

**SUBSTITUIÇÃO DA CAL HIDRATADA POR DREGS, RESÍDUO DA
INDÚSTRIA DE CELULOSE, NA CONFECÇÃO DE ARGAMASSAS DE
MÚLTIPLO USO**

MAURÍCIO MENEZES DE FARIA FILHO

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE DARCY

RIBEIRO – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

AGOSTO - 2022

SUBSTITUIÇÃO DA CAL HIDRATADA POR DREGS, RESÍDUO DA
INDÚSTRIA DE CELULOSE, NA CONFECÇÃO DE ARGAMASSAS DE
MÚLTIPLO USO

MAURÍCIO MENEZES DE FARIA FILHO

“Dissertação apresentada ao Centro de Ciência e
Tecnologia da Universidade Estadual do Norte
Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das
exigências para obtenção do título de Mestre em
Engenharia Civil.”

Orientador: Prof. Dr. Dylmar Penteado Dias

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

AGOSTO – 2022

FICHA CATALOGRÁFICA
UENF - Bibliotecas
Elaborada com os dados fornecidos pelo autor.

F224 Faria Filho, Maurício Menezes de

Substituição da cal hidratada por dregs, resíduo da indústria de celulose, na confecção de argamassas de múltiplo uso / Maurício Menezes de Faria Filho. - Campos dos Goytacazes, RJ, 2022.

108 f.

Bibliografia: 98-108.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciência e Tecnologia, 2022.

Orientador: Dylmar Penteado Dias.

1. Argamassa. 2. Cal hidratada. 3. Dregs. 4. Resíduo. 5. Sustentabilidade. I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. II. Título.

CDD - 624

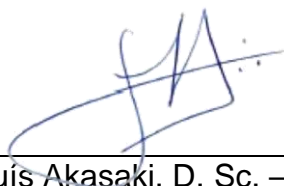
SUBSTITUIÇÃO DA CAL HIDRATADA POR DREGS, RESÍDUO DA
INDÚSTRIA DE CELULOSE, NA CONFECÇÃO DE ARGAMASSAS DE
MÚLTIPLO USO

MAURÍCIO MENEZES DE FARIA FILHO

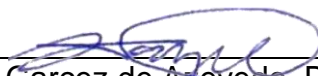
“Dissertação apresentada ao Centro de Ciência e
Tecnologia da Universidade Estadual do Norte
Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das
exigências para obtenção do título de Mestre em
Engenharia Civil.”

Aprovada em 16/08/2022.

Comissão examinadora:



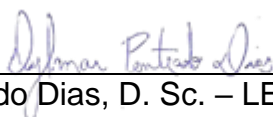
Prof. Jorge Luis Akasaki, D. Sc. – FEIS/UNESP



Prof. Afonso Rangel Garcez de Azevedo, D. Sc. – LECIV/UENF



Prof. Gustavo de Castro Xavier, D. Sc. – LECIV/UENF



Prof. Dylmar Penteado Dias, D. Sc. – LECIV/UENF (Orientador)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado saúde, força e coragem durante toda minha caminhada, além de sempre me acalmar e acolher em todos os momentos.

À minha família, especialmente aos meus amados pais Maurício e Nelita, pois todo esforço, amor, ensinamentos e valores foram fundamentais para minha formação. Obrigado Fernanda, minha irmã querida, por me ouvir, apoiar e incentivar em momentos difíceis.

À minha namorada, Silvana Motta, agradeço por estar comigo em todos os momentos, incentivando e me amando. O seu apoio, abrigo e compreensão durante toda a realização desse trabalho foram fundamentais para finalizá-lo.

Ao meu orientador, Prof. Dylmar Penteado Dias, pelo direcionamento, pela compreensão, amizade e dedicação incansável durante toda realização desta pesquisa. Obrigado por ter depositado sua confiança em mim ao longo destes anos de trabalho. Sem suas orientações e soluções em momentos de dificuldade esta conquista não seria possível.

Aos professores Rancés Castillo, Gustavo Xavier, Afonso Rangel e Jonas Alexandre pela ajuda na realização das técnicas analíticas e ao Prof. Eduardo Atem pela realização de alguns ensaios mecânicos.

À toda equipe do LECIV e LAMAV pela facilitação e ajuda neste trabalho, em especial ao técnico e amigo Milton, ao Geucimar e à Vanuzia.

À UENF, que ao longo de vários anos foi minha segunda casa, ao PPGEC e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela oportunidade, além de fornecerem as condições necessárias para realização deste trabalho.

Aos colegas Herbert Gonçalves e Aline Duncan pela boa convivência e auxílio na realização dos ensaios.

À CENIBRA, empresa de celulose nipo-brasileira, pela doação do dregs, essencial para o desenvolvimento dessa pesquisa.

A todos os demais amigos e familiares que de alguma maneira contribuíram para realização desta conquista.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	ix
LISTA DE TABELAS.....	xii
RESUMO.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Considerações iniciais	1
1.2 Objetivos.....	2
1.2.1 Geral.....	2
1.2.2 Específicos	2
1.3 Justificativas	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 Resíduos sólidos	4
2.2 Argamassa.....	5
2.3 Cal hidratada	6
2.4 Indústria de papel e celulose	9
2.5 Processo de produção da celulose.....	10
2.6 Resíduos da recuperação química	15
2.7 Dregs	16
2.8 Aproveitamento dos dregs.....	18
2.9 Considerações finais.....	23
3. PROGRAMA EXPERIMENTAL	24
3.1 Materiais	25
3.1.1 Cimento Portland.....	25
3.1.2 Cal hidratada	26
3.1.3 Dregs	26
3.1.3.1 Padronização do resíduo.....	26
3.1.3.2 Índice de desempenho com cimento Portland.....	28
3.1.4 Granulometria a laser	28
3.1.5 Massa específica real	29
3.1.6 Difração de raios X	30

3.1.7	Fluorescência de raios X	31
3.1.8	Termogravimetria.....	33
3.1.9	Agregado miúdo	36
3.1.10	Água	37
3.2	Métodos.....	37
3.2.1	Preparo das argamassas.....	38
3.2.2	Determinação da argamassa com substituição	41
3.2.3	Propriedades tecnológicas das argamassas	44
3.2.3.1	Estado fresco.....	44
	Teor de ar incorporado	44
	Determinação dos tempos de pega	46
	Densidade de massa no estado fresco	47
	Retenção de água	48
3.2.3.2	Estado endurecido.....	49
	Evolução da resistência mecânica das argamassas	52
	Resistência à tração na flexão e à compressão	53
	Densidade de massa aparente no estado endurecido	55
	Absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade.....	56
	Resistência potencial de aderência à tração	58
3.2.4	Caracterização das argamassas	61
3.2.4.1	Difração de raios X (DRX)	62
3.2.4.2	Termogravimetria (TG)	62
3.2.4.3	Calorimetria por condução isotérmica	62
3.2.4.4	Porosimetria por intrusão de mercúrio.....	63
3.2.5	Análise estatística.....	64
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	65
4.1	Determinação da argamassa com substituição	65
4.2	Propriedades tecnológicas das argamassas no estado fresco.....	67
4.2.1	Teor de ar incorporado	67
4.2.2	Determinação dos tempos de início e fim de pega	68
4.2.3	Densidade de massa no estado fresco.....	70
4.2.4	Retenção de água	72
4.3	Propriedades tecnológicas no estado endurecido	73

4.3.1 Resistência mecânica em corpos de prova cilíndricos	73
4.3.2 Resistência à tração na flexão e à compressão em corpos de prova prismáticos	75
4.3.3 Densidade de massa aparente no estado endurecido	80
4.3.4 Absorção de água por capilaridade	82
4.3.5 Resistência potencial de aderência à tração	84
4.4 Comparação da argamassa AD100 com diferentes argamassas de múltiplo uso	85
4.5 Caracterização das argamassas	87
4.5.1 Difração de raios X	88
4.5.2 Termogravimetria.....	89
4.5.3 Calorimetria por condução isotérmica	91
4.5.4 Porosimetria por intrusão de mercúrio.....	93
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	96
5.1 Conclusões.....	96
5.2 Sugestões para trabalhos futuros	97
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	98

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Fluxograma de produção da cal hidratada (adaptado de GUTIÉRREZ <i>et al.</i> , 2012).	7
Figura 2.2: Fluxograma simplificado do processo <i>Kraft</i> de produção de celulose (adaptado de QUINA e PINHEIRO, 2020).	11
Figura 3.1: Fluxograma do programa experimental.	25
Figura 3.2: Resíduo dregs como recebido.	27
Figura 3.3: Resíduo dregs - (a) após secagem; (b) passado na peneira n.º 200.	27
Figura 3.4: Distribuição granulométrica das matérias-primas.	29
Figura 3.5: Difrátômetro de raios X AXRD Benchtop.	30
Figura 3.6: Difratogramas de raios X da cal hidratada CH-III e do dregs.	31
Figura 3.7: Equipamento de espectroscopia por fluorescência de raios X.	32
Figura 3.8: Cadinhos de porcelana pós-calcinação - da esquerda para a direita: CPIIE-32, dregs e CH-III.	32
Figura 3.9: Equipamento para técnica de termogravimetria.	34
Figura 3.10: Curvas TG e DTG da CH-III.	34
Figura 3.11: Curvas TG e DTG do dregs.	35
Figura 3.12: Distribuição do tamanho de partículas do agregado miúdo.	37
Figura 3.13: Misturador de bancada.	39
Figura 3.14: Espalhamento da argamassa AD100 na mesa para determinação do índice de consistência padrão.	40
Figura 3.15: Corpos de prova cilíndricos das argamassas AC100 (à esquerda) e AD100 (à direita).	41
Figura 3.16: Tipos de cura - (a) submersa; (b) ambiente de laboratório.	42
Figura 3.17: Pratos metálicos com os discos de neoprene confinados.	43
Figura 3.18: Corpo de prova posicionado na prensa hidráulica para o ensaio de compressão.	43
Figura 3.19: Medidor do teor de ar incorporado - (a) após nivelamento do recipiente; (b) durante aplicação da pressão de ar.	45
Figura 3.20: Aparelho de Vicat - (a) consistência normal; (b) tempos de início e fim de pega.	46

Figura 3.21: Recipiente calibrado para determinação da densidade de massa no estado fresco.....	47
Figura 3.22: Aparato ensaio de retenção de água.	48
Figura 3.23: Corpos de prova prismáticos - (a) filme plástico contra perda de umidade; (b) amostras antes de serem submetidas à cura submersa.....	50
Figura 3.24: Envolvimento dos corpos de prova com filme de PVC.	51
Figura 3.25: Resistência à tração por compressão diametral - (a) AD100; (b) AC100 com as placas de madeira.	52
Figura 3.26: Ensaio de resistência à tração na flexão em 3 pontos.	53
Figura 3.27: Ensaio de resistência à compressão axial.	54
Figura 3.28: Ensaio de absorção de água por capilaridade.	57
Figura 3.29: Substrato preenchido com a argamassa AD100.....	59
Figura 3.30: Substrato padrão revestido - (a) cortes no revestimento da AC100; (b) pastilhas coladas com resina epóxi na AD100.....	59
Figura 3.31: Dispositivo para ensaio de tração nos corpos de prova.	60
Figura 3.32: Calorímetro I-CAL 2000 HPC - (a) equipamento; (b) colocação da amostra no canal.....	63
Figura 3.33: Porosímetro de mercúrio.....	64
Figura 4.1: Resistência média à compressão aos 28 dias para as argamassas AC100 e AD100.	65
Figura 4.2: Profundidade de penetração da agulha de Vicat, em mm, em função do tempo, em minutos, para as argamassas.	68
Figura 4.3: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova cilíndricos. .	74
Figura 4.4: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova prismáticos.	77
Figura 4.5: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova prismáticos e cilíndricos para a argamassa AD100.....	78
Figura 4.6: Coeficiente de capilaridade ($\text{g}/\text{dm}^3 \cdot \text{min}^{1/2}$) com a raiz quadrada do tempo ($\sqrt{\text{min}}$).	83
Figura 4.7: Ruptura das argamassas - (a) AD100; (b) AC100.....	85
Figura 4.8: Difrátograma das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.	88
Figura 4.9: Curvas termogravimétricas das argamassas AC100 e AD100.	89
Figura 4.10: Fluxo de calor das argamassas AC100 e AD100.....	92

Figura 4.11: Calor acumulado das argamassas AC100 e AD100.	93
Figura 4.12: Volume introduzido de mercúrio, em ml/g, por diâmetro dos poros em μm das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.	94
Figura 4.13: Log diferencial de intrusão de mercúrio, em ml/g, por diâmetro dos poros em μm das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.	94

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Principais produtores celulose do mundo em 2020, em milhões de toneladas (adaptado de IBÁ, 2021).....	9
Tabela 2.2: Geração de resíduos do processo de recuperação química em indústrias de celulose, em <i>ADPt</i>	15
Tabela 2.3: Análise química dos dregs.	17
Tabela 3.1: Diâmetro de partículas das matérias-primas, em μm	29
Tabela 3.2: Massa específica real das matérias-primas.	30
Tabela 3.3: Análise química das matérias-primas por FRX (% em peso).	33
Tabela 3.4: Características físicas do agregado miúdo.....	36
Tabela 3.5: Resultados ensaio <i>flow table</i>	41
Tabela 3.6: Quantidade de materiais das argamassas, em gramas.	41
Tabela 4.1: Quadro ANOVA para resistência à compressão aos 28 dias com cura em ambiente de laboratório.....	66
Tabela 4.2: Teor de ar incorporado das argamassas obtido pelo método pressiométrico.	67
Tabela 4.3: Classificação e resultados do ensaio de densidade de massa no estado fresco.	70
Tabela 4.4: Faixas de classificação de argamassas em relação à densidade de massa no estado fresco (CARASEK, 2010).	71
Tabela 4.5: Classificação e resultados dos ensaios de retenção de água.	72
Tabela 4.6: Classificação e resultados do ensaio de resistência à tração na flexão aos 28 e 90 dias.....	75
Tabela 4.7: Classificação e resultados do ensaio de resistência à compressão aos 28 e 90 dias.....	76
Tabela 4.8: Quadro ANOVA do DIC de resistência mecânica para diferentes formatos dos corpos de prova, prismático e cilíndrico, da argamassa AD100.	79
Tabela 4.9: Classificação e resultados do ensaio de densidade de massa aparente no estado endurecido.....	81
Tabela 4.10: Quadro ANOVA do DIC de densidade de massa aparente no estado endurecido entre as argamassas AC100 e AD100.	81

Tabela 4.11: Classificação e resultados do ensaio de absorção de água por capilaridade.....	83
Tabela 4.12: Classificação e resistência potencial de aderência à tração.	84
Tabela 4.13: Comparação da AD100 com as argamassas de Gonçalves (2021) e comerciais.	86
Tabela 4.14: Classificação dos tamanhos de poros (MEHTA e MONTEIRO, 2014).	95
Tabela 4.15: Resultados obtidos pela técnica de intrusão de mercúrio.	95

RESUMO

O setor de celulose no Brasil cresce a cada ano, processando milhões de toneladas todo ano, porém, como consequência são geradas milhares de toneladas de resíduos sólidos, que geralmente são dispostos em aterros sanitários. Dentre eles, tem-se o dregs, resíduo do processo de produção da celulose. Assim sendo, este estudo analisa o máximo teor de substituição possível, em volume, da cal hidratada pelo resíduo dregs na confecção de argamassas de múltiplo uso. O programa experimental foi realizado com dois tipos de argamassas (um com substituição total de cal hidratada por dregs – AD100 e outro de referência, com 100% de cal hidratada – AC100), sendo utilizados os seguintes materiais: cimento Portland, cal hidratada, dregs, areia e água, os quais foram submetidos à caracterização física, química e mineralógica. Primeiro, foi avaliado a influência do tipo de cura, submersa e ao ambiente de laboratório (23°C), e da resistência à compressão aos 28 e 90 dias, de modo a obter uma argamassa sustentável em comparação à argamassa de referência. A melhor cura foi a submersa e os resultados à compressão indicaram que o emprego da AD100 é possível. A resistência à compressão atingiu 5,3 e 8,9 MPa aos 28 e 90 dias, nesta ordem, superando os valores obtidos pela AC100. Posteriormente com o objetivo de avaliar a viabilidade tecnológica do produto desenvolvido e compará-lo com as argamassas comerciais, foram realizados os seguintes ensaios: resistência à tração por compressão diametral em corpos de prova cilíndricos, resistência à tração na flexão e resistência à compressão em corpos de prova prismáticos, absorção de água, retenção de água, teor de ar incorporado, densidade de massa nos estados fresco e endurecido e, finalmente, resistência potencial de aderência à tração. Os resultados foram promissores, uma vez que a incorporação em elevado teor apresentou características comparáveis às argamassas comerciais. Em seguida, foram usadas técnicas analíticas (DRX, TG/DTG, PIM, calorimetria por condução isotérmica) para compreender as propriedades da argamassa desenvolvida. Tais técnicas indicaram que o ganho de resistência foi atribuído à redução da porosidade da argamassa por um resíduo inerte, composto predominantemente de calcita.

Palavras-chave: argamassa, cal hidratada, dregs, resíduo, sustentabilidade.

ABSTRACT

The pulp industry in Brazil has been growing every year, producing not only millions of tons of cellulose but also a huge volume of solid waste, which has been massively disposed of in landfills. Among the waste stream of the Kraft process, there is a residue called green liquor dregs - GLD - which are undissolved smelts from the recovery boiler. Lately, many researchers have been developing new technologies and alternative materials that recycle the solid waste generated in several industrial processes (GLD) as well as bring down the consumption of natural resources (limestone). Therefore, this work aims to analyze which is the maximum rate of replacement of hydrated lime by dregs to make eco-friendly coating and laying mortars through their physical, chemical, and technological properties. An experiment was conducted with two different types of cement-based mortars: hydrated lime and GLD. Firstly, the specimens were made with 0 and 100% of substitution of hydrated lime by GLD and they were kept submerged in water storage tanks, saturated with hydrated lime until the tests were carried out – 28 and 90 days. The submerged specimens showed less experimental variability, moreover, the results of the compression tests indicate that the replacement was feasible. The compressive strength reached 5.3 and 8.9 MPa at day 28 and 90, respectively, which were higher than those from the reference mortar (4.6 and 8.17 MPa). After the test specimens were fabricated with these mortars to conduct splitting tensile strength, flexural tensile strength, water absorption, water retentivity, air content, fresh and hardened density, and mortar bond strength tests to evaluate the technological properties and compare them with the reference mortar and pre-mixed commercial mortars. The results show the incorporation of GLD enhances the properties of the mortar and is technologically feasible. Analytical tests were carried out to identify the physical and chemical effects of the GLD incorporation and, in this way, corroborate the mortar's developed properties. The analytical testing results show the GLD mortar strength gain was attributed to the pore refinement and filler effect, in other words, the reduction of mortar porosity by a fine inert residue composed predominantly of calcite.

