente ativados, são materiais de origem inorgânica que têm sido bastante investigados devido a propriedades como alta resistência química, resistência a chama e propriedades mecânicas elevadas. Propriedades estas decorrentes da estrutura desse material e que por sua vez podem ser adaptadas a diferentes aplicações (YONG *et al.*, 2007).

O geopolímero desenvolvido por Joseph Davidovits na década de 70 apresenta-se como um recente material cimentício de alto desempenho para aplicações estruturais aliado a benefícios relacionados ao meio ambiente principalmente pela possibilidade de utilização de resíduos industriais em sua composição, contribuindo para a sustentabilidade ambiental.

O termo geopolímero foi criado por Davidovits em 1979 para designar uma família de polímeros inorgânicos de origem mineral constituído por tetraedros de SiO_4 e AlO_4 ligados alternadamente pelo compartilhamento de átomos de oxigênio (PINTO, 2007), resultante de uma reação química (polimerização) que se processa num meio altamente alcalino criando polímeros com ligações do tipo Si-O-Al-O (SEPULVEDA, 2007).

A principal diferença entre esses polímeros minerais e os polímeros orgânicos tradicionais está na ausência da cadeia de carbono. No caso destes polímeros minerais a polimerização pode ser iniciada utilizando silicoaluminatos de sódio ou potássio. A cristalização é então evitada e dessa forma é possível obter um cimento como também uma resina e um ligante (DAVIDOVITS, 1996).

Hoje em dia, a abundância de nomes que descrevem estes materiais, inclusive cimento ativado alcalinamente (PALOMO e DE LA FUENTE, 2003; ROY, 1999),

cerâmica alcalina (KRIVEN *et al.*, 2004) e geocimento (KRIVENKO, 1994), cria muita confusão; porém, em todos os casos álcali-ativação é essencialmente envolvida (DAVIDOVITS, 2005). Provavelmente, um termo mais apropriado que descreve esses materiais é “polímeros inorgânicos”.

O processo de polimerização depende de muitos parâmetros, incluindo a composição química e mineralógica das matérias-primas, a temperatura de cura, quantidade de água, concentração dos compostos alcalinos, entre outros (TEMUJIN, 2009).

Entre os materiais precursores que são adequados para produzir os geopolímeros incluem-se cinzas volantes, escória de forno, pozolonas, minerais contendo Al e Si e argilas (caulim e metacaulim) (Tese Erika), ou seja, matérias primas fonte de aluminossilicato. Os primeiros trabalhos publicados no Brasil datam do final da década de 1990 e referenciam os geopolímeros principalmente como materiais oriundos da indústria siderúrgica ou da calcinação de argila caulinitica (PEREIRA *et al.*, 2006; SILVA *et al.*, 1998; THAUMATURGO e SILVA, 2006; THAUMATURGO *et al.*, 1999a; THAUMATURGO *et al.*, 1999b).

3.1. Origem dos Geopolímeros.

Estes materiais tiveram sua origem a partir de pesquisas lideradas pelo professor francês Dr. Joseph Davidovits em 1972, que buscava o desenvolvimento de polímeros não inflamáveis como os tradicionais à base de carbono. Em suas pesquisas baseando-se em estudos mineralógicos e químicos Davidovits utilizou elementos geológicos baseados no silício e obteve os geopolímeros utilizando técnicas similares àquelas usadas na síntese de zeólitas (DAVIDOVITS, 1994).

Os geopolímeros são também conhecidos por polissialatos, grande cadeia molecular constituída de silício, oxigênio e alumínio. Sialato é uma abreviação para sílico-óxido-aluminato. Esta estrutura consiste de um polímero Si-O-Al análogo das zeólitas, entretanto sua estrutura é amorfa ou semicristalina (Davidovits, 1991). Dentre outros aspectos a evolução das pesquisas constatou que o geopolímero pode ser utilizado como resina e também como um cimento alternativo, e como tal, vem sendo empregado na produção de componentes resistentes ao fogo, na construção de estruturas, e para o controle de resíduos tóxicos ou radioativos (PINTO, 2007).

As pesquisas e a tecnologia dos geopolímeros são recentes. Os primeiros

trabalhos publicados no Brasil datam do final da década de 1990 e referenciam os geopolímeros principalmente como materiais oriundos da indústria siderúrgica ou da calcinação de argila caulinitica (PEREIRA *et al.*, 2006; SILVA *et al.*, 1998; THAUMATURGO e SILVA, 2006; THAUMATURGO *et al.*, 1999a; THAUMATURGO *et al.*, 1999b).

3.2. Geopolimerização e Estrutura dos Geopolímeros

Os materiais geopoliméricos são sintetizados através da geosíntese – ciência para produção de rocha artificial à temperaturas abaixo de 100°C. Eles resultam da condensação polimérica de aluminossilicatos e silicatos alcalinos originando estruturas poliméricas tridimensionais. Essa estrutura tridimensional é gerada devido à relação Si/Al, pois o arranjo 3D se forma quando as ligações cruzadas de Si/Al forem iguais ou superiores a 2 (DAVIDOVITS, 1994).

DAVIDOVITS (1996) propôs o termo geopolimerização para designar a síntese desses materiais dada à semelhança da reação e o mecanismo de formação dos geopolímeros com a síntese dos polímeros inorgânicos. Para haver a polimerização é necessário um meio altamente alcalino (ativador). O ativador pode ser simples ou composto (JAARVELD, 1997). A diferença reside no fato de se utilizar um ativador constituído por uma única substância ou por várias. Deve-se considerar, entretanto, que dependendo do tipo, da natureza dos precursores usados e das condições de síntese as propriedades físicas e químicas do geopolímero formado serão diretamente afetadas (JAARVELD, 2002).

A nomenclatura para esses polímeros minerais é baseada no termo polissialato, como já mencionado anteriormente e foi estabelecida pela União Internacional de Química Pura e Aplicada, no encontro realizado em Estocolmo em 1976 (DAVIDOVITS, 2002).

O termo sialato foi sugerido para abreviar silico-oxo-aluminato. A fórmula empírica dos polissialatos é dada por:



Onde M é um cátion, elemento alcalino e n é o grau de polimerização. O símbolo (-) indica a presença de uma ligação, z é 1, 2 ou 3 e “n” é o grau de polimerização. Quando z é igual a 1, o nome é polissialato (PS), z igual a 2, polissialato-siloxo (PSS), e z igual a 3, polisialato-disiloxo (PSDS). w é o grau de hidratação (DAVIDOVITS, 1982). O produto formado apresenta uma estrutura com uma rede tridimensional amorfa de átomos de silício e alumínio compartilhando átomos de oxigênio conforme Fig. (3.1).

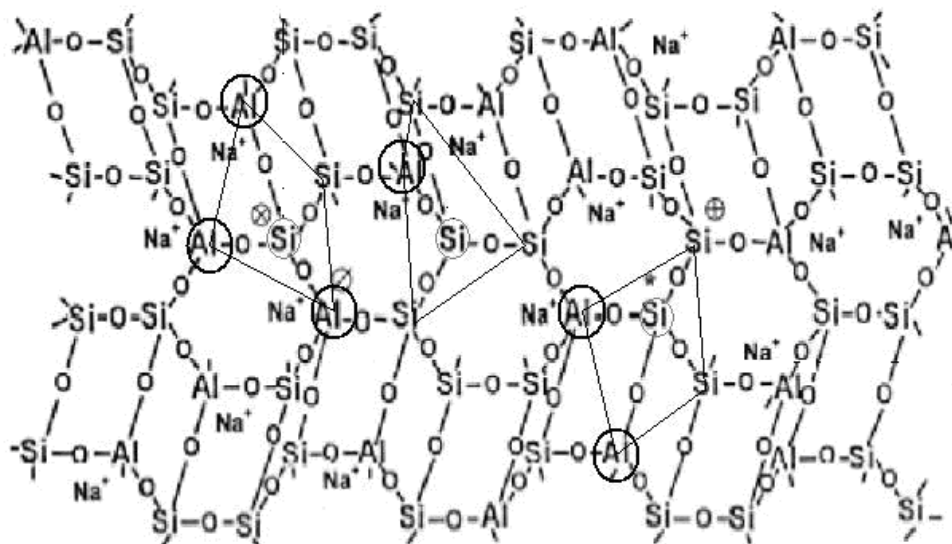


Figura 3.1. Estrutura e ordenamento dos geopolímeros adaptado de (BARBOSA, 1999).

Os geopolímeros foram desenvolvidos a partir de estudos pela variação das razões molares entre os seus principais óxidos reagentes. O processamento térmico de sílico-aluminatos alcalinos e aluminossilicatos, disponíveis em qualquer continente, fornece as matérias-primas necessárias para a geopolimerização (DAVIDOVITS, 2005).

A tecnologia empregada no desenvolvimento dos geopolímeros é inovadora, emprega, principalmente, argilominerais naturais e sintéticos de forma distinta em relação à indústria de cimento tradicional que tem como principal fonte a matéria calcária para gerar o cimento Portland. Essa nova tecnologia contribui amplamente para diminuição do impacto ambiental, já que há queda de 90% de emissão de gás carbônico para atmosfera (SKAF, 2008).

A composição e a síntese dos geopolímeros determinam suas características de pega, bem como seu comportamento mecânico final (SKAF, 2008). Em especial, alguns geopolímeros apresentam características de pega rápida ou instantânea (SILVA, 2000).

3.3. CARACTERÍSTICAS E APLICAÇÕES DOS GEOPOLÍMEROS

A temperatura e o tempo de cura são fatores importantes na cinética e propriedades dos geopolímeros. Segundo diferentes autores, as condições de cura as quais os geopolímeros são submetidos são variáveis e dependem de objetivos específicos de acordo com aplicação desejada (BAKAREV, 2005; BARBOSA e MACKENZIE, 2003a; BARBOSA MACKENZIE, 2003b; FERNÁNDEZ-JIMÉNZ, 1998; HOS *et al.*, 2002). Alguns estudos relatam desde a ambiente até 100°C a temperatura usada na síntese geopolímeros (DAVIDOVITS,1991.)