Keywords: dregs, hydrated lime, mechanical strength, mortars, sustainability.

1. INTRODUÇÃO

1.1 Considerações iniciais

As emissões de gases potencialmente poluentes, sobretudo pela produção industrial, somados ao elevado volume de resíduos sólidos gerado nos processos, são questões que causam impactos ao meio ambiente. Assim, temas que busquem alternativas para minimizar esses problemas estão entre os mais discutidos e explorados da atualidade.

A forma de descarte de resíduos sólidos ao longo dos anos vem sofrendo disciplinamento legal por meio de políticas públicas. A política nacional de resíduos sólidos (PNRS), sancionada pela Lei n.º 12.305, de 02 de agosto de 2010 (Brasil, 2010), trata da redução dos resíduos sólidos gerados e do reaproveitamento e reciclagem dos mesmos, além da troca da disposição de rejeito a céu aberto por aterros sanitários. Estes não são a melhor alternativa, pois contribuem para a contaminação do meio ambiente e do lençol freático (AZEVEDO *et al.*, 2022).

Devido à grande extensão territorial do Brasil e, desta forma, com espaço para implementação de aterros sanitários, a prática de aproveitamento e reciclagem de resíduos sólidos não é tão difundida pelo país, ainda que esses resíduos, quando utilizados como matérias-primas, são uma alternativa sustentável, pois viram subprodutos e a indústria pode ser beneficiada com o reuso, reduzindo despesas financeiras (menor operação de disposição em aterros) e contribuindo para o desenvolvimento sustentável (RODRIGUES *et al.*, 2021).

Os resíduos sólidos da indústria de celulose, principalmente, da etapa de recuperação química do processo (dregs, grits e lama de cal) são gerados em larga escala. Os dregs são resíduos sólidos alcalinos, ricos em carbonatos, sobretudo de cálcio, dispostos diretamente em aterros sanitários (IBÁ, 2021; HAILE *et al.*, 2021; RODRIGUES *et al.*; 2021).

Diferentes estudos foram conduzidos visando avaliar o potencial de utilização do dregs no desenvolvimento de materiais alternativos, que possam ser empregados no campo da Construção Civil, em concretos (SEYYEDALIPOUR *et al.*, 2014; MARTÍNEZ-LAGE *et al.*, 2016), em geopolímeros (NOVAIS *et al.*, 2018), em

argamassas (ZANELLA *et al.*, 2014; MARTÍNEZ-LAGE *et al.*, 2016; SANTOS *et al.*, 2018), em clínquer de cimento Portland (TORRES *et al.*, 2020) e em cerâmica (WOLFF *et al.*, 2015; SANTOS *et al.*, 2019; RODRIGUES *et al.*, 2021).

Ante o exposto, esta pesquisa analisou a viabilidade técnica da incorporação do dregs na produção de argamassas de múltiplo uso (assentamento e revestimento de paredes e tetos).

1.2 Objetivos

1.2.1 Geral

O objeto principal do presente estudo foi avaliar o máximo teor de substituição possível, em volume, da cal hidratada pelo resíduo dregs na confecção de argamassas de múltiplo uso, por meio das análises das propriedades físicas, químicas e mecânicas destas, para que a futura aplicação desse produto na Construção Civil possa ser feita de maneira eficiente e segura.

1.2.2 Específicos

Com o intuito de satisfazer o objetivo geral, foi necessário:

- caracterizar física e química e mineralogicamente as matérias-primas;
- avaliar a influência do tipo de cura e o desempenho mecânico da argamassa com dregs em relação àquela apenas com cal hidratada, definindo o teor máximo de substituição possível;
- determinar e analisar as propriedades tecnológicas do produto desenvolvido nos estados fresco e endurecido;
- comparar o produto final às argamassas de referência e comerciais;
- justificar as propriedades observadas por meio de técnicas analíticas.

1.3 Justificativas

Nas últimas décadas, com a questão ambiental em pauta, além da necessidade de adequação à PNRS, centros acadêmicos, universidades, institutos e empresas

privadas estão fomentando o desenvolvimento de pesquisas para criação de novas tecnologias e materiais alternativos que aproveitem resíduos sólidos gerados em diversos processos industriais, bem como a redução do consumo de recursos naturais. Assim, esta pesquisa se justifica em duas vertentes: aproveitamento do resíduo dregs da recuperação química do processo de produção da celulose (Kraft) e redução do consumo da cal hidratada.

O setor de celulose no Brasil, entre os anos de 2010 e 2020, cresceu 43,9%, representando 1,3% do Produto Interno Bruto (PIB) nacional em 2020 e receita bruta total de R\$ 116,6 bilhões. Com esse aumento, porém, houve maior geração de resíduos sólidos, correspondendo a 16,1 milhões de toneladas nesse mesmo ano. Deste total, aproximadamente 676.100 toneladas foram resíduos oriundos do processo de recuperação química (grits, lama de cal e dregs), que foram depositados em aterros (IBÁ, 2021).

A cal hidratada é um produto comercial comumente utilizado no ramo da Construção Civil, principalmente no preparo de argamassas de múltiplo uso. Porém, o processo de produção da cal hidratada envolve impactos ambientais, os quais envolvem: esgotamento de recursos naturais (rocha calcária), poluição do meio ambiente, emissão de elevada gama de gases poluentes *etc.* (GUTIÉRREZ *et al.*, 2012; MARVILA, 2018).

Posto isto, a reciclagem e o aproveitamento dos dregs, bem como a redução do consumo da cal hidratada na Construção Civil, são de suma importância para o desenvolvimento sustentável. Com esse foco, esta pesquisa aproveitou os dregs em substituição à cal hidratada, que foi motivada pela grande disponibilidade desse resíduo no Brasil, além dos seguintes benefícios globais:

- redução de deposição do dregs em aterros sanitários;
- preservação do meio ambiente pela redução da extração de matéria-prima natural (calcário);
- atenuação da emissão de elevada gama de gases poluentes.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A literatura técnica sobre os resíduos sólidos provenientes de indústrias de celulose possui ampla gama de assuntos relacionados. A importância desse assunto e sua aplicabilidade podem ser diretamente associadas às questões ambientais.

2.1 Resíduos sólidos

Segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), os resíduos sólidos são definidos como resíduos nos estados sólidos e semissólidos, que resultam de atividades de origem industrial, doméstica, hospitalar, comercial, agrícola, de serviços e de varrição. Ficam incluídos nesta definição os lodos provenientes de sistemas de tratamento de água, aqueles gerados em equipamentos e instalações de controle de poluição, bem como determinados líquidos cujas particularidades tornem inviável o seu lançamento na rede pública de esgotos ou corpos de água, ou exijam para isso soluções técnicas e economicamente inviáveis face à melhor tecnologia disponível.

A NBR 10004 (ABNT, 2004) classifica os resíduos em dois grupos: perigosos e não perigosos. Os primeiros são classificados como classe I e o segundo como classe II. Os resíduos não perigosos são subdivididos em duas subclasses, não inertes (classe II A) e inertes (classe II B).

Os resíduos perigosos (classe I) são classificados por apresentarem, em suas propriedades físicas, químicas ou infectocontagiosas, riscos à saúde pública (doenças e mortes) e ao meio ambiente.

Os resíduos classe II A são chamados de não inertes por conterem substâncias que são solubilizadas, atingindo níveis acima do valor máximo permitido (Ribeiro, 2010). Segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), são aqueles que não se enquadram nas classificações de resíduos de classe I ou de resíduos classe IIB. Estes resíduos podem ter propriedades como: biodegradabilidade, combustibilidade ou solubilidade em água.

Os resíduos classe II B não possuem nenhum constituinte que possa ser lixiviado ou solubilizado em concentrações superiores aos padrões de potabilidade das águas, excetuando-se aspecto, cor, turbidez, dureza e sabor.

Os resíduos sólidos, sobretudo industriais, são gerados em larga escala e potencialmente causam impactos negativos ao meio ambiente, pela sua disposição inadequada, suas composições física e química e pelo espaço ocupado. Desta forma, torna-se cada vez mais importante o monitoramento com a intenção de regular sua geração e disposição, a fim de buscar um desenvolvimento ambientalmente correto da cadeia produtiva, principalmente por buscar alternativas de reciclagem e aproveitamento desses rejeitos.

2.2 Argamassa

Argamassa é um material de construção com propriedade de aderência e endurecimento, constituído a partir da mistura homogênea entre um ou mais aglomerantes (cimento Portland, cal hidratada *etc.*), agregado miúdo (areia artificial ou natural), e água, podendo conter ou não aditivos e/ou adições minerais, com o fim de alterar propriedades da mistura (ABNT NBR 13281, 2005).

Como prescrito pela NBR 13281 (ABNT, 2005), existem diferentes tipos de argamassas, a saber:

- argamassa para assentamento;
- argamassa para revestimento de paredes e tetos;
- argamassa de uso geral;
- argamassa para reboco;
- argamassa decorativa em camada fina;
- argamassa decorativa em monocamada.

Nesta pesquisa utilizou-se diferentes composições de argamassas, baseados principalmente em dois tipos: argamassa para assentamento de componentes de vedação (blocos, tijolos *etc.*) e argamassa para revestimento de paredes e tetos. Essas argamassas, em conjunto, são classificadas como de múltiplo uso. Em virtude disso, a revisão bibliográfica desse trabalho abordará apenas essas duas classes.

As argamassas para assentamento são utilizadas para ligação de blocos e tijolos no assentamento de alvenaria, podendo ter função de vedação e/ou estrutural (ABNT NBR 13281, 2005). Segundo Carasek (2010), as porções de argamassa

situadas entre componentes de vedação são chamadas de juntas, que devem possuir as seguintes funções:

- consolidar os blocos ou tijolos de modo que forme um elemento único, auxiliando no suporte de esforços laterais;
- distribuição uniforme dos esforços atuantes na parede ao longo de toda a área dos componentes de vedação;
- garantir a estanqueidade da parede;
- absorver dilatação térmica e retração por secagem.

Com o objetivo de cumprirem as funções descritas anteriormente e, também, apresentarem bom desempenho geral, as argamassas de assentamento devem possuir propriedades concernentes à trabalhabilidade (consistência e plasticidade adequadas, além de alta retenção de água), aderência, resistência mecânica e capacidade de absorver deformações.

As argamassas para revestimento são utilizadas para revestimentos interno e externo de paredes e tetos, apresentando-se como uma camada de regularização. Tais camadas são definidas como: chapisco, emboço, reboco, camada única e revestimento decorativo. Essas argamassas devem: proteger a alvenaria e a estrutura contra a ação de agentes do intemperismo; integrar o sistema de vedação do prédio, contribuindo com o isolamento térmico, acústico, estanqueidade à água, segurança ao fogo e resistência ao desgaste; nivelar os componentes de vedação e servir como base para acabamentos decorativos. Com o objetivo de satisfazer essas características, as argamassas para revestimento devem possuir propriedades relacionadas à trabalhabilidade, retração, aderência, permeabilidade à água, resistência mecânica e capacidade de suporte de deformações. (ABNT NBR 13281, 2005; ABNT NBR 13749, 2013; CARASEK, 2010).

2.3 Cal hidratada

O processo de produção da cal hidratada possui etapas que contribuem negativamente ao meio ambiente. De acordo com Gutiérrez *et al.* (2012), os impactos ambientais da produção da cal podem ser locais, regionais ou globais. Os impactos

locais são emissões de poeira e mudança da região, devido à mineração do calcário. Os impactos regionais contribuem para formação de chuvas ácidas, por causa da emissão de dióxido de enxofre e óxido de nitrogênio. Por fim, a emissão de CO₂ contribui para mudanças globais do clima. Segundo Ochoa *et al.* (2010), a produção de 1 tonelada de cal hidratada gera 1,2 toneladas de CO₂.

A Figura 2.1 mostra o fluxograma da fabricação da cal hidratada, que envolve, basicamente, cinco processos: extração, trituração e peneiramento, calcinação da rocha calcária, hidratação do produto da calcinação (óxido de cálcio) e empacotamento da cal hidratada (GUTIÉRREZ *et al.*, 2012).

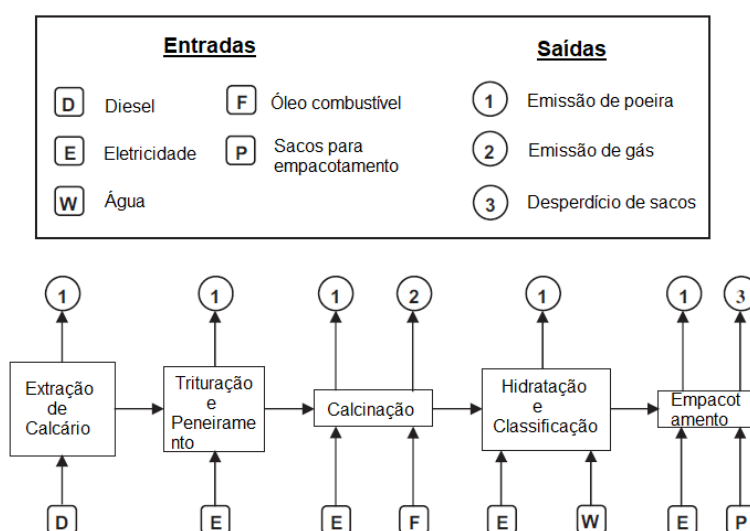


Figura 2.1: Fluxograma de produção da cal hidratada (adaptado de GUTIÉRREZ *et al.*, 2012).

O calcário é uma rocha sedimentar que possui mais de 30% de carbonato de cálcio. Esse, depois de extraído, é submetido ao processo de trituração e peneiramento, para selecionar o tamanho das pedras que irão participar do processo de calcinação, isto é, o processo no qual ocorre a decomposição química do calcário sob elevadas temperaturas (> 850°C) e, conseqüentemente, eliminação de produtos voláteis, gerando a cal virgem (CaO) e o gás carbônico (CO₂) (GUIMARÃES, 2002; PEREIRA, 2010; GUTIÉRREZ *et al.*, 2012).

A produção da cal hidratada é um processo mais simples, sendo necessário apenas a adição estequiométrica de água ao óxido de cálcio. A cal virgem, quando é adicionada água ao sistema, reage com esta em uma reação com grande liberação de calor, formando o aglomerante conhecido como cal hidratada, contendo

principalmente em sua composição hidróxido de cálcio $[Ca(OH)_2]$ (GUIMARÃES, 2002; PEREIRA, 2010).

Na produção de cal hidratada, as maiores emissões de saída do sistema são gasosas, com poluentes de elevado impacto ambiental: gás carbônico, monóxido de carbono, dióxido de enxofre e óxidos de nitrogênio. As emissões de gás carbônico são, principalmente, provenientes da decomposição do carbonato de cálcio e da combustão do combustível utilizado. Os restantes dos gases são resultantes, essencialmente, dos padrões operacionais e das tecnologias da planta industrial do que pelo tipo de combustível utilizado (GUIMARÃES, 2002; GUTIÉRREZ *et al.*, 2012).

No tocante ao emprego de cal hidratada em argamassas, principalmente de assentamento e revestimento, destaca-se que a sua utilização traz benefícios às propriedades do produto desenvolvido, melhorando seu desempenho global. Atualmente as argamassas com cal hidratada têm sido utilizadas para restauração de edifícios históricos, por causa de sua compatibilidade tecnológica e outras características favoráveis com o local de aplicação (TREJBAL, 2018).

No estado fresco, o uso da cal hidratada proporciona elevada plasticidade, o que contribui para a aderência, compacidade, consistência e trabalhabilidade da argamassa. Esta característica é fundamental, visto que facilita a aplicação e o manuseio da argamassa, aumentando assim a produtividade no canteiro de obras. Além disso, a cal hidratada possibilita também excelente capacidade de retenção de água, reduzindo a quantidade de água de amassamento perdida para o substrato, onde a argamassa é aplicada e, desta forma, permite que as reações de hidratação do cimento ocorram adequadamente, afetando diretamente na durabilidade e qualidade do produto final. No estado endurecido, a argamassa com cal hidratada é capaz de absorver deformações advindas de fluência e dilatações térmicas, principalmente por causa de sua ductilidade. A cal hidratada é um aglomerante aéreo, isto é, em contato com o dióxido de carbono, presente no ar atmosférico, reage formando carbonato de cálcio. Esta carbonatação influencia positivamente na durabilidade, visto que ocorre gradualmente, causando a vedação de eventuais fissuras durante as reações de hidratação da argamassa (ANTONIO, 2015; MARVILA, 2018; TREJBAL, 2018).

Ante do exposto, é de suma importância do ponto de vista da sustentabilidade a redução do uso da cal hidratada, parcial ou totalmente em argamassas. Logo, a

busca por novos materiais, com propriedades semelhantes as das cales é fundamental, a fim de contribuir para um desenvolvimento sustentável. Assim, a utilização de resíduos da indústria de celulose, como os dregs, apresenta-se como alternativa viável sob dois aspectos: aproveitamento e reciclagem do rejeito gerado no processo de produção de celulose e substituição da cal hidratada como componente em argamassas.

2.4 Indústria de papel e celulose

De acordo com o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), pela Comissão Nacional de Classificação (CONCLA), em sua Classificação Nacional de Atividades Econômicas (CNAE), a indústria do papel e da celulose é enquadrada na seção C, divisão 17, do grupo 17.1 e na classe 17.10-9, que é a classificação dada às empresas responsáveis pela “Fabricação de celulose e outras pastas para fabricação de papel” (IBGE, 2022).

O Brasil, por apresentar ampla extensão territorial e condições climáticas favoráveis, é um dos pioneiros da produção industrial de celulose. Em 2020, o país se manteve como o segundo maior produtor em escala mundial, como mostra a Tabela 2.1, atingindo 21,0 milhões de toneladas fabricadas. De toda a produção, 75% foram destinadas à exportação e 5,3 milhões de toneladas consumidas pelo mercado interno (IBÁ, 2021).

Tabela 2.1: Principais produtores celulose do mundo em 2020, em milhões de toneladas (adaptado de IBÁ, 2021).