Como as relações durante a síntese dos geopolímeros acontecem de forma dinâmica, o fator tempo também se torna importante na síntese desses materiais, visto que o tempo para que uma melhor organização da estrutura se estabeleça é maior. Um aumento considerável é observado na resistência a compressão dos geopolímeros após 7 dias de cura quando comparadas aqueles curadas por 1 dia (SILVA, 2008).

THOMAZ (2000) encontrou 59 Mpa de resistência a compressão para concretos geopoliméricos a base de metacaulim (sem reforço longitudinal) na idade de 28 dias. SILVA (2006) obteve resistências à compressão para o concreto geopolimérico a base de metacaulim nos valores de 29,23 MPa para a idade de 24 horas; 51,15 MPa para a idade de 7 dias e,58,88 MPa, para a idade de 28 dias. SUMAJOUW *et al.*, (2005b) obtiveram 40MPa de resistência a compressão para pilaretes (altura de 150 cm e secção transversal 10 x 17,5 cm) de concretos geopoliméricos armados baseados em cinza volante com taxa de reforço longitudinal igual a 1,47% e 60 MPa, para os que possuíam taxa de reforço longitudinal igual a 2,95% em diferentes idades (não mencionadas).

Geopolímeros endurecem rapidamente a temperatura ambiente. Produtos pré-formulados, com base em cimento geopolimérico, apresentam resistência à compressão de até 20 MPa quatro horas após sua síntese. Aos 28 dias, podem chegar de 70 – 100 MPa (HERMANN *et al.*, 1999;HARDJITO *et al.*,2002,DAVIDOVITS,2002). Em especial, alguns geopolímeros apresentam taxa de endurecimento ou pega rápida ou instantânea, o calor radiante acelera a pega e endurecimento. Devido a elevada resistência mecânica inicial, o cimento geopolimérico pode ser usado na produção de pavimentos que exijam o tráfego de automóveis pesados em menos de 4 horas (DAVIDOVITS, 2002), tais como: obras em pistas e aeroportos, vias de tráfego intenso, manutenção industrial, reparos de estruturas, fixação de maquinas e equipamentos, etc.

A cura do geopolímero, quando realizada a temperaturas em torno de 60°C, fornece um produto mais resistente, porém deve-se tomar cuidados com a perda de água já que esta também atua como um catalisador na polimerização.

Devido à características como resistência a sulfatos e elevadas temperaturas, o geopolímero tem sido usado em revestimento de proteção, contra meios agressivos, proporcionando maior durabilidade das estruturas. (DAVIDOVITS, 2002).

Além do que foi exposto acima, o comportamento apresentado pelos geopolímeros é superior em várias propriedades ao cimento Portland, o que o faz substituto em concretos e argamassas tradicionais e também um produto de características muito especiais, para ser utilizado nas condições onde as propriedades do cimento Portland são insuficientes (FREITAS, 2007).

3.4. Precursores Geopoliméricos

Materiais residuais como cinzas volantes, escória de alto forno, e resíduos da indústria de mineração contem quantidades suficientes de alumina e sílica reativas que podem ser usados como materiais de partida para reações de polimerização dos geopolímeros (PINTO, 2007-Tese Geo Erica). Alguns trabalhos mostraram síntese usando escória de alto forno combinada com metacaulinita e como ativador da reação foi usada uma combinação de hidróxido de potássio e silicato de sódio (CHENG e CHIU, 2003-SKAF). VAN JAARSVELD *et al.*, (1997; 1999) identificaram o uso potencial de materiais residuais tais como cinza volante e resíduos de construções para imobilizar materiais tóxicos.

PALOMO *et al.*, (1999) estudaram geopolímeros à base de cinza volante utilizando combinações de hidróxido de sódio com silicato de sódio e hidróxido de potássio com silicato de potássio como ativadores alcalinos. Gorley (2003) afirmou que a presença de cálcio na cinza volante em quantidades significantes poderia interferir na taxa de polimerização e alterar a microestrutura do geopolímero. Deve-se considerar que dependendo do tipo e da natureza do material de partida usado, as propriedades físicas e químicas do geopolímero formado serão diretamente afetadas (VAN JAARSVELD *et al.*, 1998).

Além dos materiais residuais industriais, as argilas como a metacaulinita é o material precursor mais usado como material de referência dada a sua composição estrutural amorfa e composta de tetraedros de silício e alumínio, base de cadeias

aluminossilicosos (KELLY). Assim, de acordo com as propriedades requeridas para os geopolímeros, buscam-se novas matérias-primas que sirvam de precursoras para a síntese destes materiais e possam, conseqüentemente, possibilitar novas aplicações.

O grupo de pesquisadores do Laboratório de Materiais (LABEME) vem estudando o potencial de uso de resíduos industriais (resíduo cerâmico, caulim e resíduos de caulim) derivadas de industriais paraibanas, na síntese e comportamento de matrizes geopoliméricas. Estudos iniciais revelam que esse material tem potencial de serem utilizados tanto como material estrutural quanto como material adesivo.

Tendo este material apresentado uma capacidade adesiva para unir ligas metálicas do tipo aço (BARROS *et al.*, 2008), sua capacidade de permitir a confecção de compósitos contendo fases quasicristalinas ainda não foi avaliado.

Outro aspecto importante acerca dos geopolímeros é o fato da sua estabilidade térmica ser observada em temperatura bastante elevadas, em torno de 1300°C (DAVIDOVITS, 1998), superiores àquelas dos quasicristais, em torno de 860°C, (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004) e bem superiores aos polímeros orgânicos tradicionais, em torno de 300°C (CALLISTER, 2000).

Uma revisão crítica da literatura revela que a formação de compósitos com quasicristais em matriz polimérica ainda é insipiente, colocando o tema deste trabalho em uma posição estratégica importante no tocante ao desenvolvimento de compósitos com estes materiais especiais.

CAPÍTULO IV – QUASICRISTAIS

4.1. INTRODUÇÃO

Toda aplicação tecnológica de qualquer material depende de suas propriedades. Daí, justifica-se o investimento financeiro por parte dos governos e do setor privado e a busca incansável de cientista e pesquisadores para compreender o comportamento de novos materiais, quando submetido a solicitações diversas. Destacam-se igualmente os esforços empreendidos para a produção cada vez mais eficaz destes novos materiais, seja por processos tradicionais, seja por processos ou rotas inovadores.

Os quasicristais, que foram descobertos em 1984 por SHERCTHMAN *et al.*, (TILLEY, 2006; SHECHTMAN, *et al.*, 1984; DUBOIS, 2000) , são um importante exemplo de novos materiais. Este grupo internacional de pesquisadores anunciou sua descoberta com uma liga Al-Mn, solidificada rapidamente, cujo padrão de difração exibia, surpreendentemente, padrão de difração com eixo de simetria de ordem 5. O termo “quasi” refere-se ao fato desses materiais apresentarem uma estrutura atômica bem ordenada, característica tipicamente dos cristais, mas são aperiódicas, sendo esta a periodicidade gerada pela presença de eixo, ou eixos, de simetria proibida pela cristalografia.

Num sólido, os átomos podem estar distribuídos, no espaço, de três maneiras distintas: periodicamente arranjados, o que corresponde ao estado cristalino, num arranjo completamente aleatório, sem nenhuma ordem de longo alcance, que corresponde ao estado amorfo e num arranjo cuja estrutura é atômica ordenada, mas não periódica, que são as dos quasicristais. Os quasicristais, cujas estruturas apresentam simetria não cristalográfica, vêm atraindo considerável interesse e suas propriedades estruturais, eletrônicas e magnéticas, bem como a interação entre elas, que são bastante diferentes das propriedades do estado cristalino convencionais (DUBOIS, 2000) veem sendo investigadas.

A estrutura do quasicristal não apresenta uma “célula unitária” simples, que pode ser repetido periodicamente em todas as direções para preencher o espaço, mas eles têm um padrão que se repete quase periodicamente. O nome quasicristal, uma abreviatura de cristal quase periódico, é resultado dessa simetria rotacional única e aperiódica dos espaçamentos encontrados nestes materiais. Nos padrões de difração, os quasicristais apresentam simetrias de ordem 5, 8, 10 e 12 (HUTTUNEN - SAARIVIRTA, 2004), diferentemente da cristalografia tradicional onde os eixos rotacionais são de ordem 1, 2, 3, 4 e 6. Esta periodicidade impõe um conjunto de regras como, por exemplo, a simetria de rotação permitida: somente as simetrias de primeira, segunda, terceira, quarta e sexta ordem podem descrever uma grande quantidade de átomos em materiais cristalinos (PADILHA, 1997). Na prática estas regras de simetria significam que as características da rede cristalina não muda depois de uma rotação de $2\pi/n$, com $n = 1, 2, 3, 4$ ou 6 . Baseando-se nessas definições sobre materiais cristalinos, a simetria de ordem cinco e qualquer simetria de ordem n maior do que seis está excluída.

A descoberta de SHECHTMAN *et al.*, em 1984 rompeu este paradigma da cristalografia, com o qual até então acreditava-se que apenas aquele ordenamento atômico dos cristais era possível. Nasciam assim os quasicristais, que ao contrário da estrutura cristalina tradicional, constituída de átomos ou de moléculas perfeitamente arranjados e repetindo-se infinitamente, apresentam ordem translacional quase periódica de longo alcance e simetria de rotação cristalograficamente proibida, tais como os eixos de ordem cinco, oito, dez e doze formando estruturas icosaedrais, octagonais, decagonais e dodecagonais (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004), como as mostradas na figura (4.1).

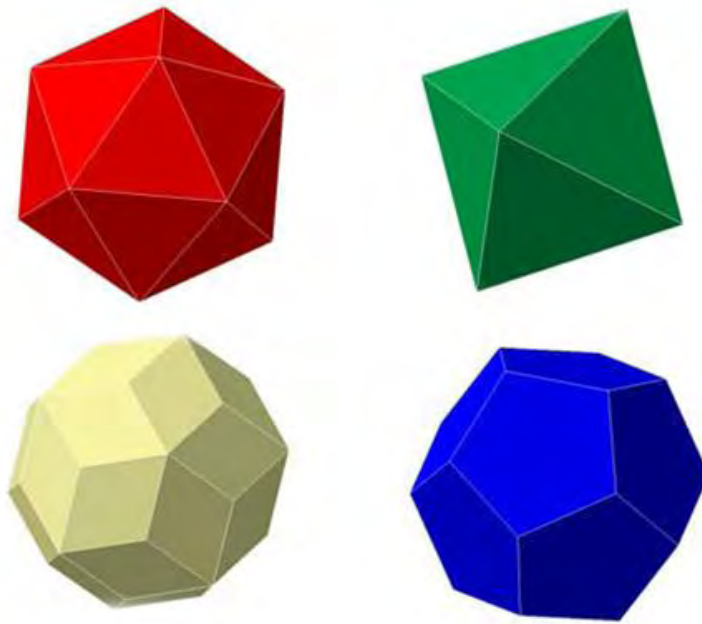


Figura 4.1. Poliedros – icosaedral, octogonal dodecaedral, triacontraedral

Vários modelos têm sido propostos para ajudar na compreensão da estrutura quasiperiódica. Aqui recorreremos ao modelo do físico inglês Roger Penrose que inventou um tipo de mosaico, que leva o seu nome “mosaico de Penrose” de duas formas com características aparentemente contraditórias: tem simetria de ordem 5, preenche o plano e não é periódico (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). Os mosaicos de Penrose são formados a partir de um triângulo isósceles de lados iguais a F . Esse triângulo converte-se em dois, mostrados com cores diferentes na figura (4.2), dividindo-se um dos lados em uma parte que mede 1 e outra que mede $F - 1$.

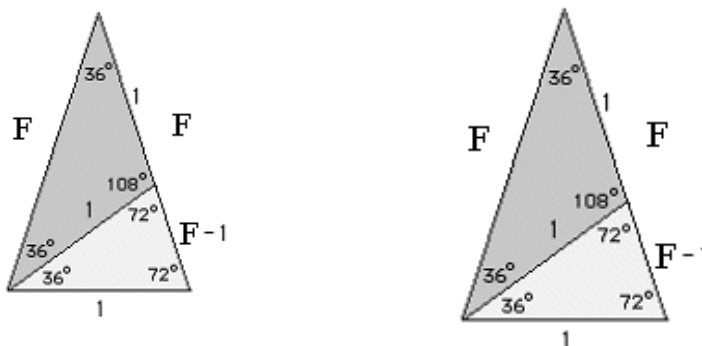


Figura 4.2. Triângulo isósceles de lados F e 1 idealizado por Penrose (ALENCAR, 2008).

Combinando esses novos triângulos, Penrose montou dois tipos de mosaicos, um que chamou de “seta” e o outro “arraia”, figura (4.3). Usando esses dois "mosaicos" o plano pode ser preenchido gerando uma simetria de ordem cinco, figura (4.4) (ALENCAR, 2008).

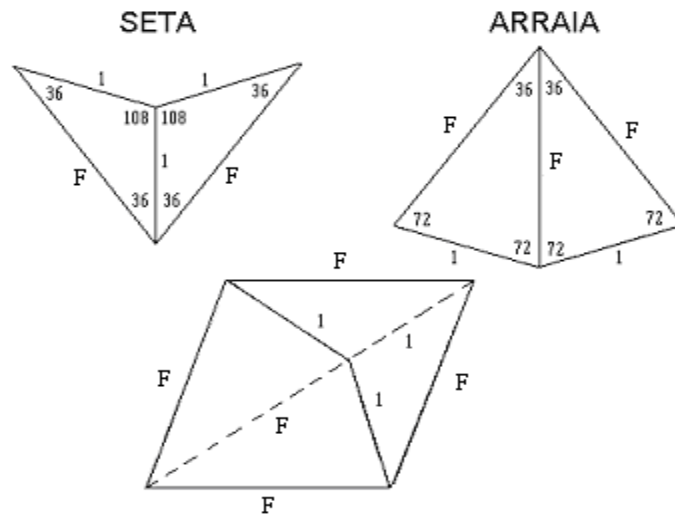


Figura 4.3. Mosaicos de Penrose nas formas “seta” e “arraia” (ALENCAR, 2008)

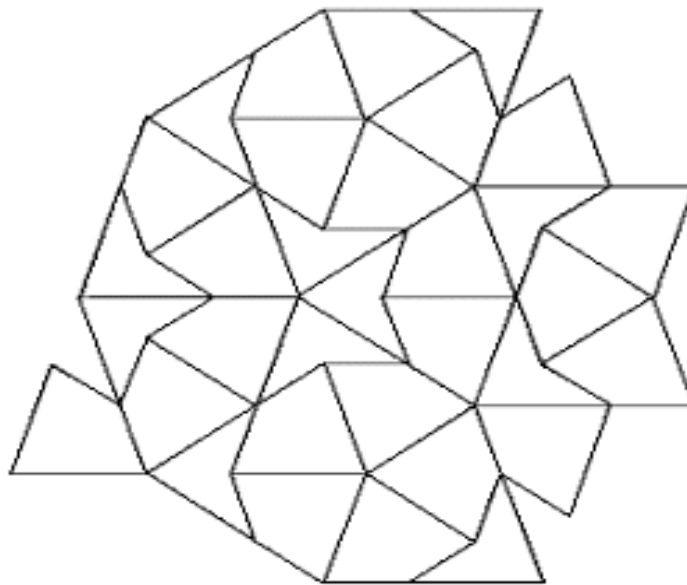


Figura 4.4. Representação dos “mosaicos de Penrose” preenchendo o plano com simetria de ordem cinco (ALENCAR, 2008).

Os mosaicos de Penrose cobrem uma superfície plana bi-dimensional, mas, os matemáticos acharam pares de formas volumétricas que preenchem por completo o espaço tridimensional. São objetos que lembram cubos com faces repuxadas, todas idênticas aos mosaicos planos de Penrose. Chamados, por causa disso, de "romboedros áureos" (ALENCAR, 2008). A simetria de ordem cinco e esses romboedros que preenchem o espaço encontrado no modelo dos "mosaicos de Penrose" foram correlacionados a descoberta de Shechtman *et al.*, (1984) para sólidos e que foram por isso denominado quasicristais. Apesar de não periódico os planos são altamente ordenados e suas posições podem ser previstas por um número irracional específico τ , chamado "número de ouro", dado pela equação (4.1) (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

$$\tau = 2 \cos(\pi/5) = 1.618034 \quad \text{Equação (4. 1).}$$

O espaçamento interplanar nos quasicristais pode variar, mas esta variação é um tanto quanto controlada e repetida. Assim, existe uma ordem translacional de longo alcance nos quasicristais. A figura (4.5) mostra a influência do número de ouro (τ) na variação interplanar de uma amostra quasicristalina (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

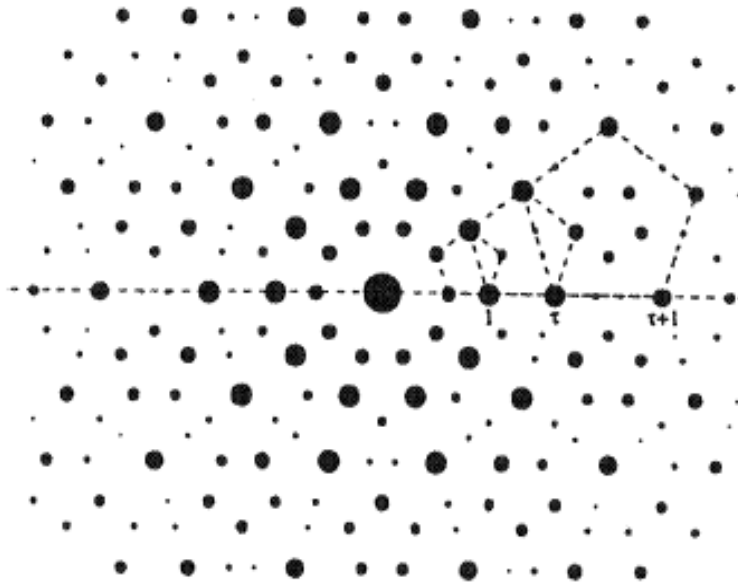


Figura 4.5. MET do quasicristal com eixo de simetria pentagonal influenciada pelo número de ouro τ (SORDELET, DUBOIS, 1997).