Produção de celulose (2020)	
País	Milhões toneladas
1.º EUA	50,9
2.º Brasil	21,0
3.º Canadá	15,4
4.º China	14,9
5.º Suíça	12,0

Como o Brasil foi classificado em 2º lugar no panorama mundial de produção de celulose, destaca-se a importância da realização desse estudo, visto que essa elevada produção de celulose pode significar uma quantidade enorme de resíduos sólidos, que são geralmente dispostos inadequadamente, causando danos ao meio ambiente.

A celulose é obtida a partir da madeira em tora, principalmente de áreas plantadas, sendo as espécies de *eucalyptus* e *pinus*, predominantemente, utilizadas como matéria-prima na indústria de papel e celulose (IBÁ, 2021).

As árvores plantadas pelo setor correspondem a 91% de toda madeira produzida para fins lucrativos no país; os 9% restantes vêm de florestas naturais legalmente manejadas. O setor brasileiro, em 2020, apresentou 9,55 milhões de hectares plantados. Deste total, os cultivos de eucalipto e *pinus* representaram 78 e 18%, respectivamente, enquanto outras espécies, como a acácia e teca, corresponderam a aproximadamente 4%.

A distribuição de área de plantio de eucalipto é mais expressiva nas regiões sudeste e centro-oeste, sendo Minas Gerais (27,6%), São Paulo (18,1%) e Mato Grosso do Sul (15,1%) as maiores áreas. A área de plantio de *pinus* no Brasil, principalmente nas regiões sudeste e sul, tem domínio dos estados sulistas do Paraná (43%), de Santa Catarina (24%) e do Rio Grande do Sul (18%) (IBÁ, 2021).

2.5 Processo de produção da celulose

A produção da polpa de celulose inicia com o preparo da matéria-prima (tora), que incluem os processos de descascamento e picagem, a fim de formar fragmentos de madeira denominados de cavacos. Na operação de polpação, a madeira é desintegrada em polpa por via mecânica, semiquímica ou química - *Kraft*, sulfato e sulfito. Esse processo é conhecido como deslignificação e consiste na separação da fibra da árvore da lignina, que é um material aglomerante que une as fibras da madeira, conferindo consistência e densidade (BAJPAI, 2015; HAILE *et al.*, 2021).

O processo mecânico consiste na remoção da celulose por moagem ou trituração, enquanto os processos químicos consistem, de maneira sucinta, no cozimento dos reagentes em solução aquosa, sob condições específicas de pressão

e temperatura. Por fim, o processo semiquímico compõe-se na síntese dos processos mecânicos e químicos (HAILE *et al.*, 2021).

O principal processo de produção de polpa celulósica empregado no mundo é o químico, especificamente o processo *Kraft*, que corresponde a 75% de toda a celulose produzida no mundo (BAJPAI, 2015; KINNARINEN *et al.*, 2016). Segundo (2020), o processo *Kraft*, entre os processos químicos, é mais vantajoso porque: apresenta maior força e flexibilidade nas polpas produzidas, apresenta maior viabilidade econômica devido à recuperação dos componentes químicos utilizados no processo; aplicabilidade em diferentes espécies de árvore. A seguir, tal processo é apresentado detalhadamente, dado que o resíduo utilizado nesta pesquisa é resultante deste processo. Este pode ser dividido basicamente em duas etapas: a primeira referente à produção da polpa de celulose e, por último, à recuperação dos reagentes químicos provenientes do cozimento realizado no digestor (NURMESNIEMI *et al.*, 2005). A Figura 2.2 mostra um esquema simplificado do processo *Kraft* na produção de celulose.

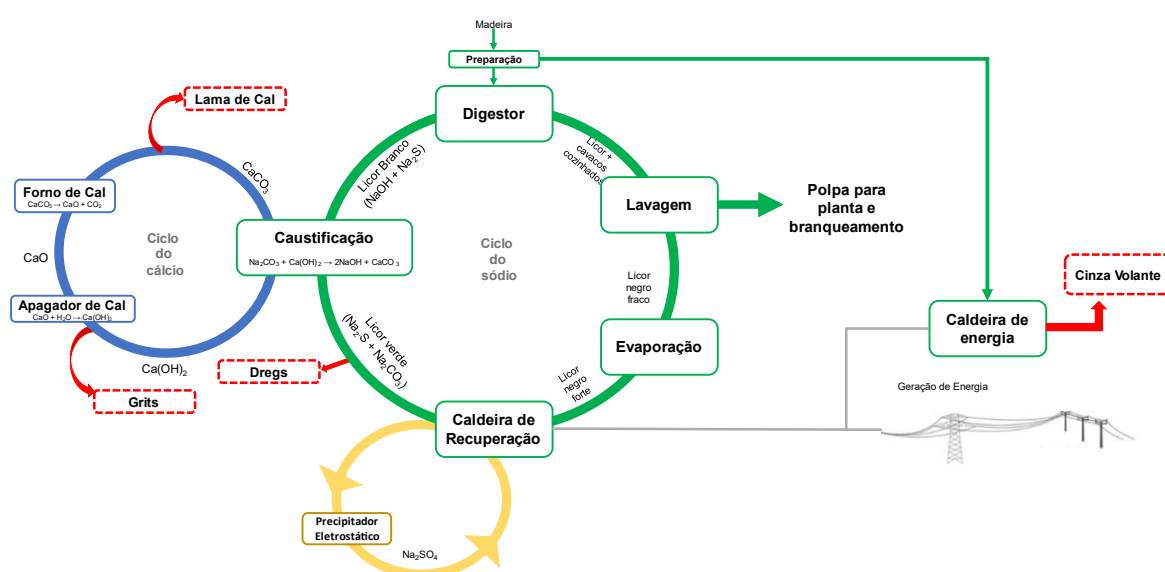


Figura 2.2: Fluxograma simplificado do processo *Kraft* de produção de celulose (adaptado de QUINA e PINHEIRO, 2020).

As toras de madeira são descascadas com o objetivo de aumentar a qualidade da polpa de celulose. As cascas possuem pouca fibra utilizável; se utilizadas, consomem mais compostos químicos, escurecem a celulose e adicionam contaminantes como cálcio, sílica e alumínio ao sistema no processo de recuperação

química e, pelo fato de não serem utilizadas, são reaproveitadas como fonte de energia para o sistema (BAJPAI, 2018).

As toras de madeira descascadas são picotadas em pequenos fragmentos, quase homogêneos, conhecidos como cavacos de madeira. Estes cavacos devem possuir dimensões apropriadas e uniformes (aproximadamente 20 mm de comprimento e 4 mm de largura), a fim de reduzir o consumo de matéria-prima e aumentar a eficiência energética do sistema (BAJPAI, 2015).

Os pequenos fragmentos de madeiras são então transportados do pátio de estocagem para o digestor, onde ocorre o cozimento desses com uma solução alcalina de compostos inorgânicos constituída de soda cáustica (NaOH) e sulfeto de sódio (Na₂S), conhecida como licor branco. Esta etapa dura algumas horas (1 a 3 h) e envolve a digestão dos cavacos sob alta temperatura (145 a 170°C) e condições específicas de pressão. Durante este processo, os ânions de hidróxido e hidrossulfeto reagem com a lignina, ocasionando não só na fragmentação deste polímero em menores fragmentos, como também isolando as fibras de celulose, resultando em uma combinação de fibra de madeira com polpa negra. Em seguida, é feita a lavagem dessa polpa para remoção de possíveis contaminantes e reciclagem do licor residual. Neste ponto, tem-se no sistema uma polpa lavada que é encaminhada para o processo de branqueamento, e um licor residual de coloração preta, localizado no digestor, denominado de licor negro fraco (PIOTTO, 2003; BAJPAI, 2015; SUKAI *et al.*, 2020; QUINA e PINHEIRO, 2020; HAILE *et al.*, 2021).

O licor negro fraco, descarregado do digestor, é uma solução que contém água (80 a 85% em massa), material inorgânico (licor branco e derivados) e, também, materiais orgânicos (lignina e extrativos da madeira) (MATIAS, 2012; SUKAI *et al.*, 2020).

Após, é iniciado o ciclo da recuperação química, que consiste na recuperação dos reagentes químicos ativos envolvidos no cozimento. O processo é conduzido na caldeira de recuperação e passa por diferentes estágios para garantir a reconstituição do licor de cozimento. A eficiência do ciclo de recuperação química pode ser de até 97% (KINNARINEN *et al.*, 2016; HAILE *et al.*, 2021).

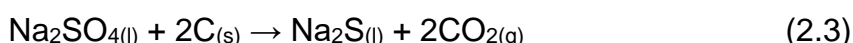
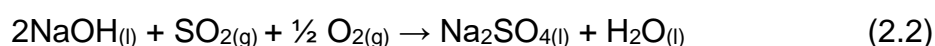
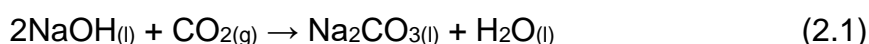
A recuperação química começa com o envio do licor preto, extraído do digestor, para as unidades de evaporação. Como resultado, a concentração de sólidos dissolvidos no licor negro é aumentada de 12 a 17% para, aproximadamente, 65 a

70% sob utilização de evaporadores de múltiplo efeito, onde os evaporadores são conectados de tal forma que o vapor proveniente é utilizado como meio de aquecimento da etapa seguinte, isto é, são vários evaporadores recebendo a mesma fonte de energia (PINTO, 2005; LAAUSER, 2010; BAJPAI, 2015; HAILE *et al.*, 2021).

O licor concentrado, conhecido como licor negro forte, é admitido na caldeira de recuperação, onde ocorre a fusão de sais inorgânicos (*smelt*), que consiste basicamente em carbonato de sódio (Na_2CO_3) e sulfeto de sódio (Na_2S), e a combustão do material orgânico, que gera vapor de alta pressão, sendo este utilizado na produção de energia elétrica para a planta industrial (MINER e UPTON, 2001; MATIAS, 2012; BAJPAI, 2015).

O material fundente (*smelt*) é responsável pela primeira etapa do processo de recuperação química dos reagentes envolvidos no cozimento.

De acordo com Laauser (2010), a recuperação química do *smelt* é um processo que envolve a redução do sulfato de sódio (Na_2SO_4) presente no licor, ou formado na combustão da fornalha, para sulfeto de sódio (Na_2S), além da formação do carbonato de sódio (Na_2CO_3). Essas formações acontecem, de forma simplificada, com a reação do licor negro com oxigênio, gerando produtos como carbonato de sódio, sulfeto de sódio e gases da combustão. As reações químicas completas podem ser observadas nas Equações 2.1 a 2.3.

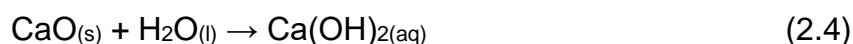


O *smelt* é encaminhado para um tanque de dissolução, onde será dissolvido em contato com água e licor branco fraco, produzindo uma solução chamada licor verde. O licor verde é constituído de água, carbonato de sódio e sulfeto de sódio (MATIAS, 2012). Segundo Simão (2018), tal licor passará por dois processos: clarificação, na qual os dregs são produzidos e caustificação que formará um licor branco, responsável pela formação da lama de cal.

O licor verde bruto carrega grande quantidade de material suspenso inerte, cerca de 600 a 2000 mg/L, que precisa ser removido antes de ser utilizado no

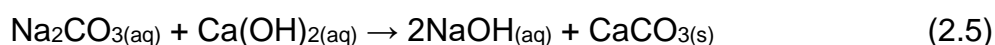
processo de caustificação. Esse material inerte é conhecido como dregs, que pode ser separado do licor verde por processos de decantação ou por filtração e, após a separação, é lavado para a remoção de sua carga de álcali residual e, em seguida, é descartado do processo (NURMESNIEMI *et al.*, 2005; LAAUSER, 2010; KINNARINEN *et al.*, 2016; SUKAI *et al.*, 2020).

O licor verde, livre dos dregs, é encaminhado ao apagador de cal. Segundo Bajpai (2015), a clarificação do licor verde ocorre quando é adicionado óxido de cálcio (CaO), proveniente dos fornos de cal, no apagador de cal, e esse entra em reação com água presente no licor verde, formando hidróxido de cálcio, como mostra a Equação 2.4.



O excesso da cal virgem (CaO), que não reagiu, é descartado do processo e forma um resíduo químico chamado grits. O resíduo originado é insolúvel, possui grãos grossos com aspecto de areia, e é retirado do fundo do apagador de cal por meio de raspagem (LAAUSER, 2010; KINNARINEN *et al.*, 2016).

A partir do apagador de cal, o líquido flui por uma série de tanques para agitação, onde ocorre a reação de caustificação. O processo de caustificação é a reação do hidróxido de sódio e carbonato de cálcio, a partir do carbonato de sódio, presente no licor verde, e do hidróxido de cálcio (NURMESNIEMI *et al.*, 2005; LAAUSER, 2010; BAJPAI, 2015), conforme mostra a Equação 2.5.



O produto da caustificação é encaminhado para o clarificador de licor branco, onde remove o carbonato de cálcio precipitado, resíduo do processo conhecido como lama de cal. Tal lama é encaminhada para os lavadores, com o objetivo de retirar traços de sódio e o restante do licor branco utilizado é reciclado para os digestores, concluindo o ciclo do sódio. A lama é encaminhada para o forno de cal, onde será feita a secagem e a calcinação (BAJPAI, 2015), de acordo com a Equação 2.6.



A cal virgem, proveniente do forno de cal, é encaminhada novamente para o apagador de cal para repetir o processo descrito na Equação 2.4, e formar mais hidróxido de cálcio. O hidróxido produzido é levemente solúvel; porém, é reativo o suficiente para participar da reação de caustificação com o carbonato de sódio para formar o hidróxido de sódio (BAJPAI, 2015; KINNARINEN *et al.*, 2016), como mostrado na Equação 2.5, concluindo o ciclo do cálcio.

2.6 Resíduos da recuperação química

Durante o processo de recuperação química dos reagentes, utilizados no processo de polpação da celulose, são gerados os seguintes resíduos sólidos: dregs, grits e lama de cal. Esses resíduos representam a maior fração de sólidos entre todos aqueles gerados em fábricas de celulose que utilizam o processo *Kraft* (SIMÃO *et al.*, 2018).

A produção específica de resíduos em indústrias de celulose varia dependendo da tecnologia e de outros fatores específicos de cada planta industrial. A Tabela 2.2 relaciona os dados encontrados na literatura sobre a geração dos resíduos em kg por tonelada de polpa seca ao ar livre (*Air Dried Pulp ton – ADPt*).

Tabela 2.2: Geração de resíduos do processo de recuperação química em indústrias de celulose, em *ADPt*.

Resíduo	Kinnarinen <i>et al.</i> (2016)	Golmaei <i>et al.</i> (2018)	Torres <i>et al.</i> (2020)	Quina e Pinheiro (2020)
Dregs	12,8	3 a 9	15	12
Grits	-	-	5	10
Lama de cal	-	-	-	25

Como mostra a Tabela 2.2, há grande geração de resíduos sólidos por kg de tonelada de polpa produzida. De acordo com Quina e Pinheiro (2018), a produção anual de dregs está na faixa de 0,5 a 1,3 milhões de toneladas no mundo, que é uma enorme quantidade; logo, trata-se de uma indústria potencialmente poluidora. Desta

forma, torna-se inevitável e necessário estudos a fim de reaproveitar e reciclar esse rejeito e mitigar o impacto ambiental causado pela sua disposição incorreta.

Os grits são resíduos insolúveis formados no apagador de cal, onde ocorre a reação química de hidratação que transforma a cal virgem (CaO) em cal extinta [Ca(OH)₂]. Esse resíduo é constituído basicamente de óxido de cálcio queimado e carbonatos não reativos e não hidratados. Como não ocorre a calcinação completa do carbonato de cálcio no forno de cal e os compostos utilizados não são puros, há presença de impurezas como areia, cascalho, CaCO₃ inerte, entre outros componentes (SIMÃO *et al.*, 2018; PEDROSO, 2020).

A lama de cal é um resíduo sólido obtido na etapa de clarificação do licor branco no processo de caustificação. Esse resíduo é fino e possui em sua composição basicamente carbonato de cálcio (CaCO₃), além de componentes não reativos, como óxido de magnésio, silicatos e fosfatos. A lama deve ser preparada (lavada e filtrada), antes de ser admitida no forno de cal, onde será calcinada para gerar CaO (Equação 2.6). A cal virgem gerada será utilizada no processo de caustificação (Equação 2.5) (PEDROSO, 2020; GONÇALVES, 2021).

De acordo com Pedroso (2020), os grits e a lama de cal são classificados, conforme a NBR 10004 (ABNT, 2004), como resíduos da classe II A, visto que são não perigosos e não inertes.

2.7 Dregs

O resíduo é formado na clarificação do licor verde, que ocorre no tanque de caustificação, onde acontece a sedimentação dos dregs. Segundo Sukai (2020), tal resíduo não é utilizado no processo devido às altas concentrações de calcita dentro do precipitado cristalino, apresentando baixa condutividade hidráulica e sendo prejudicial à etapa de recuperação química do processo de produção de celulose.

A remoção dos dregs inicia quando estes são enviados para um lavador, onde são retirados do sistema por meio de um filtro rotativo. A operação neste requer uma pré-camada de lama de cal (carbonato de cálcio), onde se depositará o material não queimado do licor negro na caldeira de recuperação (RODRIGUES *et al.*, 2021; SUKAI *et al.*, 2020). Com o decorrer da filtração, formam-se camadas de dregs em cima da camada pré-existente (WOLFF, 2008). Após a remoção dos filtros rotativos, os dregs

são encaminhados para silos de armazenamento e, por fim, dispostos em aterros sanitários (RODRIGUES *et al.*, 2021).

Nos dregs há concentração de nutrientes facilmente solúveis, como fósforo, cálcio, sódio, potássio, magnésio, enxofre, cobre e zinco, com quantidade de partículas de fósforo relativamente baixas. No que diz respeito aos elementos de maior concentração, tem-se o cálcio, seguido do sódio e do magnésio; isso se deve pela queima do licor negro na caldeira e pelas adições de sódio durante o processo *Kraft* (NURMESNIEMI *et al.*, 2005; TORRES *et al.*, 2020).

Assim como os grits e a lama de cal, os dregs são classificados como resíduos classe II A, de acordo com a NBR 10004 (ABNT, 2004) (PEDROSO, 2020).

Os dregs são impurezas sólidas resultantes do processo de recuperação química do processo *Kraft* da indústria de celulose. São fortemente alcalinos, com pH na faixa de 10 a 12,8, formados por partículas muito pequenas, com coloração escura, resultante da queima incompleta do licor negro na caldeira de recuperação, e seus principais constituintes são basicamente carbonatos, hidróxidos e sulfetos, sobretudo de sódio e de cálcio (NURMESNIEMI *et al.*, 2005; ALMEIDA *et al.*, 2007; RODRIGUES *et al.*, 2016; KINNARINEN *et al.*, 2016). A Tabela 2.3 mostra a composição química elementar do resíduo dregs em diferentes trabalhos encontrados na literatura.

Tabela 2.3: Análise química dos dregs.

Óxidos	Dregs (%)			
	Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016)	SANTOS <i>et al.</i> (2019)	RODRIGUES <i>et al.</i> (2019)	TORRES <i>et al.</i> (2020)
CaO	46,20	33,00	32,60	68,85
MgO	3,30	4,65	5,85	3,14
SiO ₂	1,30	2,35	3,01	6,67
Al ₂ O ₃	0,43	0,69	0,71	0,74
Fe ₂ O ₃	0,80	0,65	0,45	3,27
Na ₂ O	3,40	11,70	8,34	3,64
K ₂ O	0,28	1,03	0,21	0,91
P ₂ O ₅	3,30	0,33	0,51	-
TiO ₂	< 0,03	< 0,10	< 0,05	0,18
MnO	0,41	0,37	< 0,05	-
SO ₃	1,40	2,82	-	6,44
Perda ao Fogo	38,5	42,10	42,80	-
Fonte	Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016)	SANTOS <i>et al.</i> (2019)	RODRIGUES <i>et al.</i> (2019)	TORRES <i>et al.</i> (2020)

O dregs é gerado na ordem 15 kg/t de celulose (Torres *et al.*, 2020), como mostra a Tabela 2.2. No geral, projetando-se a produção nacional atual de celulose, que está na ordem de 21,0 milhões de toneladas, tem-se a geração de 315.000 toneladas/ano de dregs por todo país. Esse resíduo geralmente é disposto em aterros sanitários. Com essa grande quantidade de resíduo gerada potencialmente poluidora, é importante fazer a gestão adequada desses resíduos sólidos para reduzir os impactos ambientais, sobretudo por processos industriais, em busca de um futuro sustentável. Conseqüentemente, o desenvolvimento de novas tecnologias e métodos para reciclagem e aproveitamento desses rejeitos é fundamental.

2.8 Aproveitamento dos *dregs*

A literatura técnica apresenta diversas pesquisas sobre reciclagem e reaproveitamento dos resíduos gerados no processo *Kraft*, da indústria de celulose, na construção civil.

Gemelli *et al.* (2001) avaliaram a influência de aplicação de diversos resíduos gerados pela indústria de papel e celulose em argamassas. As argamassas foram preparadas com diferentes cimentos e com substituições de areia e/ou cimento com quatro resíduos diferentes: fibras de celulose, dregs, cinza da caldeira e grits. O ensaio de resistência à compressão indicou que o uso de cinza da caldeira e dos grits apresentaram pequeno ganho de resistência mecânica quando comparada à argamassa de controle. Por outro lado, os resíduos dregs e fibra de celulose apresentaram aceitável resistência, mas inferior à argamassa de referência. Eles concluíram que tanto os dregs como as fibras de celulose são melhor empregados como fonte de energia (reaproveitamento na queima de biomassa da caldeira) do que como aglomerante hidráulico.

Zanella *et al.* (2014) pesquisaram a durabilidade de argamassas de revestimento de paredes e tetos com substituição parcial (10 e 20%) de agregado miúdo por dregs e grits, sob condições controladas de exposição, artificial e natural. Eles concluíram que, na temperatura de 500°C, as argamassas apresentaram condições similares de perdas de umidade e massa para todas as dosagens estudadas. Além disso, foi possível perceber que, sob condições elevadas de temperatura, a incorporação dos resíduos na argamassa não apresentou mudanças

significativas à durabilidade. Baseado nos resultados do ensaio de névoa salina, as argamassas com substituição de 10 e 20% de dregs e grits tiveram maior perda de massa, provavelmente por causa da permeabilidade da solução salina nas microfissuras e, conseqüentemente, cristalização do NaCl no interior das microfissuras desses compostos.

Wolff *et al.* (2015) avaliaram a incorporação de resíduos, do processo de fabricação de celulose e papel (lodo do tratamento de água - *WTP*, dregs, grits e lama de cal) e pó de brita, na fabricação de cerâmica vermelha estrutural. Os materiais passaram por processos de peneiramento e moagem, a fim de limitar o tamanho das partículas em 1,2 mm; apenas a mistura de 85% e 15% de pó de brita foram limitados a 2,4 mm, a fim de analisar a influência de partículas maiores na caracterização dos corpos de prova. A incorporação do *WTP* para formação de tijolos cerâmicos requer diversos procedimentos que alteram as propriedades químicas e plásticas da massa cerâmica. A formulação ótima da composição das misturas foi baseada na distribuição do tamanho de partículas e nas proporções de óxidos de cálcio, sódio e potássio, a fim de obter elevadas resistências mecânicas após a queima.

Eles afirmam que a substituição de argila por lodo é viável e a principal vantagem é a possibilidade de facilitar a formação das fases cerâmicas, principalmente de anortita e gelenita, resultando em uma otimização do processo. De acordo com o estudo, nenhuma mistura pode ser utilizada para fabricar tijolos cerâmicos maciços ou vazados. Mas, em relação à referência, de acordo com a perda ao fogo, retração por secagem e ruptura à flexão, nas temperaturas de 850 e 950°C, as misturas B (50% de lodo, 30% de lama de cal e 20% de pó de brita), C (50% de lodo, 8% de dregs, 30% de lama de cal e 12% de pó de brita), D (70% de lodo, 30% de dregs), F (65% de lodo, 20% de dregs e 15% de pó de brita) poderiam ser usadas na indústria cerâmica para confecção de tijolos acústicos e revestimento de interiores.

Martínez-Lage *et al.* (2016) estudaram a viabilidade do uso de resíduos gerados da indústria de papel e celulose, cinza da caldeira e dregs, na confecção de argamassas e concretos. Foram analisados três tipos de amostras: apenas com cimento, areia e água (referência), outras duas com substituições parciais de cimento por cinza da caldeira e por dregs. Como resultado, a substituição parcial de 10% de dregs resultou em valores de resistência mecânica similares aos da referência, tanto nos ensaios de compressão como de flexão. Por outro lado, a substituição parcial de

20% apresentou queda nas resistências à compressão e à flexão de 7 e 5%, respectivamente. Já a argamassa com 30% de substituição de dregs apresentou 26 e 19% de redução nas resistências à compressão e à flexão, respectivamente.

Por último, para a avaliação tecnológica, a amostragem foi feita apenas com cimento, areia e água (referência), com substituições parciais de cimento por cinza da caldeira e com substituições parciais por dregs. Como resultado, os materiais contendo substituições de cimento por dregs apresentaram grandes reduções em suas propriedades mecânicas em relação à referência. No ensaio de compressão apresentou redução de resistência de 20 e 35% para as substituições de 10 e 20%, respectivamente, em relação à argamassa referência. No ensaio de tração por compressão diametral também apresentou drásticas reduções em relação à referência: 18 e 23% para as substituições de 10 e 20%, respectivamente. O módulo de elasticidade dos materiais com dregs apresentou diminuição em relação à referência: 8 e 13% para as amostras com 10 e 20%, respectivamente. Desta forma, concluíram que o uso de dregs, em substituição parcial do cimento, em concretos não é uma opção viável, porque a redução nas propriedades mecânicas são consideráveis.

Novais *et al.* (2018) avaliaram o uso de dregs como aditivo (filler) na confecção de argamassas geopoliméricas com cinza volante de biomassa, mantendo a quantidade dos aluminossilicatos constante. Foi constatada que a adição, em níveis crescentes de dregs, na mistura apresentou queda no espalhamento da argamassa no ensaio *flow-table*, devido principalmente ao aumento da relação sólidos/líquidos e à maior absorção de líquidos pelas partículas finas dos dregs. Desta forma, definiram que o limite máximo de adição de dregs na argamassa geopolimérica deveria ser de até 25%, a fim de manter a trabalhabilidade satisfatória.

Foi feita a comparação por difração de raios X (DRX) para a amostra de referência e com adição de 25% de dregs, que apresentou elevado teor de quartzo, possivelmente proveniente da areia. Apesar da grande quantidade de Na₂O presente nos dregs, nenhuma das argamassas apresentou eflorescência. A investigação por espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS) mostrou aumento na concentração de sódio com o aumento da adição de dregs. Porém, não houve formação de sais de sódio; portanto, os dregs não afetaram negativamente a microestrutura do geopolímero avaliado.

Para análise dos corpos de prova no estado endurecido foram feitos ensaios de resistência mecânica, densidade e absorção de água.

A incorporação de dregs representou aumento considerável da resistência à tração do geopolímero quando comparada à argamassa de referência, a saber: de 25% (10% dregs), 39% (15% dregs), 37% (20% dregs) e 71% (25% dregs). Para o ensaio de resistência à compressão, descobriram que, quanto maior o teor de dregs, maior a resistência mecânica da argamassa, chegando ao valor máximo de 21 MPa com 25% de adição, que corresponde a, aproximadamente, um aumento de 34% em relação à argamassa de referência. Esse ganho de resistência, segundo os eles, foi devido ao efeito fíler, isto é, preenchimento dos poros por partículas finas dos dregs, reduzindo a porosidade da argamassa.

As argamassas mistas com dregs apresentaram taxas de absorção de água menores do que as argamassas de referência, mostrando não só diferenças na porosidade total, como também na distribuição dos tamanhos dos poros. Desta forma, os resultados comprovaram que o aumento da resistência mecânica, quando os dregs são adicionados é, de fato, por causa do efeito fíler.

Eles também concluíram que o uso de adição de dregs em argamassas geopoliméricas é promissor, sendo uma boa alternativa, tanto ambientalmente como economicamente, em comparação à disposição desse resíduo em aterros sanitários.

Santos *et al.* (2018) estudaram o emprego de dregs em argamassa em substituição à cal hidratada. A metodologia aplicada foi de rede Simplex com 10 amostras. Para realização do ensaio, as quantidades de água foram mantidas constantes para todas as amostras e as quantidades de areia, cimento e dregs foram dosadas de acordo com o programa experimental de linearização Simplex-Lattice. Como resultado, após diversas restrições, foram adotadas taxas de substituição de 5 a 12% de cimento, 81 a 88% de areia e 7 a 14% de dregs em relação à massa seca da argamassa. Para essas condições, o índice de consistência (*flow-table*) ficou entre 182 e 310 mm. Apesar dessa variação significativa, eles continuaram variando os teores de apenas três componentes, mantendo os restantes fixos.

Com o desenvolvimento de equações de linearização, que serve para mapear qual matéria-prima influenciou mais em cada propriedade, foi constatado que o cimento é o mais influente nas resistências à compressão e à tração na flexão. Logo, o aumento da quantidade de cimento causa ganho de resistência mecânica. Por outro

lado, as areias e os dregs tiveram pouca influência nessas propriedades. Além disso, concluíram que a relação dregs e areia é sinérgica, ou seja, a substituição de areia por dregs provoca aumento na resistência. Para o ensaio de absorção de água, misturas com maior quantidade de dregs apresentaram maior capilaridade, podendo ser um fator negativo para aplicação em argamassas de revestimento externo. Em relação à absorção de água, dregs e areia apresentaram comportamentos similares.

Ademais, foi constatado que o emprego de dregs possui pouco impacto na massa específica aparente. Logo, aumentando a quantidade de dregs é possível produzir uma argamassa mais leve, podendo ter boa utilidade, dependendo do tipo de aplicação. Por outro lado, foi constatado, durante o controle tecnológico, que o aumento da quantidade de dregs na mistura reduz consideravelmente a resistência à compressão e à flexão da argamassa.

Concluiu-se, portanto, que o uso de dregs em argamassa é plausível, dentro das limitações impostas na pesquisa. No entanto, a quantidade de resíduo deve ser moderada.

Torres *et al.* (2020) estudaram a viabilidade técnica da incorporação de dregs e grits em clínquer de cimento Portland. A caracterização física, química, mineralógica e microscópica dos materiais mostrou que os três compostos analisados apresentaram elevadas quantidades de óxido de cálcio: cerca de 64,6% para o clínquer, 68,9% para os dregs e 83,4% para os grits. Os dregs apresentaram maior teor de trióxido de enxofre e óxido de magnésio, podendo conferir maior expansão ao cimento, ou seja, condições desfavoráveis.

Os dregs apresentaram, no ensaio de termogravimetria, perda inicial de 13% de água adsorvida e desidratação do sulfato de cálcio. Em 500°C houve um evento endotérmico, provavelmente causado pela desidrolização do sulfato de cálcio e do hidróxido de cálcio. A perda final de peso foi em 683°C, devida à decomposição do carbonato de cálcio e do carbonato de magnésio. Os grits perderam 2% de água adsorvida e perda de aproximadamente 40% entre 600 e 800°C, que também está relacionada à decomposição do carbonato de cálcio, formando óxido de cálcio.

Foi constatado que os dois materiais, dregs e grits, não possuem atividade pozolânica; porém, isto não atrapalha a reatividade do cimento. Por outro lado, de acordo com os ensaios, a massa específica dos dregs e grits, acima de 3 g/cm³, permitem uma mistura eficiente com o clínquer. Ademais, o elevado valor de superfície

específica de ambos os resíduos favorece o preenchimento de vazios, ou seja, podem ser utilizados como fíler.

Os resultados dos ensaios mostraram tendência de aumento da resistência à compressão com o aumento da quantidade de dregs e grits. Por outro lado, a incorporação dos resíduos não teve efeito significativo no módulo de elasticidade em relação à referência.

Em conclusão, a caracterização física e química mostrou elevado potencial de uso de dregs e grits em substituição ao clínquer na produção de cimento Portland, com proporções de substituição de 2,5; 5,0; 7,5 e 10%. Mesmo com a substituição, os produtos finais alcançaram os requisitos mínimos definidos de resistência à compressão e de módulo de elasticidade prescritos em norma.

2.9 Considerações finais

Os estudos apresentados no item anterior mostram que as pesquisas focaram na substituição parcial de cimento e/ou areia por dregs, em baixos teores. Verificou-se que, na literatura técnica, não existem trabalhos relacionados à substituição, parcial ou total, da cal hidratada por dregs na produção de argamassas. A escassez de trabalhos na literatura sobre o tema, bem como a composição química do dregs e a possibilidade de reaproveitamento de um resíduo sólido, motivaram o presente estudo.

De acordo com a revisão bibliográfica apresentada, é possível concluir que:

- o processo de produção da cal hidratada apresenta elevada geração de gases poluentes;
- a indústria brasileira de celulose, a segunda maior do mundo, é responsável pela geração de grandes quantidades de dregs durante o ano todo, as quais são, de um modo geral, dispostas em aterros sanitários;
- a presença de cal virgem nos dregs é um fator determinante, visto que é a matéria-prima para a produção da cal hidratada;
- tanto a redução da emissão gasosa na produção da cal hidratada, como o reaproveitamento e reciclagem de resíduos sólidos são fundamentais, visando um desenvolvimento sustentável.

3. PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental foi desenvolvido com o propósito de alcançar os objetivos desta dissertação. Assim, um programa experimental foi idealizado com as seguintes etapas:

- caracterização das matérias-primas constituintes das argamassas confeccionadas;
- definição do melhor tipo de cura e da melhor argamassa com substituição em relação ao desempenho mecânico;
- avaliação tecnológica da argamassa selecionada em comparação à de referência e às classificações de algumas argamassas comerciais;
- caracterização das argamassas por diferentes técnicas analíticas para justificar os resultados obtidos nos ensaios mecânicos.

Todos os ensaios desta pesquisa foram realizados no Laboratório de Engenharia Civil (LECIV), Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV), e Laboratório de Ciências Ambientais (LCA) da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF). A Figura 3.1 mostra o fluxograma dos ensaios realizados no programa experimental do presente estudo.

O programa experimental foi planejado considerando inicialmente uma matriz 1x2, compondo-se de dois tipos de argamassa: de referência (com cal hidratada) e a outra com substituição total da cal hidratada por dregs. Esse planejamento foi pré-definido por causa do viés desta pesquisa - desempenho mecânico com o teor máximo de substituição. Caso o desempenho mecânico da argamassa com dregs não fosse próximo ao da argamassa de referência, seria feita a redução, em ordem decrescente, do teor de substituição da cal pelo dregs a cada 25%, o que não foi necessário.

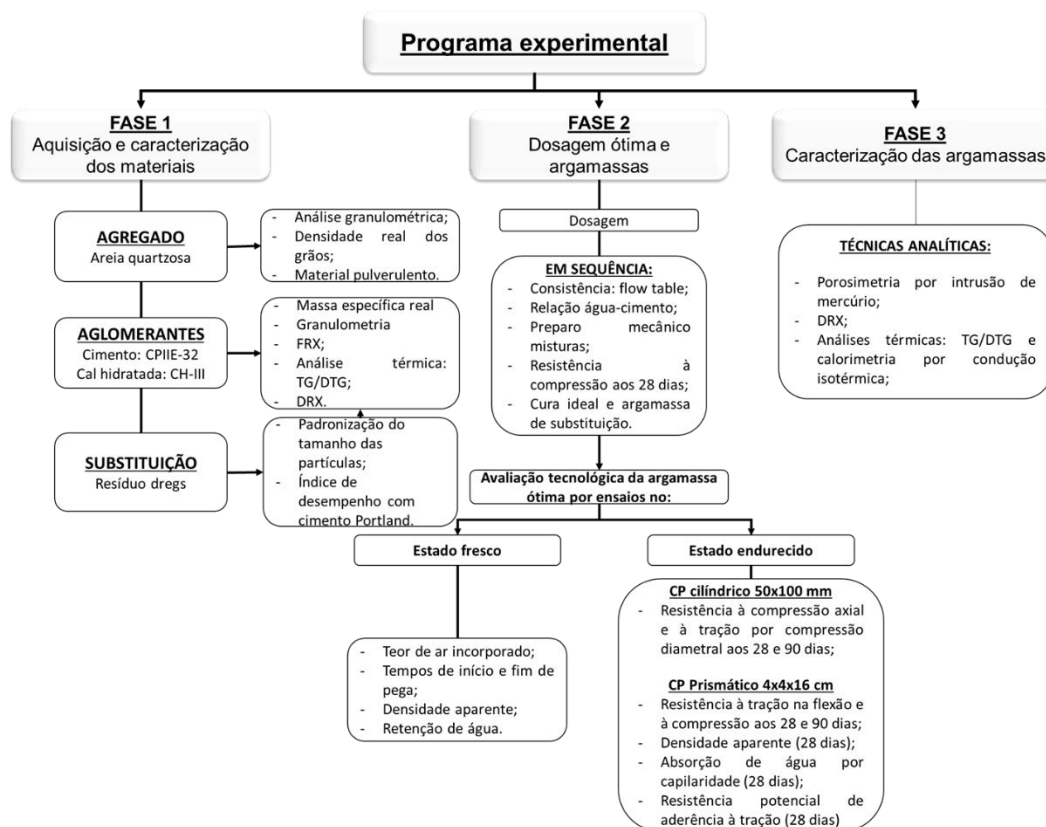


Figura 3.1: Fluxograma do programa experimental.