Desde a descoberta da primeira liga quasiperiodica nos sistemas de ligas Al-Mn e Al-Mn-Si, muitas outras ligas foram investigadas no que diz respeito à ocorrência da quasicristalinidade (ROSAS, PEREZ, 1998, KYEK *et al.*, 2000, HIPPERT, 1994). Hoje, foram obtidas e investigadas mais de cem sistemas de ligas com estrutura quasicristalina a base de magnésio, zinco, zircônio, cádmio, titânio (JEEVAN, RANGANATHAN, 2004). Muitas delas são ligas de alumínio com composições específicas, conforme mostra a tabela (4.1) (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Tabela 4.1. Estruturas de quasicristais presentes em algumas ligas (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Estrutura	Ligas
Icosaedral	Al-Cu-Fe, Al-Mn, Al-Mn-Si, Al-Cu-Ru, Al-Pd-Mn, Al-Pd-Re
Octagonal	Ni-Cr-Si, Ni-V-Si, Mn-Si
Decagonal	Al-Mn, Al-Fe, Al-Pd, Al-Cu-Co-Si
Dodecagonal	Ni-Cr, Ni-V, Ni-V-Si, Co-Cu, Al-Co-Fe-Cr

4.2. Métodos de Obtenção dos Quasicristais

A formação dos quasicristais depende do controle da composição e do processo de obtenção. Historicamente, os métodos usados para preparar quasicristais derivam da tecnologia da solidificação rápida, entre elas a técnica “*melt spinning*”, usada para resfriamento rápido de líquidos se destaca como o método mais usado (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004), a moagem de alta-energia “*milling*” (WANG, 2007), a deposição (LI *et al.*, 2002), e a técnica de plasma “*spray*” que já vem sendo utilizada com sucesso (ZHOU, *et al.*, 2006), são também processos bastante apropriados na síntese de quasicristais. Outra técnica muito utilizada para produção dos quasicristais é a solidificação lenta, sendo esta a utilizada nesta pesquisa. O primeiro relato a respeito de uma fase única quasicristalina obtida por esta técnica data de 1986 por Bruno Dubosk, com uma liga Al-Li-Cu (JANOT, DUBOIS, 1998). Na solidificação lenta, evidencia-se na maioria dos casos, uma fase cristalina em conjunto com uma fração de fase quasicristalina. Observou-se em alguns estudos (ROSAS; PÉREZ, 1997; ZHOU, 2006), que tratamentos térmicos apropriados possibilitaram o aumento da fase quasicristalina, podendo atingir até uma única fase quasicristalina, dependendo da composição da liga (DUBOIS, 2000).

4.3. QUASICRISTAIS DO SISTEMA AL-CU-FE.

As ligas quasicristalinas do sistema Al-Cu-Fe tem se destacado e tem atraído a atenção dos pesquisadores devido a vários fatores, incluindo a fácil obtenção desses elementos, baixa toxicidade e também pelo fato do custo do processamento ser relativamente baixo, ao contrário de muitos outros elementos que formam quasicristais (YOKOYAMA *et al.*, 2000).

O quasicristal Al-Cu-Fe tem simetria de rotação própria dos quasicristais, com estrutura icosaedral, a qual apresenta eixo de simetria de ordem cinco e é formada por 20 triângulos equiláteros, semelhante a um poliedro icosaedral com triângulos equiláteros como mostra a figura (4.6).

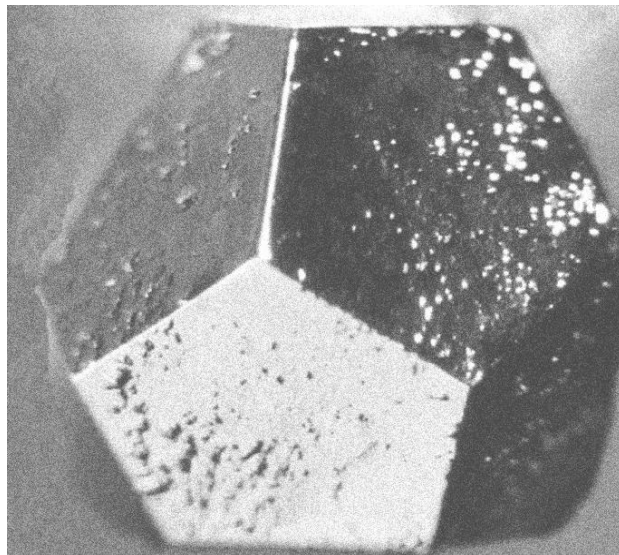


Figura 4.6. Cristal simples da liga quasicristalina Zn-Mg-Ho (TREBIN, 2003)

A liga quasicristalina do sistema Al-Cu-Fe é termodinamicamente estável e tal estrutura pode ser prevista usando diagramas de fases de equilíbrio como os representados nas figuras (4.7) e (4.8) e, pode assim ser preparada pelos processos de equilíbrio convencionais que utilizam procedimentos da fusão e solidificação (SORDELET, DUBOIS, 1997). Por exemplo, a fase quasicristalina no sistema Al-Cu-Fe é estável até a temperatura de 1135K (TSAI, INOUE, MASUMOTO, 1987). O primeiro relato a respeito das relações entre a composição e formação da fase icosaedral quasicristalina ternária do sistema AlCuFe foi feito por Bradley e Goldschmidt (1939). Eles identificaram uma fase até então desconhecida e a denominaram de fase Ψ que

seria de composição $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ e estaria na região monofásica de composição $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22,5}\text{Fe}_{12,5}$. Para Bradley e Goldschmidt essa fase se formou como resultado da reação peritética da fase $\beta_2\text{-AlFe}_3$ e o líquido remanescente. O diagrama da fase ternário evidenciando as regiões monofásicas, bifásicas e trifásicas da liga AlCuFe rica em alumínio é mostrado na figura (4.7) (BRADLEY, GOLDSCHMIDT, 1939).

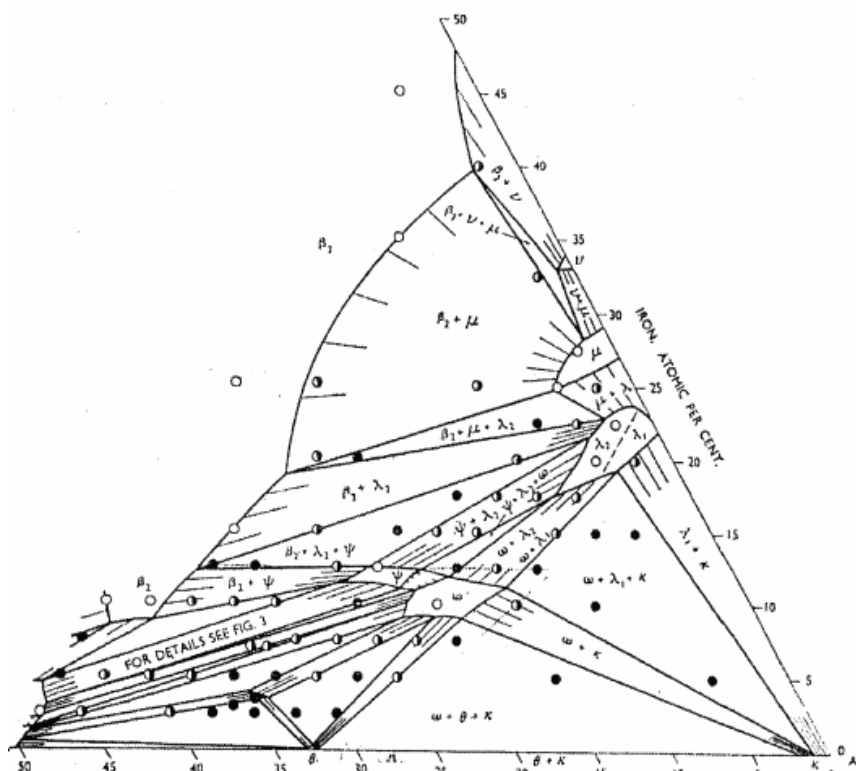


Figura 4.7. Diagrama de fases ternário da liga AlCuFe rica em alumínio (BRADLEY, GOLDSCHMIDT, 1939).

Outro diagrama de fase Al-Cu-Fe que mostra uma faixa estreita de composição para a fase quasicristalina foi esquematizado por FAUDOT *et al.*, (1991). Neste diagrama, a fase quasicristalina $\text{Al}_{(61,75-64)}\text{Cu}_{(24-25,5)}\text{Fe}_{(12-12,75)}$ seria resultante da reação peritética da fase $\lambda_2\text{-Al}_3\text{Fe}$, da fase $\beta\text{-AlFe(Cu)}$ e o líquido remanescente a uma temperatura de 860°C como mostra a figura (4.8). Esta temperatura indica o início de uma reação peritética, onde a fase icosaedral se forma, sob condições de equilíbrio, a partir do estado líquido (FAUDOT, 1991).

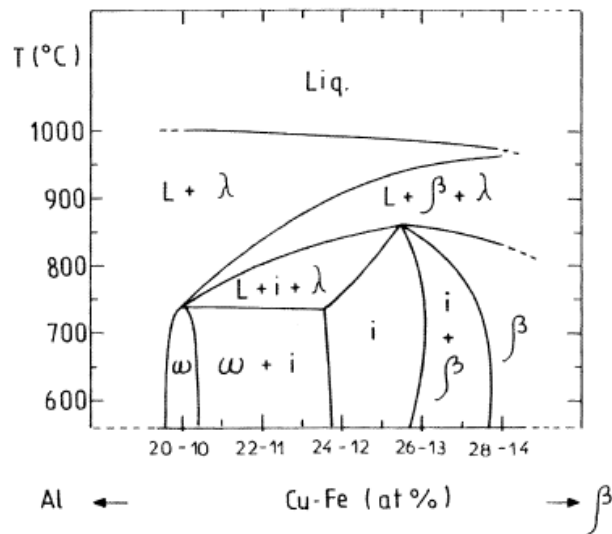


Figura 4.8. Diagrama de fase pseudo-binário da liga Al-Cu-Fe (FAUDOT *et al.*, 1991).

A figura (4.9) mostra o padrão de difração da liga quasicristalina $\text{Al}_{66}\text{Cu}_{22}\text{Fe}_{12}$, registrado no Centro Russo de Pesquisa Instituto Kurchatov (SHAITURA, MIKHEEVA, TEPOV, 2001, SHAITURA *et al.*, 2002).