3.1 Materiais

A parte do programa experimental destinada à caracterização das matérias-primas foi planejada com o intuito de se conhecer as propriedades dos constituintes influentes no desempenho mecânico dos produtos obtidos.

3.1.1 Cimento Portland

O cimento Portland utilizado foi o CPIIE-32 - cimento Campeão, do grupo CNC® (Companhia Nacional de Cimento), com resistência à compressão de 32 MPa aos 28 dias. O principal motivo para a escolha dessa classe de cimento foi pelo fato deste ser o mais utilizado nas obras da região do presente trabalho.

O cimento, assim que adquirido, foi retirado da embalagem original, uma vez que essa não é totalmente à prova da umidade presente no ar atmosférico. Assim, foram separadas porções de cimento em diversos sacos plásticos hermeticamente

fechados, os quais foram armazenados dentro de bombonas plásticas vedadas, localizadas em ambiente de laboratório, que é coberto e seco.

Esses cuidados visaram evitar a hidratação precoce do cimento, aumentando a vida útil do aglomerante, não sendo necessário adquirir novos sacos de cimento ao longo da pesquisa, ou seja, utilizou-se o mesmo lote de fabricação e, portanto, o cimento não foi uma variável de projeto. Esses procedimentos foram adotados conforme as recomendações de Scrivener (2017).

3.1.2 Cal hidratada

A cal hidratada utilizada foi da classe CH-III, da marca SuperCal, da fabricante Ical[®]. Essa classe foi escolhida por também ser a mais utilizada na região desta pesquisa e ter preço mais baixo entre os outros tipos de cal (CH-I e CH-II) Assim como o cimento Portland, a cal hidratada também foi armazenada conforme procedimentos descritos no item anterior.

3.1.3 Dregs

O resíduo da indústria de celulose utilizado foi cedido pela indústria nipo-brasileira CENIBRA[®], localizada no município de Belo Oriente-MG. O resíduo foi coletado por terceiros nos pontos de descarga da planta industrial. As amostras foram lacradas em sacos plásticos transparentes e despachadas em bombonas plásticas vedadas, para o LECIV-UENF, onde foram estocadas em local coberto, seco e fechado.

3.1.3.1 Padronização do resíduo

O resíduo foi recebido em estado bruto: úmido, aglomerado e com distribuição do tamanho de partículas não uniforme (Figura 3.2). As amostras foram coletadas de três bombonas distintas e homogeneizadas. O material homogeneizado foi colocado em estufa para secagem a 105°C durante 24 horas, até a constância de massa. Após a secagem, a umidade do dregs aferida era de 34,2%.

Essa elevada umidade é explicada pelo processo de eliminação dos dregs do processo de produção da celulose, ou seja, lavagem e retirada do sistema por filtro rotativo, como explicado no item 2.7. O resultado obtido é coerente, uma vez que na literatura técnica há relatos de umidade variando entre 32,5 até 57% nesse resíduo (Quina e Pinheiro, 2020; Rodrigues *et al.*, 2016).



Figura 3.2: Resíduo dregs como recebido.

O produto obtido após a secagem possui ainda coloração escura e se assemelha a torrões de partículas finas aglomeradas; porém, friáveis, isto é, reduzem-se a pó com facilidade (Figura 3.3.a). Para melhor aproveitamento do resíduo, este foi destorroado em gral e pistilo de porcelana de alta resistência. O material destorroado foi passado na peneira ABNT n.º 200 (abertura de 0,075 mm), como mostra a Figura 3.3.b.



(a)



(b)

Figura 3.3: Resíduo dregs - (a) após secagem; (b) passado na peneira n.º 200.

Esse procedimento de passagem na malha de 75 μm foi necessário para eliminar possíveis impurezas e, também, normalizar o tamanho das partículas dos dregs em relação ao da cal hidratada. Essa normalização foi realizada para que as duas matérias-primas apresentassem propriedades físicas semelhantes, visto que materiais que possuem distribuição granulométrica próxima entre si tendem a influenciar, devido à compacidade dos grãos, de maneira semelhante as propriedades nos estados fresco e endurecido das argamassas.

3.1.3.2 Índice de desempenho com cimento Portland

O índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias foi realizado para verificar a possível reatividade dos dregs e, assim, classificá-lo como material pozolânico. Tal índice foi determinado de acordo com a NBR 5752 (ABNT, 2014) e classificado em função das exigências mínimas da NBR 12653 (ABNT, 2015). Já os procedimentos de mistura, moldagem, cura e determinação da resistência à compressão dos corpos de prova foram feitos de acordo com as recomendações da NBR 7215 (ABNT, 2019).

O valor encontrado para o dregs foi de 42%, que é menor do que o mínimo exigido (75%) para classificação como material pozolânico; portanto, o material não apresentou reatividade, ou seja, é considerado inerte. Essa constatação confirma o resultado obtido por Torres *et al.* (2020).

3.1.4 Granulometria a laser

A distribuição granulométrica da cal hidratada, do dregs e do cimento Portland foi determinada por meio de um analisador do tamanho de partículas por difração a laser. O ensaio foi realizado no LCA-UENF em um equipamento Shimadzu SALD-3101. O ensaio foi conduzido com as amostras suspensas em água destilada sob agitação a 1500 rpm e ultrassom durante 300 segundos. A quantidade de material foi obtida de modo que a obscuração apresentasse valor de 19%. O tempo de dispersão foi de 5 minutos.

A Figura 3.4 mostra as curvas granulométricas das matérias-primas. Como é possível observar, os dois materiais apresentaram comportamento similar, o que é

vantajoso, pois materiais com características físicas semelhantes tendem a possuir propriedades físicas próximas. A Tabela 3.1 relaciona o diâmetro das partículas nos decis D_{10} , D_{50} e D_{90} , que correspondem, respectivamente, aos diâmetros nos pontos de 10, 50 e 90% da curva granulométrica em relação à massa passante do material.

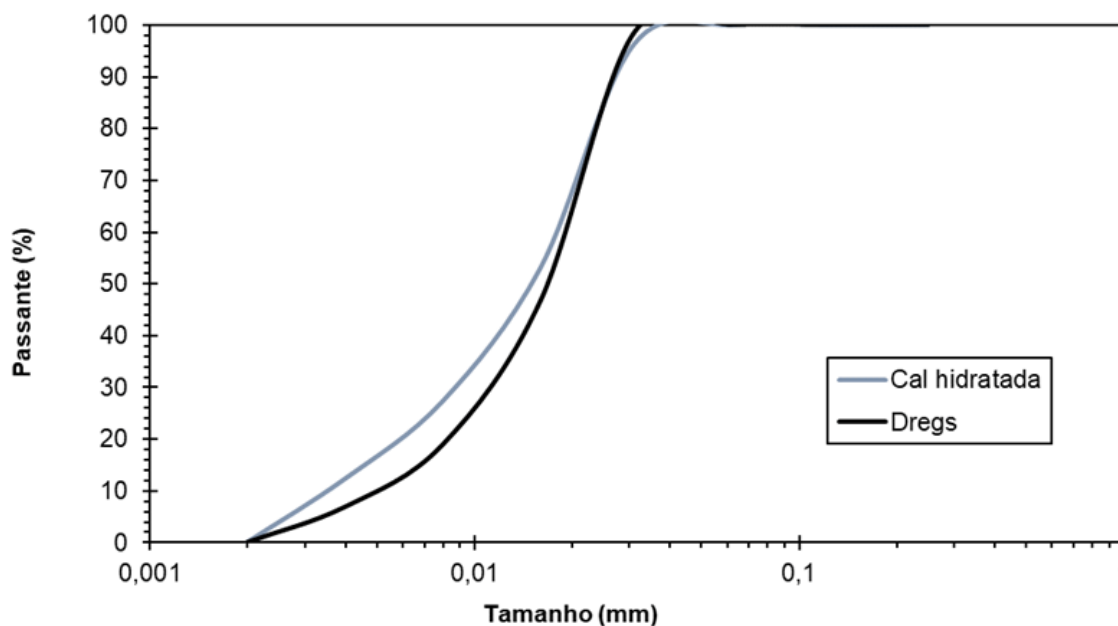


Figura 3.4: Distribuição granulométrica das matérias-primas.

Tabela 3.1: Diâmetro de partículas das matérias-primas, em μm .

Diâmetro (%)	CH-III	Dregs
D_{10}	3,6	5,0
D_{50}	16,1	17,8
D_{90}	27,5	24,76

3.1.5 Massa específica real

A massa específica real das matérias-primas (Tabela 3.2) foi determinada por meio do uso do frasco de Le Chatelier, de acordo com a metodologia prescrita pela NBR 16605 (ABNT, 2017). Este ensaio foi fundamental para a continuidade da presente pesquisa, visto que massa específica foi utilizada na determinação do volume ocupado por cada material na etapa de dosagem das argamassas.

Tabela 3.2: Massa específica real das matérias-primas.

Massa específica (g/cm³)		
CPIIE-32	CH-III	Dregs
2,96	2,43	2,47

3.1.6 Difração de raios X

A técnica de difração de raios X foi escolhida para identificar as principais fases cristalinas presentes nas matérias-primas utilizadas nesta pesquisa. Assim, o método permitiu fazer a caracterização mineralógica qualitativa dos materiais.

Os ensaios foram feitos no LECIV-UENF, em um difratômetro de pó modelo AXRD Benchtop da marca Proto Manufacturing® (Figura 3.5). Os difratogramas foram obtidos a partir de amostras com 10 mg de cada material, passantes na peneira ABNT n.º 200. A operação do equipamento foi na tensão de 40 kV, radiação Cu-K α com passo $2\theta = 0,0149^\circ$, em um intervalo entre os ângulos de Bragg (2θ) de 5 a 60° e velocidade de varredura de 15°/minuto.



Figura 3.5: Difratômetro de raios X AXRD Benchtop.

As fases cristalinas foram identificadas (Figura 3.6) por meio da comparação dos difratogramas das amostras com o banco de dados fornecido pelo programa de identificação de fases da Crystal Impact® (Match!, 2022).

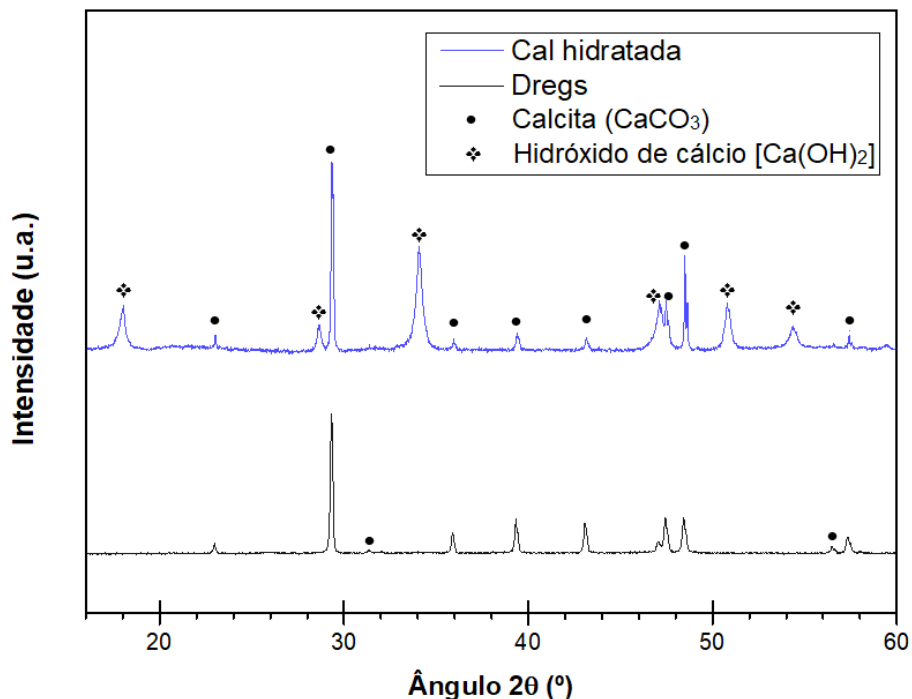


Figura 3.6: Difratoogramas de raios X da cal hidratada CH-III e do dregs.

Na Figura 3.6 pode-se observar que a cal hidratada utilizada é calcítica, visto que não foram encontrados picos cristalinos referentes à dolomita $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$. A sua composição mineralógica foi basicamente calcita e hidróxido de cálcio cristalino. Para o resíduo dregs, a única fase cristalina identificada foi a calcita, confirmando os resultados obtidos no item 3.1.3.2.

3.1.7 Fluorescência de raios X

A composição química, em termos de percentuais de óxidos, das matérias-primas foi obtida pela técnica de espectroscopia por fluorescência de raios X (FRX) em um equipamento da marca Shimadzu, modelo EDX720 (Figura 3.7), com alvo de ródio (Rh) e 3 kW de potência. A técnica foi realizada no LECIV-UENF utilizando-se 15 mg de cada matéria-prima. Além dessa técnica, as amostras (Figura 3.8) foram submetidas ao ensaio de perda ao fogo em forno mufla à temperatura de 950°C, de acordo com as prescrições da NBR NM 18 (ABNT, 2004).



Figura 3.7: Equipamento de espectroscopia por fluorescência de raios X.



Figura 3.8: Cadinhos de porcelana pós-calcinação - da esquerda para a direita: CPIIE-32, dregs e CH-III.

A Tabela 3.3 relaciona a composição química, em termos de óxidos, das matérias-primas, bem como suas respectivas perdas ao fogo. Verifica-se que a concentração de CaO no dregs é significativa e superior às encontradas na literatura (Tabela 2.3), diferença essa atribuída à fonte do resíduo, à técnica utilizada na análise, bem como no preparo da amostra. Já o resultado de perda ao fogo do dregs está de acordo com a literatura, variando de 38,5 a 42,80% (Tabela 2.3).

Tabela 3.3: Análise química das matérias-primas por FRX (% em peso).

Óxidos	CPIIE-32	CH-III	Dregs
CaO	70,0	93,75	90,53
MgO	-	-	-
SiO ₂	17,48	1,66	3,13
Al ₂ O ₃	5,91	-	-
Fe ₂ O ₃	2,08	1,30	1,69
Na ₂ O	-	-	-
K ₂ O	0,69	1,73	0,75
P ₂ O ₅	-	-	-
TiO ₂	0,45	-	0,30
MnO	0,24	< 0,05	1,04
SO ₃	2,88	1,19	1,97
Cr ₂ O ₃	-	-	0,15
ZrO ₂	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Perda ao Fogo	6,0	28,0	42,3

3.1.8 Termogravimetria

A termogravimetria (TG) é a técnica analítica que mede a variação de massa da amostra sob atmosfera controlada e variação de temperatura, permitindo identificar as fases presentes em determinado material.

A TG foi realizada nas matérias-primas em um equipamento modelo TGA Q5000 da marca TA Instruments (Figura 3.9), localizado no LAMAV-UENF. Foram obtidas a partir de amostras de aproximadamente 10 mg do material (passante na peneira ABNT n.º 200), que foram armazenadas em dessecador até a realização do ensaio. Tais amostras, sob atmosfera de nitrogênio, foram aquecidas na faixa de temperatura de 30 a 870°C, com taxa de aquecimento de 15°C/minuto.



Figura 3.9: Equipamento para técnica de termogravimetria.

As Figura 3.10 e Figura 3.11 mostram as curvas termogravimétricas (TG) e suas respectivas diferenciais (DTG) para a cal hidratada CH-III e para o resíduo dregs, respectivamente.

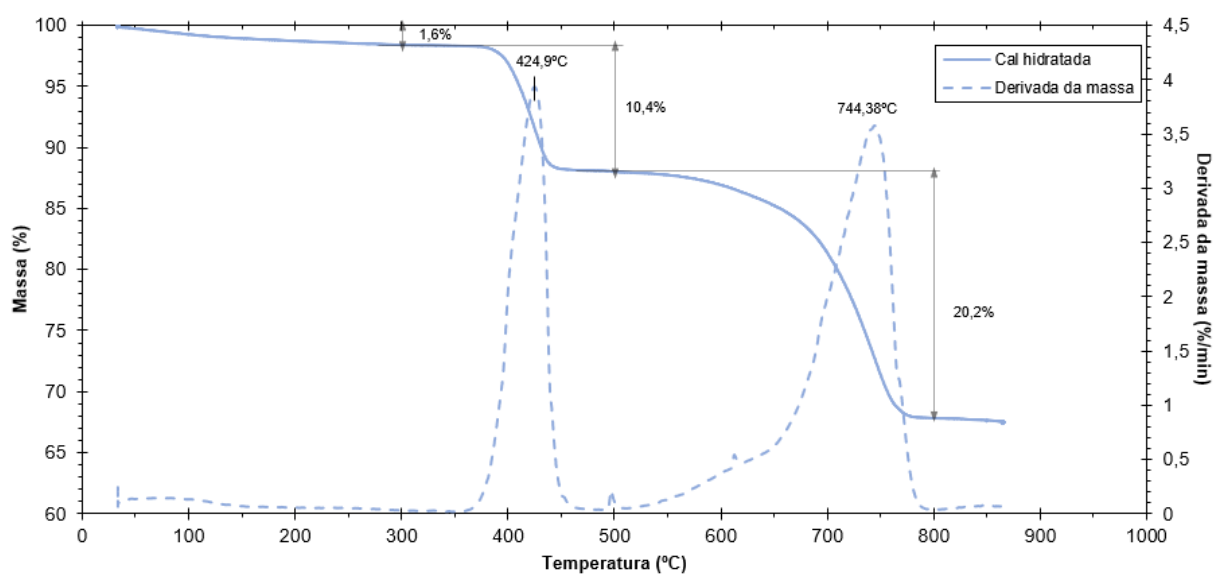


Figura 3.10: Curvas TG e DTG da CH-III.