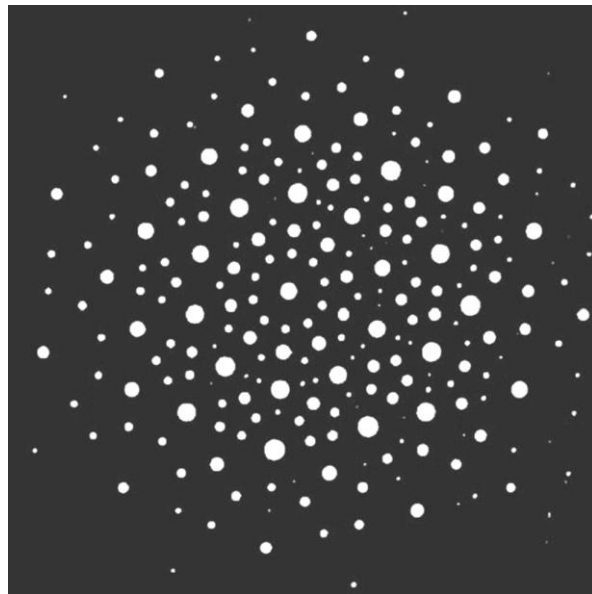


Figura 4.9. Padrão de difração da liga quasicristalina Al-Cu-Fe registrado ao longo do eixo de simetria de ordem cinco (SHAITURA, MIKHEEVA, TEPOV, 2001, SHAITURA *et al.*, 2002).

4.4. PROPRIEDADES DOS QUASICRISTAIS

Os quasicristais exibem interessantes propriedades físicas, que são bastante diferentes das propriedades das ligas metálicas cristalinas convencionais. Em geral os quasicristais apresentam baixa energia superficial comparado à maioria dos metais, baixa condutividade elétrica e térmica, propriedades ópticas incomuns, resistência ao atrito e ao desgaste, resistência à oxidação, biocompatibilidade, alta dureza, baixa molhabilidade em contato com a maioria das soluções aquosas para citar algumas, que os tornam muito interessantes para varias aplicações práticas (TURQUIER *et al.*, 2007). Não apenas o arranjo estrutural a nível atômico como também a estrutura eletrônica nos quasicristais não são comuns (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). A resistividade das ligas quasicristalinas do sistema Al-Pd-Re e Al-Cu-Fe em temperaturas do hélio líquido (4.2K) são $1 \Omega\text{cm}$ e $3^{-10} \text{m}\Omega\text{cm}$, respectivamente. A dependência da resistividade com a temperatura é contrária a de materiais metálicos, isto é, a resistência diminui com o aumento da temperatura e a relação $R = \rho(4.2 \text{ K})/\rho(295 \text{ K})$ é de aproximadamente 100 para o sistema Al-Pd-Re e 2 para o sistema Al-Cu-Fe (RAPP, 1999). A peculiaridade destas propriedades eletrônicas identificada nos quasicristais estão relacionadas à existência de um pronunciado pseudogap (extensa depressão) na densidade dos elétrons no nível de Fermi, contrariamente aos materiais cristalinos (PHILLIPS, 1993, BELINFERRE, 2004), como foi revelado em experiências de fotoemissão e de tunelamento (DAVYDOV *et al.*, 1996, SCHAUB *et al.*, 1999, STADNIK *et al.*, 1997).

Os quasicristais exibem baixos valores de condutividade térmica: em torno de 1W/mK , que muito pouco depende da temperatura acima dos 100 K. Estes valores de condutividade térmica são típicos de vidros dielétricos (DUBOIS *et al.*, 1994, POPE *et al.*, 1999, KIRIHARA, 2002, GRIGOR'EV, MEOELIKHOV, 1991). A condutividade térmica dos quasicristais é menor que a do cobre por um fator de 200, várias vezes menor que o aço inoxidável, e é comparável com a do quartzo conforme tabela (4.2). Valores muito baixos de condutividade térmica pode ser uma valiosa propriedade, especialmente quando combinada com um baixo coeficiente de atrito e plasticidade a altas temperaturas (SHAOETURA, ENALEEVA, 2007).

Tabela 4.2. Condutividade térmica de ligas quasicristalinas comparadas a outras classes de materiais (DUBOIS et al., 1994, POPE et al., 1999, KIRIHARA, 2002, GRIGOR'EV, MEOELIKHOV, 1991).

Material	Condutividade Térmica ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)
Cobre	400
Ligas de Alumínio	92 - 220
Aço inoxidável	14 - 88
i-Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	2
i-Al-Mn-Pd	1.6
i-Al-Pd-Re	0,8
Quartzo	1,36

Investigação sobre a oxidação em ligas quasicristalinas a base de alumínio levaram predominantemente à formação de óxido de alumínio nestes materiais (HAUGENEDER *et al.*, 1997). As investigações sobre a oxidação dos quasicristais mostrou que este processo é significativamente retardado em comparação com fases cristalinas (SHAOETURA, ENALEEVA, 2007). Outro resultado é que a resistência a oxidação nestes materiais é maior do que o verificado nos materiais com fases cristalinas, embora a camada de óxido formado no quasicristal seja mais fino do que no alumínio convencional (ROUXEL *et al.*, 2005).

Resultados de experimentos relacionados a propriedades tribológicas com ligas quasicristalinas de diferentes composições (Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅, Al₆₄Cu₁₈Fe₈Cr₈, Al₆₇Cu₉Fe_{10,5}Cr_{10,5}Si₃, Al_{70,9}Cu₉Fe₁₀Cr₁₀B_{0,1} e Al_{75,2}Ni_{11,5}Co_{10,6}Si_{2,7}) indicaram que esses possuem uma boa combinação de dureza, coeficiente de atrito e resistência ao desgaste (SHAOETURA, ENALEEVA, 2007). Os valores das propriedades tribológicas de alguns materiais estão listados na tabela (4.3) (SHAITURA, 2007). Ainda não está claro se o baixo coeficiente de atrito nos quasicristais está relacionado com a falta de periodicidade na estrutura peculiar desses materiais ou a qualquer outro fenômeno (JENKS, THIEL, 1998).

Tabela 4.3. Microdureza e coeficiente de atrito de ligas quasicristalinas comparadas a outras classes de materiais (SHAITURA, 2007).

Material	Microdureza (Hv, GPa)	Coeficiente de Atrito, μ	
		Em aço	Em diamante
Ligas de Alumínio	0,87	0,55	0.23–0.37
Aço	1,2	0,22	0.11–0.32
Cobre	0,48	0,24	0.12–0.42
<i>i</i> - Al ₆₅ Cu ₁₅ Fe ₂₀	5,2	0,14	0.15–0.19
<i>i</i> - Al ₆₄ Cu ₁₈ Fe ₈ Cr ₈	5,5	0,17	0.1–0.17
<i>i</i> - Al ₆₇ Cu ₉ Fe _{10.5} Cr _{10.5} Si ₃	7	0,13	0.09–0.17
<i>i</i> (revestimento) Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	5,4	0,19	0.08–0.2
<i>i</i> (revestimento) Al ₆₄ Cu ₁₈ Fe ₈ Cr ₈	5,5	0,22	0.07–0.22
<i>i</i> (revestimento) Al ₆₇ Cu ₉ Fe _{10.5} Cr _{10.5} Si ₃	5,8	0,19	0.07–0.23

4.5. Aplicações dos Quasicristais.

Com aplicações tecnológicas potencialmente importantes, a pesquisa com materiais quasicristalinos evoluiu muito ao longo dos últimos 20 anos, tornando-se objeto de intenso estudo. A razão para este grande interesse reside na estrutura e propriedades excepcionais destes materiais. O processamento destes materiais como filmes finos, revestimentos, cargas para compósitos, etc. com características reprodutíveis, elevada vida útil e baixo custo tornou-se uma questão de interesse para várias empresas privadas (DUBOIS, 2000).

Muitas patentes em relação a quasicristais já existem há mais de 10 anos, levando muitas empresas privadas a mostrarem interesse nesse material. Desde a descoberta destes materiais várias foram as aplicações industriais possíveis, um exemplo é a aplicação dos quasicristais nos utensílios de cozinha (SORDELET, DUBOIS, 1997). A companhia SITRAM dispõe no mercado utensílios resistentes e antiaderentes, que aproveitam as extraordinárias propriedades dos quasicristais. Essa aplicação dos quasicristais como revestimento de utensílios para cozimento não é a única possível, o baixo coeficiente de fricção e a elevada dureza desses materiais os têm

empregado como revestimentos para pás de turbinas e para pistões e cilindros de motor, visando a reduzir o atrito e melhorar o consumo (QUASE-CRISTAIS, 1991).

A biocompatibilidade juntamente com boas propriedades de superfície é uma combinação muito promissora de propriedade para a introdução dos quasicristais em aplicações cirúrgicas como um revestimento metálico sobre peças utilizadas para a reparação óssea e próteses (JANOT, 1996).

Outra via para o uso em escala industrial dos quasicristais é a fabricação de compósitos. Quasicristais foram primeiramente utilizados como uma fase reforço em 1987, em uma liga Al-Li-Cu-Mg. A primeira abordagem para a aplicação comercial como reforço foi feita em 1989 com um novo tipo de aço martensítico de baixo carbono, onde foram precipitadas partículas com estrutura icosaedral sob condições de recozimento controladas. Dentre os compósitos, um aço atualmente é comercializado pela Sandvik Steel, na Suécia (NILSSON, 1999).

Outro tipo de composto bastante promissor, são os compósitos de polímeros com reforço quasicristalino. Os polímeros preferidos para compor esses compósitos são os de alto desempenho com as seguintes propriedades: temperaturas de amolecimento inferiores a 500°C, estabilidade térmica na faixa de 400-600°C, variando entre flexível e frágil, dependendo da aplicação final, e que seja fácil manipular a relação estrutura/propriedades (BLOOM, SHEARES, 2000).

ANDERSON *et al.*, (2002) Obtiveram um compósito de polietileno com quasicristais AlCuFe com boa resistência mecânica e ao desgaste que combinados demonstram que esses compósitos são promissores para aplicação como biomateriais para próteses.

O crescimento significativo nas pesquisas a respeito dos efeitos relacionados à síntese, o processamento, a microestrutura e as propriedades dos quasicristais pode fornecer novas aplicações para esse material.

CAPÍTULO V

5. MATERIAIS E MÉTODOS.

Este capítulo descreve os procedimentos experimentais adotados no decorrer deste trabalho. A metodologia seguiu três etapas principais, envolvendo:

- i. Obtenção de ligas quasicristalinas do sistema AlCuFe por fundição ao ar, caracterizando-as por Espectroscopia de Fluorescência de Raios-x (EFRX), Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- ii. Fabricar compósitos de matriz geopolimérica com diferentes frações em volume de partículas quasicristalinas do sistema AlCuFe;
- iii. Caracterizar a microestrutura e avaliar as propriedades mecânicas dos compósitos por ensaios de Dureza e Ensaios Mecânicos de Compressão.

5.1. Etapa I: Obtenção dos Quasicristais

As investigações sobre os quasicristais têm-se tornado crescentes e intensas, principalmente devido às características peculiares a estes materiais. Dentre os campos de investigações estão buscas por processos de fabricações inovadores, para a produção destas ligas em larga escala e com alta fração volumétrica da fase quasicristalina. A formação de quasicristais pode normalmente ser prevista por diagramas de equilíbrio de fase. Podem, assim, ser preparados pelos processos de equilíbrio convencionais que utilizam procedimentos de fusão e solidificação (SAARIVIRTA, 2004). Entre as técnicas listadas na literatura para obtenção dos quasicristais podemos destacar: solidificação lenta (JANOT, DUBOIS, 1998), solidificação rápida “*melt-spinning*” (DONG, DUBOIS, 1991), a deposição (LI *et al.*, 2002), o jato de plasma sob vácuo (ZHOU, *et al.*, 2006) e a moagem de alta energia (CADORE, 2007; KALOSHKIN, *et al.*, 2004; WANG, *et al.*, 2007; YIN, *et al.*, 2007). Neste trabalho foi utilizada a técnica de fundição convencional ao ar, sob fluxo, com baixa taxa de extração calórica, durante

a solidificação. Via de regra, a fundição convencional envolve a fusão dos elementos constituintes puros ou a utilização de ligas precursoras.

As etapas seguidas para a obtenção da fase quasicristalina da liga $\text{Al}_{65,3}\text{Cu}_{22,8}\text{Fe}_{11,9}$ estão representadas no fluxograma abaixo (Fig. 5.1).

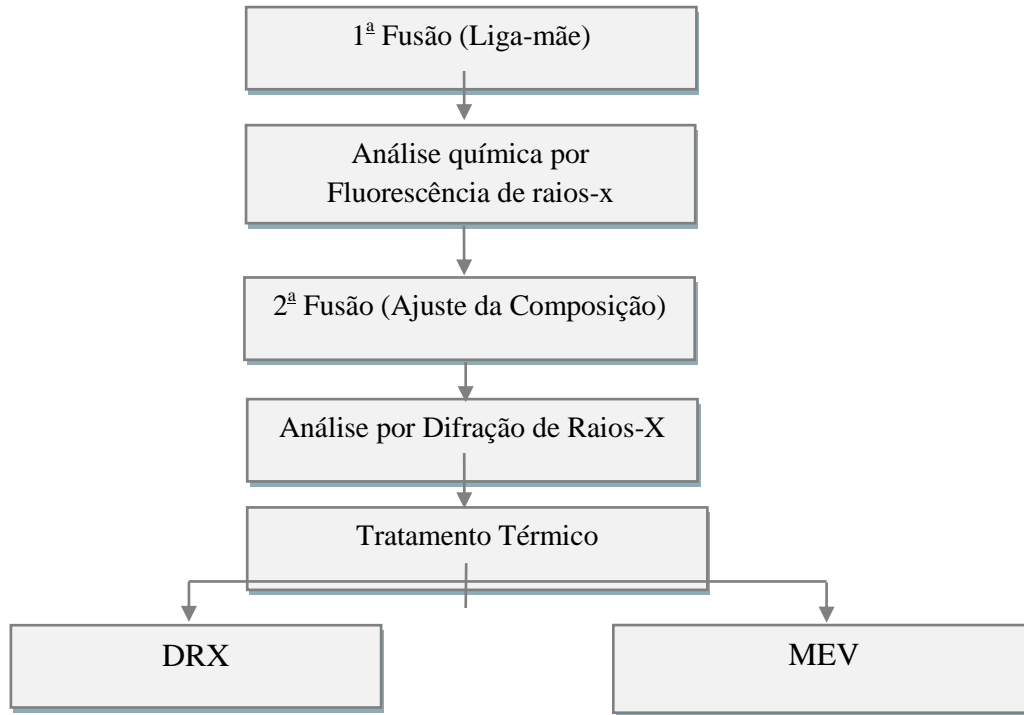


Figura 5.1. Fluxograma de Obtenção dos Quasicristais

5.1.1. Elaboração da Liga

O alumínio e suas ligas possuem elevada propensão para a formação de óxidos, devido à elevada afinidade deste elemento com o oxigênio, o que é favorecido pelas elevadas temperaturas de fundição (GOMES, 1987). De fato, algumas experiências realizadas neste trabalho mostraram que a produção da liga quasicristalina, a base de alumínio, é muito dificultada, quando a fusão se processa, em forno convencional à indução, sem a proteção atmosférica de um gás inerte. Outro aspecto considerado foi a reatividade do(s) elemento(s) contituente(s) da liga com o cadinho, por promover a contaminação do material durante o seu processamento. Para minimizar, ou mesmo evitar, este efeito revestiu-se o cadinho com uma camada, cuidadosamente depositada, à base de nitreto de boro hexagonal, do tipo EKAMOLD WP fornecido pela Alfa Trend. Para reduzir o contato do material em fusão com o ar foi utilizado o fluxo protetor ESCORIMIL AL LP/20 da COMIL COVER SAND. Estes cuidados diminuíram,

consideravelmente, a perda de material por oxidação, bem como contaminações, conseqüentemente ajudaram a evitar as fugas de composição.

Em resumo, para preservar a composição da liga em patamares aceitáveis, para a obtenção da liga com maior fração da fase quasicristalina, adotou-se os seguintes procedimentos:

- (i) Revestir o cadinho com uma camada de nitreto de boro e;
- (ii) Usar uma fração de fluxo protetor no banho fundido.

A análise por espectroscopia de fluorescência de raios-x para controlar a composição, de forma a manter a composição nominal da liga;

Para a obtenção das ligas quasicristais AlCuFe, utilizou-se como matéria prima elementos químicos de alta pureza (superior a 99,9%).

5.1.2. Produção da Liga Al_{65,3}Cu_{22,8}Fe_{11,9}.

A liga Al_{65,3}Cu_{22,8}Fe_{11,9} objeto de estudo neste trabalho foi preparada como já enfatizado, sem proteção atmosférica, por fusão em forno de indução, cuja potência é de 8kVA a 200kHz. Após a definição da composição da liga a ser processada, através de experimentos preliminares, definiu-se uma seqüência de fundição dos elementos Al, Cu e Fe. O êxito do processo foi atingido com a utilização de liga precursora Al70Fe, que também foi elaborada no forno a indução sem atmosfera protetora. Doravante, neste trabalho, esta liga será denominada liga-mãe.

A seqüência de fusão iniciou-se pelo alumínio seguido pelo ferro. Com a fusão em curso o fluxo protetor foi adicionado ao banho fundido. O vazamento do fundido foi realizado e o resfriamento deu-se ao ar. A camada superficial de óxido da liga mãe foi eliminada por limpeza mecânica com escova de aço antes da segunda etapa da fusão, que também foi antecedida pela análise química por EFRX e será descrita no parágrafo a seguir.

Para a preparação da liga ternária, adicionaram-se, à liga mãe em fusão, mais alumínio puro, para corrigir o peso deste elemento na liga e o cobre também puro. Com este procedimento, produziram-se a liga com baixa oxidação superficial, na forma de lingotes, com pesos de 250g 300g 350g, que foram igualmente resfriado ao ar. As ligas assim produzidas foram tratadas termicamente e analisadas por EFRX, DRX e MEV.

5.2. TRATAMENTOS TÉRMICOS.

Quando da produção da liga $\text{Al}_{65,3}\text{Cu}_{22,8}\text{Fe}_{11,9}$ por solidificação convencional, geralmente obtém-se, no produto da solidificação, certa quantidade de fase cristalina junto com a fração de fase quasicristalina. Observou-se em alguns estudos (ROSAS; PÉREZ, 1997; ZHOU, 2006), que tratamentos térmicos apropriados possibilitaram o aumento de fase quasicristalina. Tratamentos térmicos que promovam transformações peritéticas de fases podem aumentar esta fração de fase quasicristalina substancialmente, podendo atingir os 100%, dependendo da composição da liga (DUBOIS, 2000). No trabalho de PASSOS (2006) amostras do sistema AlCuFe foram tratadas termicamente a uma temperatura de 750°C por um período de 24 horas com taxa de aquecimento de 30°C por minuto, e segundo aquele autor estas condições teriam sido as ideais e levaram a um aumento de fases quasicristalinas nas ligas AlCuFe. Desta forma, para as ligas obtidas neste trabalho os tratamentos térmicos foram assim conduzidos.

A quantidade de fases presentes nos difratogramas de raios-x das amostras tratadas termicamente serviu para uma interpretação qualitativa da tendência do aumento da fase icosaedral para estas condições de tratamento.

A curva de tratamento térmico é apresentada na Figura 3.3, onde R representa a rampa de aquecimento e assumiu um valor constante de $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$. O patamar de temperatura foi de 750°C , e assim se manteve num intervalo de 24 horas em atmosfera de hélio, em seguida o forno foi desligado e a amostra resfriada naturalmente.

Mais uma vez, as amostras foram analisadas por difração de raios-x e microscopia eletrônica de varredura para avaliar o efeito do tratamento térmico no aumento de fase quasicristalina.