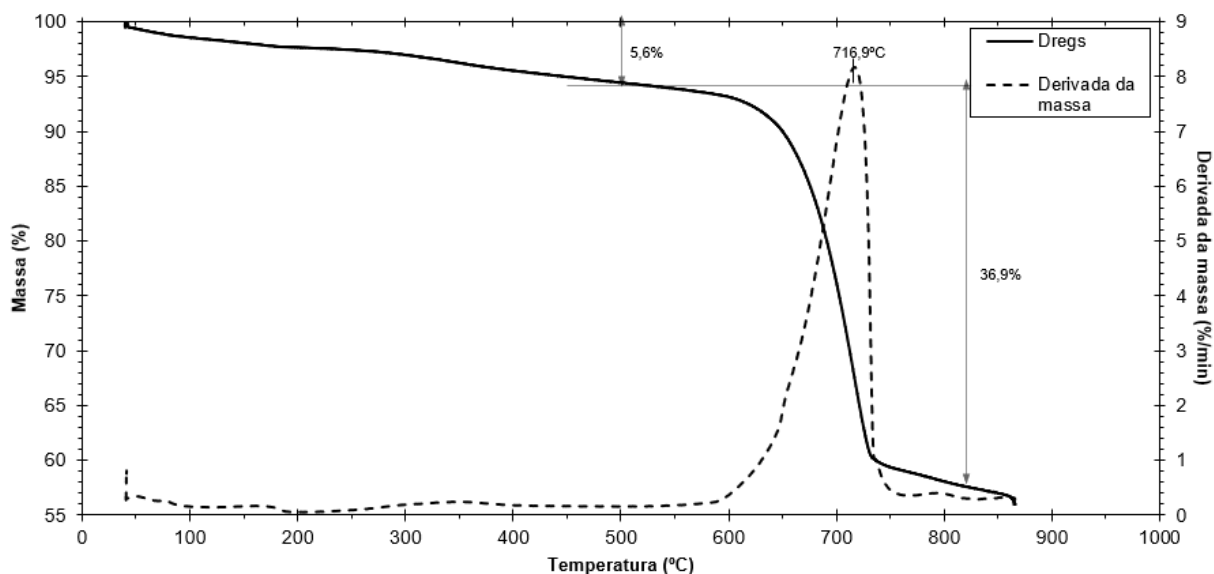
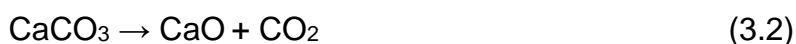


Figura 3.11: Curvas TG e DTG do dregs.

Na Figura 3.10 pode-se perceber dois picos principais para a cal hidratada. O primeiro (424,9°) referente à desidroxilação do hidróxido de cálcio $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, com perda de massa de 10,4% (Equação 3.1). E o segundo pico (744,38°C) atribuído à descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO_3), com perda de massa de 20,2% (Equação 3.2).



Já na Figura 3.11 é possível observar apenas um pico característico à decomposição do CaCO_3 , como mostra a Equação 3.2, o qual já era esperado e está coerente com o item 3.1.6: a técnica de DRX apontou a presença predominante desta fase cristalina no dregs. Além disso, conclui-se que a elevada perda de massa do dregs não se deve apenas à matéria orgânica presente no resíduo, mas principalmente ao processo de descarbonatação do carbonato de cálcio, como apontado pela perda de massa de 36,9%. Esta constatação vai ao encontro do trabalho de Kinnarinen *et al.* (2016).

3.1.9 Agregado miúdo

O agregado miúdo utilizado foi areia quartzosa extraída do rio Paraíba do Sul, no município de Campos dos Goytacazes-RJ. A escolha deste agregado foi baseada na grande disponibilidade desse material na região.

A areia foi adquirida no mercado local, sendo lavada para retirada de impurezas e, posteriormente, foi seca em estufa a 105°C por, no mínimo, 48 horas para garantir que não houvesse umidade no agregado. Em seguida, a areia foi armazenada em sacos fechados hermeticamente, estocados em local seco, coberto e fechado.

A areia, antes de sua utilização, foi passada na peneira ABNT n.º 16 (abertura igual a 1,18 mm). O agregado miúdo foi padronizado a fim de eliminar possíveis corpos estranhos em sua composição, bem como para que não interferisse nas propriedades tecnológicas das argamassas produzidas. A areia homogeneizada foi caracterizada fisicamente por meio dos ensaios mostrados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4: Características físicas do agregado miúdo.

Propriedades	Metodologia	Resultados
Módulo de finura		2,13
Diâmetro máximo característico (mm)	NBR NM 248 (ABNT, 2003)	1,18
Massa específica (g/cm ³)	NBR 6457 (ABNT, 2016)	2,63
Material pulverulento (%)	NBR NM 46 (ABNT, 2003)	1,16

Verifica-se que o módulo de finura obtido foi menor do que 2,40. Portanto, a areia é classificada como fina. Ademais, é viável o uso da areia escolhida, visto que se localiza entre os limites da faixa granulométrica utilizável, conforme a NBR 7211 (ABNT, 2009), além de estabelecer a quantidade máxima de material pulverulento (3%), que é maior do que o valor encontrado (1,16%).

A Figura 3.12 mostra a curva granulométrica obtida por peneiramento (ABNT NBR NM 248, 2003), assim como os limites estabelecidos para zona utilizável, de acordo com a NBR 7211 (ABNT, 2009).

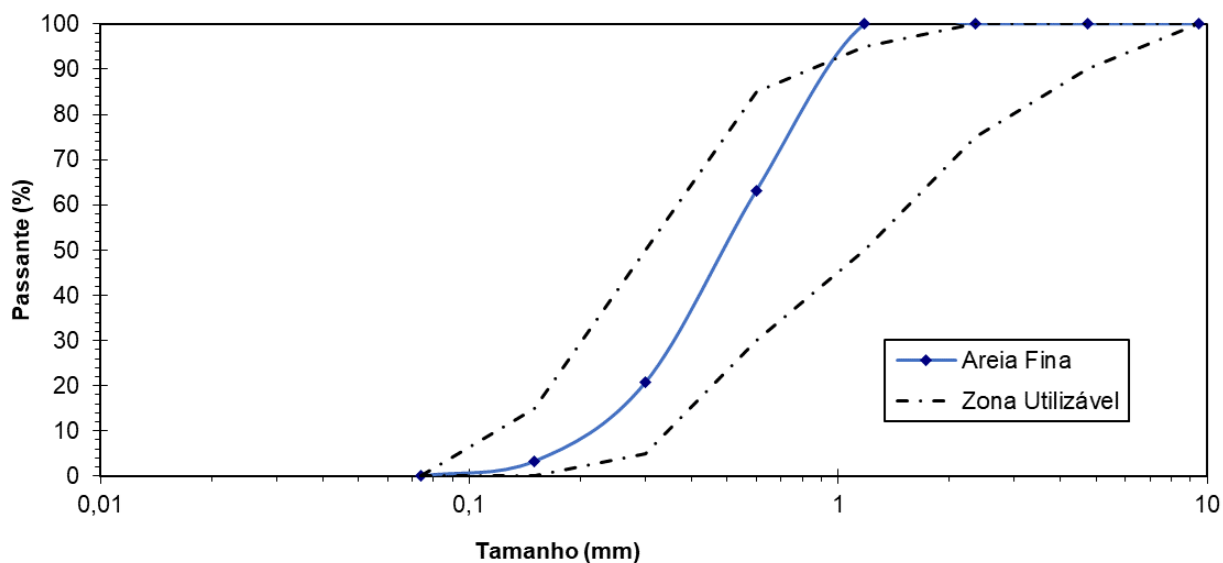


Figura 3.12: Distribuição do tamanho de partículas do agregado miúdo.

3.1.10 Água

A água utilizada no programa experimental do presente estudo foi fornecida pela rede pública de abastecimento de água do município de Campos dos Goytacazes-RJ.

3.2 Métodos

As argamassas idealizadas inicialmente possuíam substituição, parcial e total, da cal hidratada por dregs, além da argamassa de controle, sem substituição. A proporção adotada foi de 1:1:5 (cimento:cal hidratada:areia), que é considerada intermediária entre as dosagens rica (1:1:3,5) e pobre (1:1:6,5), sendo bastante utilizada no Brasil (FIORITO, 2009).

Nesta pesquisa optou-se pela escolha da argamassa de melhor desempenho mecânico e mais sustentável possível. Essa decisão sustentável foi embasada visando a redução do consumo da cal hidratada na produção de argamassas e, conseqüentemente, diminuição da extração e calcinação de calcário para a obtenção da cal hidratada, ou seja, utilização da maior quantidade possível do resíduo dregs em substituição à cal e, por conseguinte; diminuição da disposição deste resíduo em aterros sanitários. Assim, iniciou-se o programa experimental com duas argamassas:

a de controle, 0% de substituição, e a com substituição total de cal hidratada por dregs (100%). Caso não fosse possível a substituição total, em função do desempenho mecânico do produto obtido, as porcentagens de substituição de cal hidratada por dregs seriam reduzidas, decrescentemente, a cada 25%. Essas argamassas foram identificadas da seguinte forma:

- de controle - AC100;
- com dregs - ADx, em que x = 100%, 75%, 50% ou 25%.

Sob este prisma, o programa experimental teve início com as argamassas AC100 e AD100, cuja quantidade de água de cada dosagem foi obtida por meio do ensaio de índice de consistência padrão. Assim, foram moldados três corpos de prova cilíndricos com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura para cada dosagem, os quais foram submetidos a dois diferentes métodos de cura: ambiente de laboratório e submersa em água saturada com cal hidratada. Os corpos de prova foram ensaiados à compressão axial aos 28 dias, determinando-se, desta maneira, o desempenho mecânico de ambas. Posteriormente, as argamassas de referência e a de melhor desempenho mecânico com dregs foram avaliadas quanto às propriedades tecnológicas nos estados fresco e endurecido. Por fim, foram utilizadas técnicas analíticas para compreender as diferenças e/ou semelhanças nas propriedades físicas, químicas e mecânicas das argamassas avaliadas.

3.2.1 Preparo das argamassas

A quantidade de materiais constituintes de cada argamassa foi determinada de acordo com a dosagem adotada. Em função das diferentes massas específicas da cal hidratada e do dregs (item 3.1.5) optou-se por fixar o volume no cálculo das quantidades de material de cada dosagem. Logo, a correção foi feita considerando que o volume ocupado pelo dregs deveria ser igual ao da cal hidratada ($V_{dregs} = V_{cal}$). Desta forma, a quantidade de resíduo foi calculada a partir da relação entre as massas específicas, conforme a Equação 3.3.

$$m_{dregs} = m_{cal} \cdot \left(\frac{\gamma_{dregs}}{\gamma_{cal}} \right) \quad (3.3)$$

em que,

m_{dregs} é a massa de dregs, em g;

m_{cal} é a massa de cal hidratada, em g;

γ_{dregs} é a massa específica real do dregs, em g/cm³;

γ_{cal} é a massa específica real da cal hidratada, em g/cm³.

Todas as argamassas foram produzidas em ambiente de laboratório (23°C) e foram feitas de acordo com as recomendações da NBR 7215 (ABNT, 2019), que orienta os procedimentos da mistura, a saber:

Os materiais finos (adição e/ou aglomerante) são homogeneizados em um saco plástico antes de serem colocados no misturador de bancada. Todo o material homogeneizado é colocado na cuba e adiciona-se toda a água e, neste momento, o cronômetro é acionado. A mistura desses materiais é feita em velocidade baixa durante 30 segundos. Decorrido este tempo, adiciona-se gradualmente, durante 30 segundos, a quantidade total de areia. Após a introdução do agregado miúdo, imediatamente, muda-se o misturador para velocidade alta durante 30 segundos. Logo depois, para-se o misturador por 90 segundos. No decorrer deste intervalo, nos primeiros 30 segundos, a pá do misturador é retirada e, então, raspa-se toda superfície da cuba e da pá do misturador com auxílio de espátula de aço inox, e nos 60 segundos restantes a mistura é mantida em repouso. Em seguida, o misturador é acionado em velocidade alta por mais 60 segundos. A Figura 3.13 mostra o misturador de bancada utilizado no preparo de todas as argamassas.



Figura 3.13: Misturador de bancada.

A NBR 13276 (ABNT, 2016) norteia os procedimentos necessários para determinação do índice de consistência da argamassa (*flow table test*). Esse ensaio compôs-se na introdução da argamassa no molde tronco-cônico, o qual possuía 12,5 cm e 8 cm de diâmetro de base e topo, respectivamente, e 6,5 cm de altura. Tal molde foi posicionado na região central da mesa para índice de consistência. Em seguida, foi preenchido em três camadas sucessivas de mesma altura. Para cada camada, foram aplicados golpes manuais, com soquete padrão, uniformemente distribuídos ao longo do perímetro, sendo aplicados 15 golpes na primeira, 10 golpes na segunda e 5 golpes na terceira. Rasou-se o excesso de argamassa do molde com auxílio de uma régua metálica. O molde, em seguida, foi retirado verticalmente e a argamassa foi submetida a 30 golpes durante 30 segundos. Imediatamente após a última queda foi medido e registrado, com auxílio da régua metálica, três diâmetros ao longo do perímetro, como mostra a Figura 3.14. O índice de consistência foi calculado a partir da média aritmética desses três diâmetros.



Figura 3.14: Espalhamento da argamassa AD100 na mesa para determinação do índice de consistência padrão.

O ensaio de *flow table* foi um processo de tentativa e erro que, a partir de cada tentativa, foi gerado um valor de espalhamento, o qual foi analisado criticamente para ajustar a nova quantidade de materiais e água, até que fosse obtido o valor de média de espalhamento da argamassa igual a (260 ± 5) mm, como estabelecido pela NBR 13276 (ABNT, 2016). Quando o índice de consistência da argamassa atingiu esse valor, fez-se o registro da relação água/materiais secos (a/ms). Esta relação final foi utilizada na dosagem de cada argamassa, a fim de obter um espalhamento de argamassa padrão para todas as misturas feitas. A Tabela 3.5 relaciona os valores de espalhamento e a relação água/materiais secos para as duas dosagens.

Tabela 3.5: Resultados ensaio *flow table*.

Composição	Espalhamento (mm)	a/ms
AC100	261	0,61
AD100	263	0,77

No ensaio *flow table* o volume calculado foi de 653,95 cm³, considerando 20% de perda. Assim, o somatório do volume de todos os materiais foi igual ao volume calculado para o ensaio. A Tabela 3.6 mostra a quantidade de cada material utilizado nas composições, em gramas.

Tabela 3.6: Quantidade de materiais das argamassas, em gramas.

Composição	CPIIE-32	CH-III	Dregs	Areia	Água
AC100	169,40	169,40	0	846,98	204,97
AD100	155,56	0	172,18	777,80	251,40

3.2.2 Determinação da argamassa com substituição

Como medida de avaliação do desempenho mecânico da argamassa e, desta forma, verificar a viabilidade da substituição total da cal hidratada por dregs em comparação à argamassa de referência (AC100), determinou-se a resistência à compressão aos 28 dias em corpos de prova cilíndricos com 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura (Figura 3.15). Além disso, também foi avaliada a influência de dois tipos de cura: ambiente de laboratório e submersa em água saturada com cal hidratada. Os procedimentos de preparo, lançamento e adensamento das argamassas foram feitos conforme NBR 7215 (ABNT, 2019), a qual norteia a metodologia para determinação de resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos.



Figura 3.15: Corpos de prova cilíndricos das argamassas AC100 (à esquerda) e AD100 (à direita).

Para cada composição foram moldados 6 corpos de prova: 3 foram submetidos à cura em temperatura ambiente de laboratório (23°C) e 3 em cura submersa em água saturada com cal. As desmoldagens foram feitas após 24 horas da moldagem. Os corpos de prova destinados à cura submersa foram identificados e imersos, separados entre si no tanque de água e cal hidratada, onde permaneceram até a data de ruptura (Figura 3.16a). A água saturada foi renovada quinzenalmente, tomando-se o cuidado de manter os corpos de prova submersos durante todo o processo de renovação. Já aqueles destinados à cura em laboratório foram desmoldados após 24 horas, identificados e colocados em local coberto, seco e fechado (Figura 3.16b).

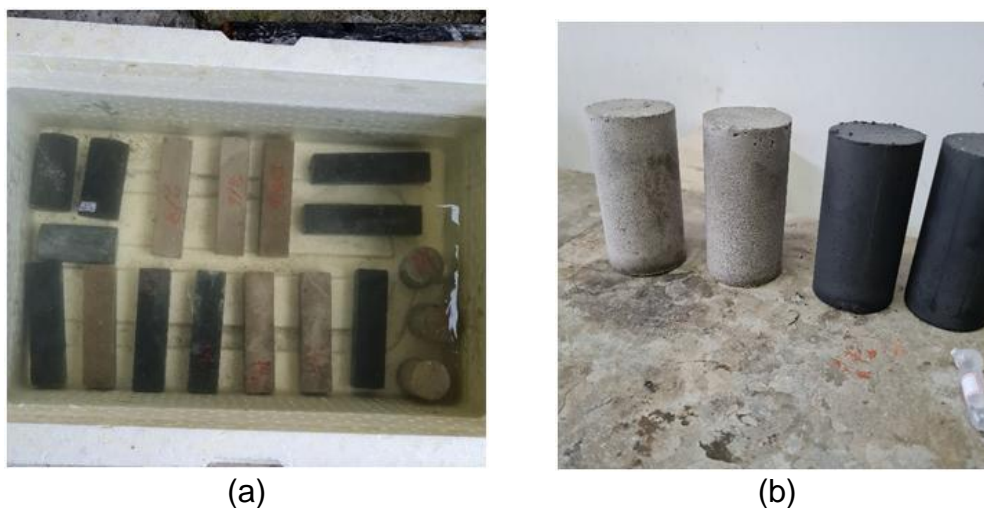


Figura 3.16: Tipos de cura - (a) submersa; (b) ambiente de laboratório.

Todos os corpos de prova foram rompidos à compressão no LECIV-UENF, em uma prensa hidráulica da marca SOLOTEST® com capacidade de 1000 kN e velocidade de carregamento de 0,30 MPa por segundo. Com o objetivo de assegurar que a carga aplicada pela prensa fosse distribuída igualmente pela superfície do corpo de prova, utilizou-se pratos metálicos, contendo discos elastoméricos confinados de dureza Shore 70 com dimensões de 51 mm de diâmetro e 10 mm de espessura (Figura 3.17). Os pratos foram posicionados em cada face do corpo de prova. Esse capeamento permitiu que os discos de neoprene se deformassem no carregamento inicial, conformando-se às extremidades do corpo de prova. Os pratos metálicos, por sua vez, impediram a deformação excessiva dos discos. Esse procedimento de capeamento não permanente dos corpos de prova foi feito de acordo com a ASTM

C1231 (2016). A Figura 3.18 mostra o corpo de prova posicionado na prensa hidráulica no início do ensaio.