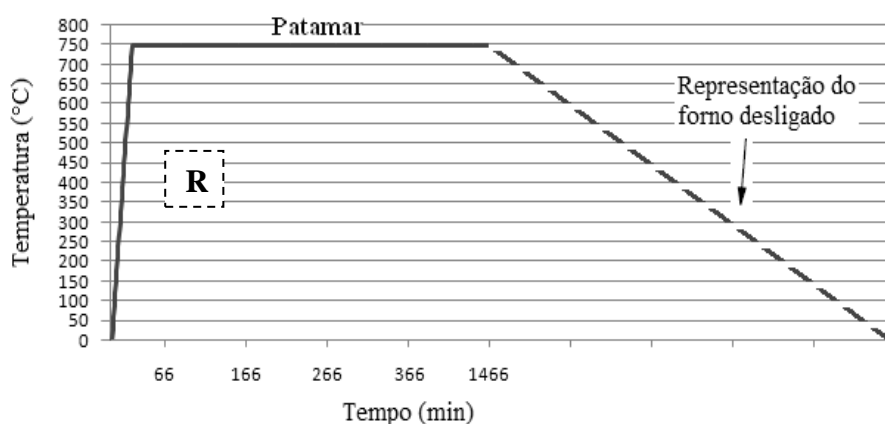


Figura 5.2. Ciclo térmico utilizado para tratamento térmico das ligas.

5.3. CARACTERIZAÇÕES DAS LIGAS QUASICRISTALINAS

5.3.1. Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural das ligas obtidas foi feita por intermédio das análises de Espectrometria por Fluorescência de Raios-X, Difração de Raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Tais caracterizações tiveram como objetivos:

1- o acompanhamento dos teores dos elementos constituintes da liga durante o processo de fabricação; 2- análises qualitativas das fases presentes na liga; 3- Análise da morfologia das fases constituintes.

Todas estas análises foram realizadas no NEPEM - Núcleo de Estudos e Pesquisas em Materiais da Universidade Federal da Paraíba.

5.3.2. Espectroscopia por Fluorescência de Raios-X

A Espectroscopia por Fluorescência de raios-X é uma poderosa técnica não destrutiva que permite as análises qualitativas e quantitativas dos elementos químicos constituintes dos materiais. Para a análise dos elementos constituintes na fusão da liga Al-Fe (liga mãe), a espectroscopia por fluorescência de raios-x foi utilizada para determinar as possíveis fugas de composição, permitindo, assim correções, durante o processo de fusão, para manter os teores dos elementos constituintes da liga o mais próximo possível da sua composição nominal. Após análise dos resultados deste ensaio a compensação dos elementos constituintes da liga foi adicionada a segunda fusão e assim se procedeu para todas as ligas obtidas.

5.3.3. Difração de Raios-X

O método de caracterização por difração de raios-X permite o estudo de fases microconstituintes do material, através da determinação do parâmetro de rede e do tipo de rede cristalina; da identificação destas fases cristalinas; a determinação quantificação das frações relativas destas fases num material multifásico; determinação dos tamanhos dos cristais (CALLISTER, 2002).

Essa técnica se baseia na interação do vetor campo elétrico da radiação X com

os elétrons da matéria que a radiação atravessa, resultando em espalhamento. Quando os raios X são espalhados pela rede cristalina pode ocorrer a interferência entre os raios espalhados (tanto construtiva como destrutiva), porque as distâncias entre os centros espalhadores são de mesma ordem de grandeza que o comprimento de onda da radiação. O resultado deste fenômeno é a difração, que obedece a lei de Bragg (SKOOG *et al.*, 2002). Segundo a lei de Bragg, as condições para que haja interferências construtivas do feixe de raios-X no ângulo θ , devem satisfazer a equação (5.1).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{Equação (5.1)}$$

onde n é um número inteiro, d é a distância interplanar e θ é o ângulo de incidência (SKOOG *et al.*, 2002).

A lei de Bragg é deduzida para materiais com rede periódica. Como os quasicristais possuem simetria rotacional incompatível com a periodicidade, CAHN *et al.*, (1986), propôs um método de indexação dos padrões de difração das ligas quasicristalinas Al-Cu-Fe que respeita a simetria do cristal e simplifica a formulação cristalográfica (PASSOS,2006). De acordo com esse método a distancia interplanar é dada por:

$$d \left(\frac{h}{h'}, \frac{k}{k'}, \frac{l}{l'} \right) = \frac{d_0}{\sqrt{N + \tau * M}} \quad \text{Equação (5.2).}$$

Onde d_0 é uma constante da rede quasicristalina e para quasicristais Al-Cu-Fe seu valor é $d_0 = 17 \pm 0,2 \text{ \AA}$ (CALVAYRAC *et al.*,1990; CORNIER-QUIQUANDON *et al.*,1991).

Utilizou-se essa técnica para identificar as fases obtidas antes e após o tratamento térmico das amostras. Uma pequena amostra foi pulverizada e analisada para acompanhar a evolução das fases quasicristalinas nas ligas. Para esse ensaio utilizou-se radiação $k_{\alpha}\text{Cu} = 1,5406 \text{ \AA}$, tensão de 40kV, corrente de 30mA, passo de 0.01° , tempo por passo de 3s operando na faixa de 2θ de 20 a 50 graus.

5.3.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite a obtenção de informações microestruturais de amostras diversas.

O funcionamento baseia-se no rastreamento da superfície da amostra por um feixe de elétrons fino de alta energia, onde ocorre uma interação, parte do feixe é refletida e coletada por um detector que converte este sinal em imagem de elétrons retroespalhados (ERE) ou a amostra emite elétrons produzindo a chamada imagem de elétrons secundários (ES). Ocorre também, devido à interação deste feixe de elétrons com o material, a emissão de raios-X que, quando analisados, pode fornecer a composição química de elementos de um dado ponto ou região da superfície, possibilitando a identificação de praticamente qualquer elemento presente (EDS) (SKOOG *et al.*, 2002).

A superfície da amostra pode ou não estar polida, e quando polida, atacada ou não quimicamente/termicamente, mas, necessariamente, deve ser condutora de eletricidade. Um revestimento metálico muito fino deve ser aplicado sobre a superfície de materiais não-condutores (PADILHA, 2000).

A microscopia eletrônica de varredura foi usada para a observação da microestrutura das amostras, com o objetivo de obter informações a respeito da morfologia das partículas das ligas quasicristalinas pulverizadas e das fases constituintes. Para avaliar o efeito do tratamento térmico a que as ligas foram submetidas, amostras das ligas em seu estado bruto de fusão e após o tratamento térmico foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

5.4. Etapa II: Fabricação dos Compósitos

Nesta etapa do trabalho são inicialmente apresentados e discutidos os resultados da caracterização dos precursores geopoliméricos, bem como da caracterização mecânica e microestrutural para os compósitos. O fluxograma apresentado na figura (5.3) mostra as etapas seguidas no processo de fabricação dos compósitos. As principais variáveis foram a relação quasicristal: geopolímero (QC:GP), o teor água:sólidos (H:S) e a idade.

Fluxograma do Compósito

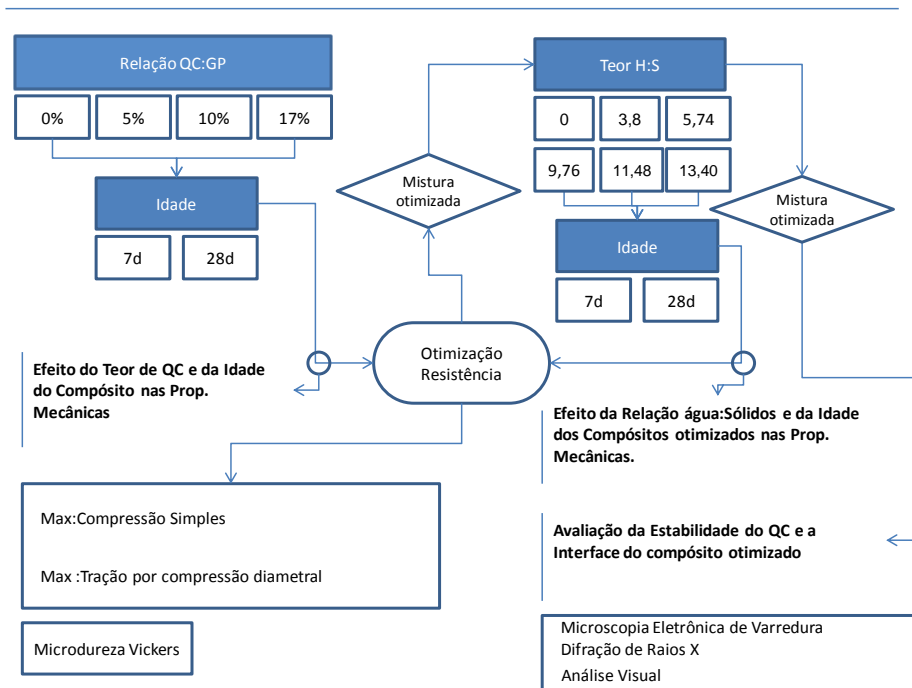


Figura 5.3. Fluxograma das etapas de fabricação e caracterização dos compósitos.

Foram preparados compósitos numa matriz de geopolímero, reforçados com partículas quasicristalinas (AlCuFe) nas proporções de 5% (GP5%), 10% (GP10%) e 17% (GP17%) em volume. Foi produzido, pela mesma rota, e nas mesmas condições, amostras somente com o componente da matriz, o geopolímero, objetivando comparar e verificar a influência da adição das partículas de quasicristais na matriz (GP0%).