Figura 3.17: Pratos metálicos com os discos de neoprene confinados.



Figura 3.18: Corpo de prova posicionado na prensa hidráulica para o ensaio de compressão.

O cálculo da resistência à compressão foi feito a partir do uso da Equação 3.4.

$$R_c = \frac{F_c}{625 \cdot \pi} \quad (3.4)$$

em que,

R_c é a resistência à compressão axial, em MPa;

F_c é a força de compressão aplicada pela prensa manual, em N;

$625 \cdot \pi$ é a área da seção transversal do corpo de prova, em mm.

3.2.3 Propriedades tecnológicas das argamassas

As argamassas AC100 e AD100 foram submetidas aos ensaios prescritos pelas seguintes normas: NBR NM 47 (ABNT, 2002), NBR 13281 (ABNT, 2005), NBR 7222 (ABNT, 2011), NBR 16607 (ABNT, 2018), NBR 7215 (ABNT, 2019). Esses ensaios foram fundamentais para classificar o produto obtido no que diz respeito aos requisitos comerciais, bem como avaliar sua viabilidade tecnológica para diferentes aplicações.

Todas as misturas foram preparadas de acordo com o item 3.2.1 em ambiente de laboratório. Os ensaios foram divididos em dois grandes grupos, a saber: no estado fresco e no estado endurecido.

3.2.3.1 Estado fresco

Os ensaios que foram realizados nas argamassas no estado fresco e as respectivas normas utilizadas foram:

- teor de ar incorporado - EN 1015-7 (CEN, 1999);
- determinação dos tempos de pega - NBR 16607 (ABNT, 2017);
- densidade de massa aparente no estado fresco - NBR 13278 (ABNT, 2005);
- retenção de água - NBR 13277 (ABNT, 2005).

Teor de ar incorporado

A pasta de cimento é composta por sólidos e diferentes tipos de vazios, os quais têm importante influência nas propriedades do material. Dentre os vazios presentes, tem-se os espaços interlamelares no C-S-H, os vazios capilares e o teor de ar incorporado. Este último, geralmente, é o maior dentre os vazios na pasta de cimento, sendo capaz de afetar negativamente as propriedades mecânicas.

O teor de ar incorporado corresponde à quantidade de bolhas de ar na argamassa em seu estado fresco durante o processo de mistura e adensamento. A trabalhabilidade e consistência da argamassa são fortemente influenciadas por essa propriedade. Assim, quanto maior for o teor de ar incorporado, melhor será a trabalhabilidade. Este comportamento é causado pelas bolhas de ar aprisionadas na

mistura que agem como agentes lubrificantes entre os materiais que compõem a argamassa, melhorando a uniformidade e a capacidade de mistura; em outras palavras, a mistura tende a organizar-se melhor durante sua aplicação. Ademais, é um parâmetro que tem relação com a porosidade; portanto, influencia diretamente a resistência mecânica (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

O teor de ar incorporado foi determinado pelo método pressiométrico em argamassa, de acordo com a metodologia da norma europeia EN 1015-7 (CEN, 1999).

A argamassa recém preparada foi introduzida no recipiente em quatro camadas, compactando-as manualmente com 10 golpes cada uma, com auxílio de um soquete. Após, foi feito o rasamento da superfície para retirada do excesso de argamassa, deixando o topo da argamassa nivelado à borda do recipiente. A tampa do medidor foi lacrada e a válvula principal de entrada de ar entre o recipiente e a câmara de ar foi fechada, com o objetivo de retirar o ar presente no sistema. Essa retirada foi feita por meio de adição de água pela válvula à esquerda (Figura 3.19) até a expulsão completa do ar interno pela válvula à direita (em forma de bengala), isto é, quando sair água continuamente por essa. Após esse procedimento, ambas as válvulas foram fechadas e o ar foi adicionado na câmara com o auxílio de uma bomba manual, até a estabilização da pressão interna do sistema. Neste momento, o botão de teste foi pressionado para fazer a leitura direta do teor de ar incorporado no manômetro analógico.



(a)



(b)

Figura 3.19: Medidor do teor de ar incorporado - (a) após nivelamento do recipiente; (b) durante aplicação da pressão de ar.

Determinação dos tempos de pega

Os tempos de início e fim de pega para as pastas contendo cal hidratada, dregs e sem adição (apenas cimento e água) foram determinados de acordo com a NBR 16606 (ABNT, 2017) e a NBR 16607 (ABNT, 2017). A primeira norma refere-se à preparação e determinação da pasta de consistência normal, além da forma de preenchimento dos moldes para o ensaio. A outra norma, refere-se ao ensaio em si.

Inicialmente, foi feito o ajuste do indicador para a marcação zero, de modo que o aparelho de Vicat fosse calibrado para a placa-base utilizada. O ensaio consistiu na medição periódica da penetração da agulha de Vicat na pasta.

O tempo de início de pega foi o intervalo entre o início do ensaio (contato água e cimento) e quando o aparelho marcou a distância entre a agulha e a placa-base de (6 ± 2) mm, com exatidão de 5 minutos. A primeira leitura do ensaio foi na primeira hora e as seguintes foram feitas a cada 10 minutos. Após determinado o início de pega, os intervalos de penetração da agulha foram expandidos para 30 minutos cada e o tempo de fim de pega foi obtido quando a agulha penetrou apenas 0,5 mm na pasta, com aproximação de 15 minutos. Em todas as leituras a agulha ficou penetrada na pasta por 30s. A Figura 3.20 mostra o aparelho de Vicat na determinação da consistência normal e na determinação dos tempos de início e fim de pega.



(a)



(b)

Figura 3.20: Aparado de Vicat - (a) consistência normal; (b) tempos de início e fim de pega.

Densidade de massa no estado fresco

O ensaio para determinação da densidade de massa no estado fresco seguiu os procedimentos da NBR 13278 (ABNT, 2005).

Primeiro, foi registrada a massa do recipiente padrão vazio (m_v). Após, completou-se o recipiente com água destilada e pesou-se novamente. Com a diferença entre as massas dos recipientes, vazio e cheio, foi determinada a massa de água utilizada. A partir da densidade da água de 1 g/cm^3 , foi possível calcular o volume do recipiente (v_r), em cm^3 . Verificou-se que o recipiente possuía volume de 400 cm^3 . Após a determinação desse volume, a argamassa recém preparada foi introduzida em três camadas no recipiente calibrado. Em cada camada foram desferidos 20 golpes ao longo do perímetro do recipiente com o auxílio de uma espátula, tomou-se o cuidado para que essa não batesse com força no fundo do recipiente. Em seguida, foram efetuadas três quedas do recipiente de uma altura de 3 cm. Após as quedas, foi feito o rasamento do recipiente com espátula em duas passadas, ortogonais entre si e efetuou-se a pesagem e o registro da massa do recipiente com a argamassa (m_c), como mostra a Figura 3.21.



Figura 3.21: Recipiente calibrado para determinação da densidade de massa no estado fresco.

A densidade de massa aparente no estado fresco foi calculada pela Equação 3.5.

$$d = \frac{m_c - m_v}{v_r} 1000 \quad (3.5)$$

em que,

m_c é a massa do recipiente contendo a argamassa de ensaio, em g;

m_v é a massa do recipiente vazio, em g;

v_r é o volume do recipiente, em cm^3 ;

d é a densidade de massa da argamassa, no estado fresco, em kg/m^3 .

Retenção de água

Este ensaio serviu para calcular a quantidade de água incorporada à argamassa no estado fresco. Desta forma, avaliou-se a quantidade de água retirada pelo substrato nas primeiras idades da argamassa. A metodologia do ensaio é prescrita pela NBR 13277 (ABNT, 2005). Primeiramente, acoplou-se um papel-filtro, umedecido com água, no fundo do prato, o qual foi colocado sobre o funil de Büchner. Com a torneira fechada, acionou-se a bomba de vácuo, de modo que fosse aplicada uma força de sucção ao conjunto, cuja intensidade foi de aproximadamente 51 mmHg; em seguida, abriu-se a torneira, por 90 segundos, para retirada do excesso de água do papel-filtro. Então, o conjunto prato e papel-filtro úmido foi pesado e registrou-se a massa (m_v). A Figura 3.22 mostra o dispositivo de ensaio de retenção de água.



Figura 3.22: Aparato ensaio de retenção de água.

O procedimento prosseguiu com o enchimento do prato com argamassa até ultrapassar sua borda. Em seguida, foram desferidos 37 golpes no total, sendo 16 aplicados junto à borda por todo o perímetro, e 21 golpes em pontos uniformemente distribuídos da região central da argamassa. Com o objetivo de obter uma superfície plana, o excesso de argamassa do prato foi retirado com auxílio de uma régua metálica, com movimentos do centro para a borda do prato. As bordas externas do conjunto foram limpas para retirada do excesso de argamassa e o conjunto foi pesado e sua massa (m_a) registrada. Com o conjunto no dispositivo novamente, abriu-se a torneira, a fim de aplicar na amostra uma força de sucção com intensidade de 51 mmHg, durante 15 minutos. Após este tempo, o prato do funil com argamassa foi pesado e sua massa (m_s) foi registrada. O cálculo da retenção de água foi feito através das Equações 3.6 e 3.7.

$$R_a = \left[1 - \frac{m_a - m_s}{AF(m_a - m_v)} \right] 100 \quad (3.6)$$

$$AF = \frac{m_w}{m + m_w} \quad (3.7)$$

sendo,

m_a a massa do conjunto com a argamassa, em g;

m_s a massa do conjunto após a sucção, em g;

m_v a massa do conjunto vazio, em g;

AF a relação água/argamassa fresca;

m_w a massa total de água acrescentada à mistura, em g;

m a soma das massas dos componentes anidros da argamassa, em g;

R_a a retenção de água da argamassa, em %.

3.2.3.2 Estado endurecido

Os ensaios no estado endurecido foram feitos em corpos de prova com duas geometrias diferentes: cilíndrica e prismática.

Os corpos de prova cilíndricos com dimensões de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura foram feitos conforme item 3.2.2. Essa geometria de corpo de prova foi escolhida por dois motivos principais: obtenção de parâmetros de resistência

associados às diferentes geometrias e, também, comparar os resultados obtidos com outros pesquisadores, visto que a maior parte da literatura nacional e internacional utiliza corpos de prova cilíndricos para estudo de argamassas.

Por sua vez, os ensaios de corpos de prova prismáticos foram feitos para atender as prescrições da NBR 13281 (ABNT, 2005). Esses corpos de prova tinham formato de paralelepípedo com dimensões de 40 mm x 40 mm x 160 mm. A metodologia de preparo das argamassas seguiu as prescrições da NBR 13279 (ABNT, 2005).

As argamassas foram introduzidas, em duas camadas, em uma forma prismática posicionada na parte central da mesa de adensamento por quedas. No final do preenchimento de cada camada, os moldes foram submetidos a 30 quedas da mesa. Após todas as quedas, o conjunto foi rasado com uma régua metálica. Esses corpos de prova foram mantidos nos moldes por 48 horas em repouso. Durante esse tempo tomou-se o cuidado de cobrir toda área externa do molde com filme plástico (Figura 3.23a), com o propósito de manter a superfície úmida e, desta forma, não perder água de amassamento para o meio externo, evitando possíveis retrações por secagem. A Figura 3.23b mostra os corpos de prova prismáticos antes de serem submetidos à cura submersa.



(a)



(b)

Figura 3.23: Corpos de prova prismáticos - (a) filme plástico contra perda de umidade; (b) amostras antes de serem submetidas à cura submersa.

Todos os corpos de prova foram mantidos submersos em solução de cal hidratada e água até a realização dos ensaios, salvo aqueles para os ensaios de absorção de água por capilaridade e densidade de massa no estado endurecido. Desde o momento de retirada do tanque de cura até o momento do ensaio, os corpos de prova foram protegidos de modo que toda a superfície ficasse úmida. Tal procedimento foi feito envelopando os corpos de prova com papel filme de PVC (Figura 3.24).



Figura 3.24: Envolvimento dos corpos de prova com filme de PVC.

A relação de ensaios realizados, bem como as normas para cada um deles, é listada a seguir:

- evolução da resistência mecânica em corpo de prova cilíndrico - NBR 7222 (ABNT, 2011) e NBR 7215 (ABNT, 2019);
- resistência à tração na flexão e à compressão em corpo de prova prismático - NBR 13279 (ABNT, 2005);
- densidade de massa aparente no estado endurecido em corpo de prova prismático - NBR 13280 (ABNT, 2005);
- absorção de água por capilaridade em corpo de prova prismático - NBR 15259 (ABNT, 2005);
- resistência potencial de aderência à tração - NBR 15258 (ABNT, 2005).

Evolução da resistência mecânica das argamassas

As argamassas AC100 e AD100 foram submetidas aos ensaios de resistência à compressão axial (ABNT NBR 7215, 2019) e à tração por compressão diametral (ABNT NBR 7222, 2011) nas idades de 28 e 90 dias. Essas argamassas foram ensaiadas em corpos de prova cilíndricos, em que para cada argamassa foram feitos três corpos de prova. A Figura 3.25a mostra o corpo de prova submetido ao ensaio de tração por compressão diametral. Vale salientar que foi tomado o cuidado de utilizar palitos de madeira entre o corpo de prova e o prato da prensa, com o objetivo de distribuir os esforços adequadamente ao longo da geratriz do cilindro (Figura 3.25b). Como resultado, foi observado que a ruptura se iniciou com fendas localizadas na região central da seção dos cilindros, indicando tração no centro. A prensa hidráulica utilizada foi a mesma mostrada na Figura 3.18.

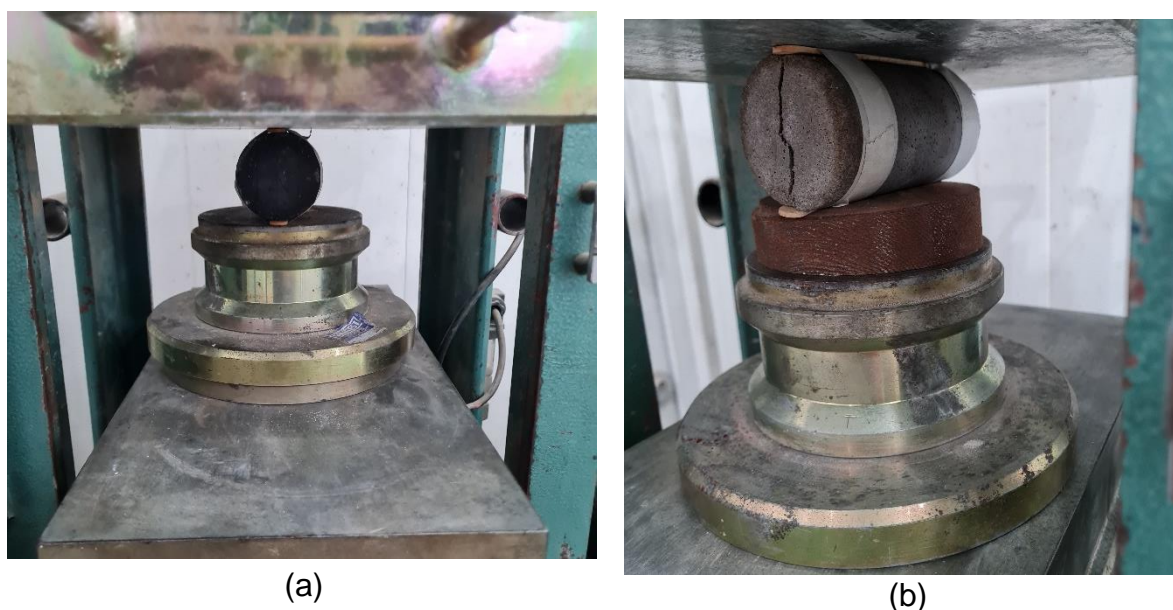


Figura 3.25: Resistência à tração por compressão diametral - (a) AD100; (b) AC100 com as placas de madeira.

A resistência à compressão foi calculada conforme a Equação 3.4. Já a resistência à tração por compressão diametral foi determinada de acordo com a Equação 3.8.

$$R_{tcd} = \frac{F}{\pi \cdot r \cdot h} \quad (3.8)$$

sendo,

R_{tcd} a resistência à tração por compressão diametral, em MPa;

F a força de ruptura aplicada pela prensa, em N;

r o raio do corpo de prova, em mm;

h a altura do corpo de prova, em mm.

Resistência à tração na flexão e à compressão

Os ensaios para determinação da resistência à tração na flexão e resistência à compressão axial foram realizados de acordo com a NBR 13279 (ABNT, 2005). O ensaio foi realizado no LAMAV-UENF em uma prensa da marca Instron®, modelo 5582, em diferentes idades (28 e 90 dias).

Para o ensaio foram utilizados 3 corpos de prova prismáticos para cada argamassa e idade. O procedimento para determinação da resistência à tração na flexão (em 3 pontos) foi feito com o posicionamento do corpo de prova nos dispositivos de apoio do equipamento (Figura 3.26), de modo que a face rasada não ficasse em contato com os dispositivos de apoio nem com o dispositivo de carregamento. O vão livre adotado foi de 100 mm e a velocidade de aplicação do carregamento foi de 50 ± 10 N/s.



Figura 3.26: Ensaio de resistência à tração na flexão em 3 pontos.

A resistência à tração na flexão foi determinada de acordo com a Equação 3.9.

$$R_f = \frac{1,5 F_f L}{40^3} \quad (3.9)$$

em que,

R_f é a resistência à tração na flexão, em MPa;

F_f é a carga aplicada verticalmente no centro do prisma, em N;

L é a distância entre os suportes, em mm.

Para o ensaio de resistência à compressão axial foram utilizadas as metades dos corpos de prova do ensaio de tração na flexão; portanto, seis de cada argamassa e idade. O corpo de prova foi posicionado no dispositivo de apoio, de modo que a face rasada não ficasse em contato com o dispositivo de apoio nem com o dispositivo de carga. Apesar de o corpo de prova ser rompido na metade, a área de contato não pôde ser bem definida. Assim, foi necessário colocar duas placas metálicas de contato com 40 mm x 40 mm nas extremidades do corpo de prova, garantindo que a área de contato fosse igual a 1600 mm². O carregamento foi empregado até a ruptura do corpo de prova com velocidade de aplicação de 500 ± 50 N/s (Figura 3.27).



Figura 3.27: Ensaio de resistência à compressão axial.