5.4.1. Descrição dos Materiais.

Para a obtenção dos compósitos os quasicristais Al-Cu-Fe foram produzidos conforme a rota otimizada descrita na etapa inicial do trabalho. Como fonte de aluminossilicato e precursor do geopolímero, foi usada a metacaulinita, produzida artificialmente pela calcinação da caulinita a 700°C por 2 horas. Para a ativação alcalina foi utilizado silicato de sódio comercial com pH 13 e teor de Si de 2,17.

Quasicristais (QC): Os quasicristais obtidos na primeira etapa deste trabalho foram fragmentados por impacto mecânico. Esses fragmentos passaram então pelo

processo de peneiramento manual em peneira ABNR 270 obtendo um pó com diferentes tamanhos de partículas, inferiores a 75 μ m.

Metacaulinita (MK): Materiais oriundos da mineração como argilas (caulim e metacaulim) tem se tornado objeto de muitas pesquisas em laboratórios. Neste trabalho o caulim que contem como principal mineral a caulinita foi calcinada artificialmente por 700°C durante 2 horas onde sofre uma desidroxilação da estrutura hexagonal e é então convertida em metacaulinita, com esse tratamento o material torna-se mais reativo. Depois de calcinado a metacaulinita passou por peneira de 270 mesh (75 μ m) e posterior caracterização química e mineralógica através das técnicas de Espectroscopia de Fluorescência de Raios-x (EFRX) e Difração de Raios-X respectivamente.

Silicato de Sódio: Para garantir o pH necessário à geopolimerização foi utilizado o silicato de sódio (ativador) fornecido pela Pernambuco Química S/A. A escolha pelo silicato de sódio como ativador se deve ao fato destes proporcionarem maior resistência a geopolímeros de metacaulinita (DUXSON, 2007; PALOMO 2004), característica fundamental na avaliação do desempenho mecânico dos compósitos.

5.4.2. Elaboração da Matriz Geopolimérica

As razões molares foram obtidas a partir dos resultados da análise química por Espectroscopia de Fluorescência de Raios-x (EFRX), como pode ser visto na tabela (5.1), onde M representa o álcali (K ou Na). Com os dados referente a concentração do ativador definiu-se os cálculos estequiométricos para determinação das razões molares ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{M}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{O}/\text{M}_2\text{O}$ e $\text{M}_2\text{O}/\text{SiO}_2$). Estas razões serviram de referência para a formulação dos geopolímeros utilizado como matriz do compósito.

Tabela 5.1. Razões molares para metacaulinita.

MK	Razão
$\text{SiO}_2/(\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3)$	4,7
$\text{M}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	0,3

5.4.3. PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Definida a formulação do geopolímero, valores desejados de pós de metacaulinita e quasicristal foram pesados, somados e agitados vigorosamente em um recipiente selado por 15 minutos com o auxílio de um misturador rotativo para fornecer ótima mistura. Estando homogeneizada a mistura dos pós, o ativador (silicato de sódio) foi pesado em um recipiente de vidro onde foram vertidas pequenas quantidades da mistura dos pós e misturado manualmente até completar a formação de uma pasta homogênea. Para as formulações contendo água, a mesma era adicionada ao silicato de sódio no recipiente de vidro antes da mistura dos pós ser adicionada. Um esquema geral referente ao preparo das pastas é apresentado na figura (5.4).

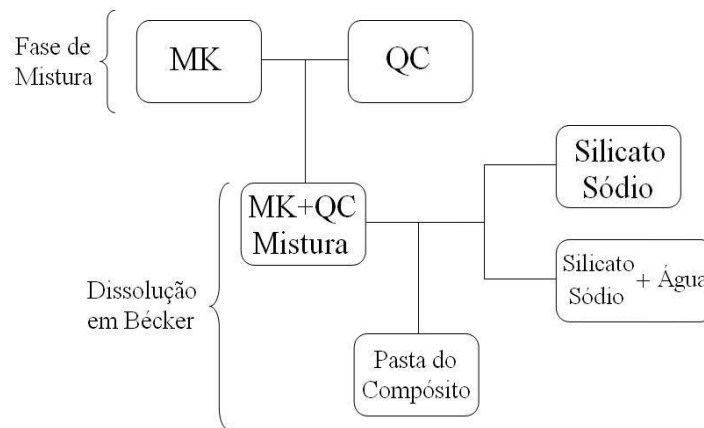


Figura 5.4. Fluxograma da metodologia de preparação das pastas.

5.4.4. Influência da Água na Matriz Geopolimérica.

A síntese e as propriedades dos geopolímeros são influenciadas pelo teor de água na mistura (PALOMO *et al.*, 1999a; MARINHO, 2004; DUXTON, 2006; DUXTON *et al.*, 2007). Neste trabalho a influência da água nas pastas e consequentemente nos compósitos produzidos foi determinada a partir da moldagem de corpos de prova cilíndricos (17 cm diâmetro e 34 cm de altura) utilizando uma formulação com silicato de sódio e água em solução conforme tabela (5.2) abaixo. O teor de água presente em todas as composições é sempre considerado nos cálculos para manter constantes as razões molares consideradas. Estas proporções foram escolhidas devido aos resultados obtidas em estudos do trabalho de SILVA (2008).

Variou-se a quantidade de água visando obter uma boa trabalhabilidade da massa do compósito, mas, principalmente com a preocupação de encontrar uma

concentração adequada sem comprometer as propriedades finas do compósito após o período de cura. Para isso foram preparadas cinco formulações variando-se o teor de água de $H/S = 3,8$ a $13,39$. Visando verificar a influência da água na resistência dos compósitos, selecionou-se a composição contendo 5% de quasicristal e adicionou-se água na composição das pastas. Após período de cura as amostras foram desmoldadas e avaliou-se a resistência a compressão e a tração por compressão diametral.

Tabela 5.2. Composição das amostras produzidas.

AMOSTRA	QC (% peso)	GEOPOLÍMERO (% peso)	FATOR H/M	IDADES (dias)	DENOMINAÇÃO NO TRABALHO
1	0	100	0	7 e 28	0%QC
2	5	95	0	7 e 28	5%QC
3	10	90	0	7 e 28	10%QC
4	17	83	0	7 e 28	17%QC
Composições com mistura de água no ativador					
5	5	95	3,8	7 e 28	5QC-1H ₂ O
6	5	95	5,74	7 e 28	5QC-1,5H ₂ O
7	5	95	9,76	7 e 28	5QC-2H ₂ O
8	5	95	11,48	7 e 28	5QC-2,5H ₂ O
9	5	95	13,40	7 e 28	5QC-3,0H ₂ O

5.4.5. Preparação dos Corpos de Prova.

Foram encontradas diversas dificuldades no manuseio destes materiais devidas ao elevado grau de viscosidade da mistura dos materiais de partida obrigando-nos a adequar técnicas de fabricação e de manipulação de forma a conseguir a conveniente homogeneidade da pasta.

Com a massa do compósito preparada e com o auxílio de uma espátula, esta massa foi colocada no interior do molde que foi em seguida submetido à vibração manual para acomodação e compactação da massa. Ainda usando a espátula a massa foi limitada e a superfície do corpo de prova foi regulada nas dimensões apropriadas. O molde utilizado para confecção dos corpos de prova para o ensaio de compressão foi um segmento de tubo de Policloreto de Vinila, PVC, apresentando um formato cilíndrico.

Isso devido ao fato de que os geopolímeros têm elevada aderência a moldes metálicos. Após a conformação os corpos de prova foram deixados secar em ambiente de laboratório por 7 e 28 dias.

5.4.6. Condições de Cura

Neste trabalho as idades estudadas foram de 7 e 28 dias, curado a temperatura ambiente, de acordo com metodologia descrita em SILVA (2008) na qual se obtiveram as maiores resistências mecânicas.

Para melhor visualização dos detalhes da moldagem dos corpos de prova, as etapas estão ilustradas na figura (5.5).



Figura 5.5. Sequência de preparação das amostras: (a) recipiente usado para misturar as matérias primas (pós) através da moagem centrífuga de baixa frequência e moldes (b) pós de quasicristal e geopolímeros separados (c) mistura manual das pastas (d) corpos de prova do compósito em fase de cura no molde cilíndrico (e) amostra para ensaio de tração por compressão diametral (f) amostra para ensaio de compressão.

5.5. ASPECTOS DA CURA.

Para avaliar o potencial de reatividade dos elementos constituintes do quasicristal (Al, Cu, Fe), foram feitas misturas entre o geopolímero e os elementos puros bem como estes últimos com o ativador. Embora o quasicristal seja considerado extremamente inerte com relação a diversos ambientes (JANOT e DUBOIS, 1988), sua atividade em ambientes extremamente alcalinos, como é o caso dos geopolímeros, foi avaliada através de misturas (50:50, em massa), como pode ser visto nas figuras (5.6) e (5.7), avaliando-se o aspecto visual da expansão através da variação de volume em um frasco graduado.



Figura 5.6. Amostra com 5% de QC, imediatamente após mistura.



Figura 5.7. Amostra com 17% de QC, imediatamente após mistura.

Considerando que esta reação expansiva poderia acontecer com a adição do quasicristal, foi necessário avaliar qual(is) parâmetro(s) proporcionaria tal expansão uma vez que esta afeta grandemente as propriedades mecânicas dos geopolímeros. Para isso prepararam-se algumas amostras com geopolímero aditivado com ferro, cobre e alumínio puros, componentes do quasicristal como mostra a figura (5.8). Prepararam-se da mesma maneira amostras com os elementos do quasicristal misturados apenas com o ativador (Silicato de Sódio), figura (5.9).



Figura 5.8. Aspectos da mistura do geopolímero e elementos puros Al, Cu e Fe.



Figura 5.9. Aspectos da mistura do ativados e elementos puros Al, Cu e Fe.

5.6. Caracterizações dos Compósitos

Os compósitos foram caracterizados segundo as propriedades mecânicas, e microestrutural com a finalidade de avaliar seu desempenho quando da variação da quantidade de quasicristais e adição de água na composição do geopolímero, simultaneamente.