A determinação da resistência à compressão axial foi calculada de acordo com a Equação 3.10.

$$R_c = \frac{F_c}{1600} \quad (3.10)$$

em que,

R_c é a resistência à compressão, em MPa;

F_c é a carga máxima aplicada, em N;

1600 é a área da seção transversal do corpo de prova, em mm².

Densidade de massa aparente no estado endurecido

O ensaio para determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido foi realizado de acordo com a NBR 13280 (ABNT, 2005). Foram ensaiados três corpos de prova para cada tipo de argamassa aos 28 dias.

Para realização do ensaio, foram determinados, com auxílio de um paquímetro, a altura, largura e o comprimento de cada corpo de prova em duas posições diferentes. Os valores obtidos foram as médias aritméticas de cada uma das medidas realizadas. Em seguida, foi determinada e registrada a massa dos corpos de prova. O cálculo do corpo de prova, em cm³, foi feito através da Equação 3.11 e a determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido, em kg/cm³, de acordo com a Equação 3.12.

$$v = l . h . c \quad (3.11)$$

em que,

v é o volume de cada corpo de prova, em cm³;

l é a largura do corpo de prova, em cm;

h é a altura do corpo de prova, em cm;

c é o comprimento do corpo de prova, em cm.

$$\rho_{max} = \frac{m}{v} 1000 \quad (3.12)$$

sendo,

ρ_{max} a densidade de massa aparente, no estado endurecido, em kg/m³;

m a massa de cada corpo de prova, em g;

v o volume de cada corpo de prova, calculado conforme a Equação 3.11, em cm³.

Absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade

A absorção de água por capilaridade corresponde à ascensão de água por tubos ou poros capilares no interior da argamassa. Quando a argamassa é utilizada para revestimento de paredes e tetos, uma de suas características principais é a impermeabilidade à água, especialmente nos casos de revestimentos externos, o que influencia diretamente a capacidade da argamassa em resistir à ação de intempéries, ataques químicos ou qualquer outro processo de deterioração, isto é, na durabilidade da argamassa. Assim, a argamassa durável irá possuir longa vida útil, manter sua forma original, integridade, qualidade e capacidade de utilização, quando exposta ao meio ambiente (MEHTA e MONTEIRO, 2014; SANTOS *et al.*, 2018; MARVILA, 2018).

Este ensaio determina o coeficiente de capilaridade da argamassa, que representa a capacidade de absorção de água por capilaridade pela argamassa. O ensaio foi realizado de acordo com a NBR 15259 (ABNT, 2005) e foram implementadas modificações, a fim de obter uma curva de absorção de água bem definida e, também, a cura feita em ambiente de laboratório. Foram utilizados três corpos de prova para cada tipo de argamassa na idade de 28 dias.

Inicialmente, cada corpo de prova foi lixado e limpo com pincel. Após, foi determinada a massa inicial (m_0) de cada corpo de prova. Os corpos de prova então foram posicionados com a face quadrada sobre os suportes no recipiente de ensaio, onde o nível de água foi mantido com (5 ± 1) mm de altura, a partir da face em contato com a água (Figura 3.28). Em seguida, no intervalo de tempo entre 10 e 780 minutos, a cada 30 minutos, foram determinadas as massas de cada corpo de prova (m_t). Antes de realizar cada medição de massa, tomou-se o cuidado de secar os corpos de prova.



Figura 3.28: Ensaio de absorção de água por capilaridade.

A absorção de água por capilaridade para cada tempo foi calculada através da Equação 3.13.

$$A_t = \frac{m_t - m_0}{16} \quad (3.13)$$

em que,

A_t é a absorção de água por capilaridade, em cada tempo, em g/cm²;

m_t é a massa do corpo de prova em cada tempo, em g;

m_0 é a massa inicial do corpo de prova, em g;

16 é a área da face do corpo de prova em contato com a água, em cm².

O coeficiente de capilaridade corresponde ao coeficiente angular da reta que corta os pontos das determinações de massa realizadas aos 10 minutos e aos 90 minutos, considerando-se como abscissa do gráfico a raiz quadrada do tempo, em raiz quadrada de minutos, e como ordenada a absorção de água por capilaridade, em g/cm². A análise da curva do presente estudo foi feita em diversos pares ordenados de massa e tempo, nos instantes entre 10 até 780 minutos, a cada 30 minutos. Essa análise foi feita porque era de interesse verificar, com precisão, o ponto de saturação das argamassas. Ademais, o coeficiente de capilaridade para cada corpo de prova foi calculado de acordo com a Equação 3.14.

$$C = m_{90} - m_{10} \quad (3.14)$$

em que,

C é o coeficiente de capilaridade, em gramas por decímetro quadrado pela raiz quadrada de minuto ($\text{g}/\text{dm}^2 \cdot \text{min}^{1/2}$).

Resistência potencial de aderência à tração

Este ensaio mediu a resistência potencial de aderência à tração de dez corpos de prova, fixados em revestimento feito com as argamassas de estudo, que foram aplicadas sobre o substrato padrão. Essa resistência foi obtida a partir da tensão de tração suficiente para arrancar o corpo de prova do substrato revestido. Além disso, foi possível classificar o tipo de ruptura do revestimento. O ensaio é normatizado pela NBR 15258 (ABNT, 2005).

O substrato padrão utilizado neste ensaio foi preparado de acordo com a NBR 14082 (ABNT, 2004). Após cura, esse substrato de concreto com medidas de 25 cm x 50 cm foi limpo com um pincel e colocado na posição horizontal sobre a bancada, plana e firme. Após, fixou-se ao substrato um gabarito de madeira com uma profundidade contínua de (18 ± 2) mm. Em seguida, a argamassa de estudo foi preparada de acordo com o item 3.2.1, a qual foi lançada sobre o substrato em duas camadas, até preencher a profundidade delimitada pelo gabarito. Durante cada aplicação, a argamassa foi pressionada sobre o substrato com colher de pedreiro, com o objetivo eliminar possíveis vazios e garantir que toda a superfície fosse coberta com a mistura. Após o preenchimento completo, o excesso de argamassa foi retirado a partir do rasamento da superfície com uma régua metálica, feito para nivelar o revestimento em relação ao gabarito, o qual, logo após, foi retirado. O substrato revestido foi mantido em repouso por 24 horas e depois colocado no tanque de cura até a data de ruptura (28 dias). A Figura 3.29 mostra o substrato com revestimento de argamassa AD100.



Figura 3.29: Substrato preenchido com a argamassa AD100.

Para continuidade do ensaio, foram feitos cortes no revestimento 3 dias antes da data de ruptura, isto é, aos 25 dias. Os cortes foram realizados com uma serra copo diamantada de 50 mm de diâmetro interno. Ao todo, foram realizados 10 cortes, o quais foram espaçados 2 cm das bordas e entre si, sendo penetrados à profundidade de 1 mm dentro do substrato padrão (Figura 3.30a). Para a colagem das 10 pastilhas metálicas, aplicou-se resina epóxi na base do corte do revestimento. A Figura 3.30b mostra as pastilhas metálicas coladas no revestimento do substrato padrão.



(a)



(b)

Figura 3.30: Substrato padrão revestido - (a) cortes no revestimento da AC100; (b) pastilhas coladas com resina epóxi na AD100.

Aos 28 dias, o equipamento de tração foi acoplado à pastilha, que aplicou um esforço de tração a uma taxa de deslocamento constante de (250 ± 50) mm, até a ruptura do corpo de prova (Figura 3.31). Após o rompimento, foi registrada a carga de ruptura (P_i) e a área superficial do corpo de prova foi medida com um paquímetro.



Figura 3.31: Dispositivo para ensaio de tração nos corpos de prova.

O cálculo da resistência potencial de aderência à tração foi feito através da Equação 3.15.

$$R_i = \frac{P_i}{A_i} \quad (3.15)$$

em que,

R_i é a resistência potencial de aderência à tração, em MPa;

P_i é a carga de ruptura, em N;

A_i é a área do corpo de prova, em mm².

Além do cálculo das resistências potenciais de aderência à tração, a NBR 15258 (ABNT, 2005) apresenta a metodologia para identificação da forma de ruptura de cada um dos corpos de prova, a saber:

- S: ruptura no substrato;
- S/A: ruptura na interface substrato/argamassa;
- A: ruptura na argamassa;
- F: falha na colagem da peça metálica.

3.2.4 Caracterização das argamassas

As argamassas foram caracterizadas com o objetivo de corroborar os resultados obtidos a partir dos ensaios realizados no item 3.2.3. Desta forma, buscou-se obter explicações científicas sobre a viabilidade tecnológica dos produtos desenvolvidos, baseadas em evidências de propriedades físicas, químicas e mineralógicas (qualitativa) e análise em escala microscópica. Assim, as argamassas foram submetidas a diferentes técnicas analíticas, a saber: difração de raios X, análises térmicas (termogravimetria - TG e calorimetria por condução isotérmica), microscopia eletrônica de varredura (MEV), porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM).

Com exceção à técnica de calorimetria (estado fresco), as amostras foram coletadas após a ruptura à compressão axial aos 28 dias, sendo: para MEV foram obtidas imagens da zona de fratura do corpo de prova que obteve resistência intermediária entre os três ensaiados. Essas amostras possuíam dimensões de 10 mm x 5 mm, aproximadamente; para TG e DRX foram retiradas amostras da parte central dos três corpos de provas, as quais foram destorroadas, homogeneizadas e passadas na peneira ABNT n.º 200 e, posteriormente, foram armazenadas em frascos Eppendorf até a data das análises; para PIM foram extraídas amostras da zona central do corpo de prova de resistência intermediária com dimensões de 5 mm x 5 mm.

Por dificuldade de logística na realização das técnicas na idade pretendida, foi necessário a interrupção da hidratação das amostras, para que fosse possível preservar as características das argamassas aos 28 dias. A técnica de interrupção utilizada foi a de troca da água livre da amostra por solvente (álcool isopropílico P.A.). Esse solvente foi escolhido no lugar da acetona P.A. pela facilidade de encontrar esse produto na região e por ambas apresentarem efeitos semelhantes em amostras cimentícias (MACIEL *et al.*, 2019). O procedimento de troca foi feito por ciclagem de álcool nas amostras, a qual foi feita a cada hora, durante 4 horas, na proporção de volume de solvente/material de 10:1. Além disso, para garantir que houvesse a completa remoção da água das amostras, foi feita imersão mais longa (24h) com maior proporção de solvente/pasta (50:1). Em seguida, as amostras foram submetidas à secagem em papel filtro e, posteriormente, embaladas em filme plástico e mantidas

em frasco Eppendorf, colocado em dessecador a vácuo até a data de realização das análises.

3.2.4.1 *Difração de raios X (DRX)*

A caracterização das fases cristalinas das argamassas AC100 e AD100 foi feita no LECIV-UENF em um difratômetro modelo AXRD Benchtop da marca Proto Manufacturing®. Os parâmetros de operação do equipamento foram descritos no item 3.1.6.

3.2.4.2 *Termogravimetria (TG)*

A técnica permitiu a determinação da variação de massa das amostras em um ambiente controlado de atmosfera e temperatura. O ensaio foi conduzido no LAMAV-UENF em um equipamento modelo TGA Q5000 da marca TA Instruments. Os parâmetros de operação do equipamento estão no item 3.1.8.

3.2.4.3 *Calorimetria por condução isotérmica*

A técnica permitiu avaliar as reações de hidratação do cimento através da análise quantitativa do fluxo de calor irradiado pela argamassa em condição isotérmica. Desta forma, foi possível plotar a curva de fluxo de calor e tempo, a qual foi fundamental para analisar os seguintes parâmetros das argamassas: tempos de início e fim de pega, qual constituinte da argamassa reagiu primeiro e o desempenho das argamassas produzidas em função das reações topoquímicas do cimento.

A calorimetria foi realizada no estado fresco e as amostras foram ensaiadas pelo período de 48 horas sob temperatura controlada de laboratório (23°C). Nas 48 horas antes do ensaio, tomou-se o cuidado de manter não só o ambiente e o equipamento, mas também todas as matérias-primas em temperatura constante (23°C).

Como as misturas foram realizadas fora do equipamento e o tempo médio para início da mistura até a colocação da argamassa no calorímetro foi de oito minutos, não foi possível mensurar os picos de liberação de calor pelo contato da água com o

cimento. A técnica foi realizada no LECIV-UENF em um calorímetro da marca Calmetrix® modelo I-CAL 2000 HPC com 2 canais (Figura 3.32).

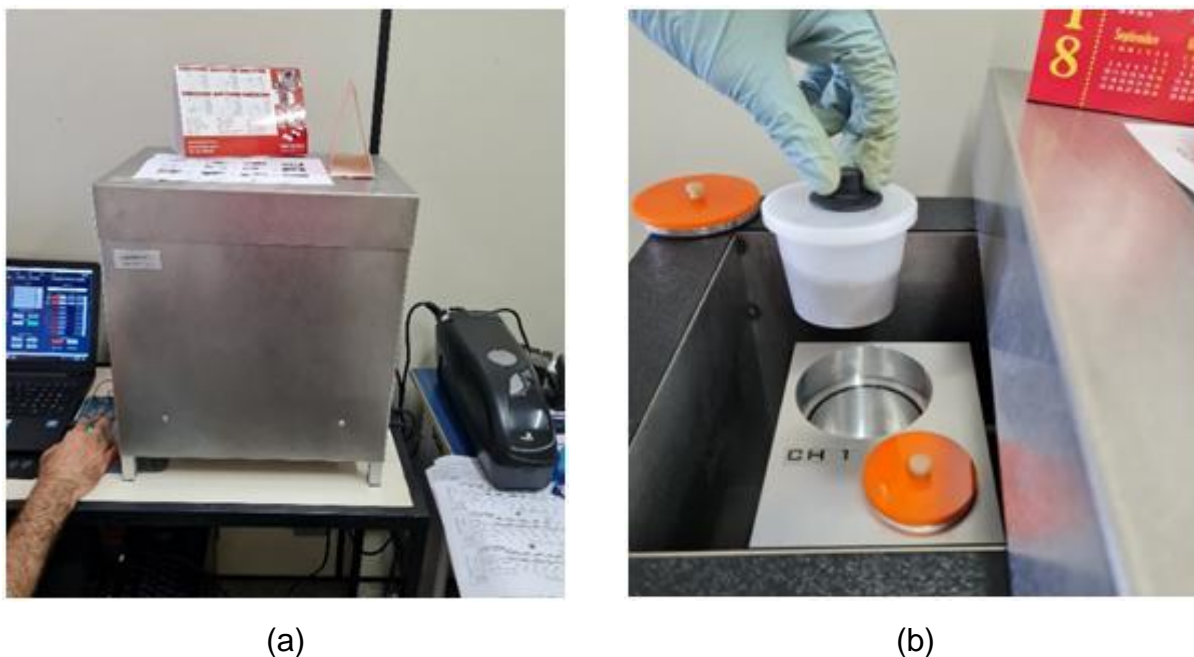


Figura 3.32: Calorímetro I-CAL 2000 HPC - (a) equipamento; (b) colocação da amostra no canal.

3.2.4.4 Porosimetria por intrusão de mercúrio

O método de intrusão de mercúrio permitiu a determinação da distribuição de tamanho de poros abertos, área total dos poros, diâmetro médio dos poros e permeabilidade. O ensaio foi feito com a introdução de mercúrio nas amostras. Após adição de pressão, mediu-se o volume de mercúrio injetado. O diâmetro dos poros foi determinado pela pressão necessária para entrada do mercúrio nos poros. O ensaio foi realizado no LECIV-UENF em um porosímetro modelo AutoPore IV 9500 da marca Micromeritics (Figura 3.33).



Figura 3.33: Porosímetro de mercúrio.

3.2.5 Análise estatística

Para avaliação dos resultados obtidos em ensaios com repetições, foi realizada a análise estatística dos dados por meio da análise de variância (ANOVA) em delineamento inteiramente casualizado (DIC) com nível de confiança de 95%, com o objetivo de verificar se houve diferença significativa em relação aos tratamentos (grupo de dados) utilizados, isto é, se ocorreu significância estatística. Enfim, utilizou-se o teste de comparação de médias de Tukey, com o fim de verificar qual argamassa obteve melhor resultado para cada parâmetro avaliado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são mostrados os resultados do programa experimental, bem como as discussões. As tabelas e gráficos foram elaborados com base na leitura dos valores indicados nos marcadores digitais e/ou em relatórios oferecidos pelos equipamentos.

4.1 Determinação da argamassa com substituição

As resistências médias à compressão aos 28 dias das argamassas AC100 e AD100 para os diferentes tipos de cura são mostradas na Figura 4.1.

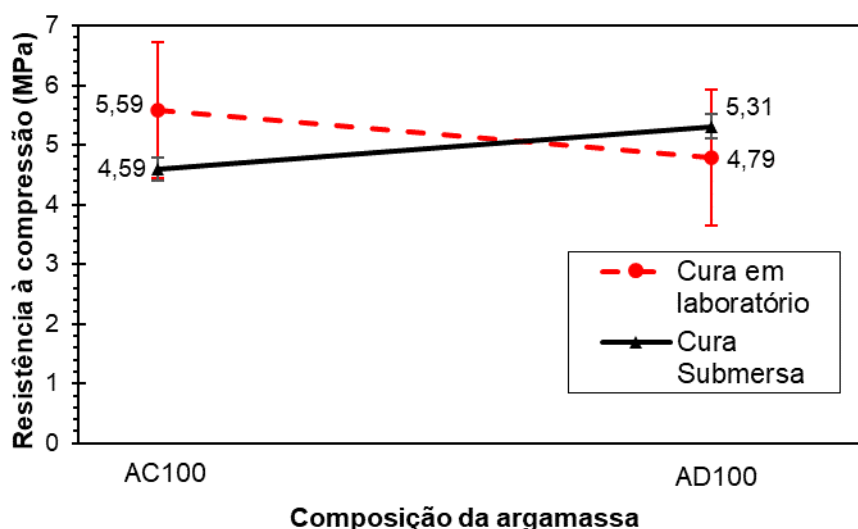


Figura 4.1: Resistência média à compressão aos 28 dias para as argamassas AC100 e AD100.

A Figura indica que, na condição de cura em ambiente de laboratório, a argamassa de referência apresentou maior valor médio de resistência à compressão aos 28 dias em comparação àquela com substituição total de cal hidratada por dregs. No entanto, cabe destacar que as médias encontradas possuíam maior incerteza experimental, uma vez que os coeficientes de variação das composições AC100 e AD100 foram de 12,86% e 23,85%, respectivamente. Em cura submersa, por outro lado, a resistência média à compressão da argamassa AD100 foi maior do que a da AC100. Porém, diferente da cura ambiente, os valores obtidos no ensaio possuíam

menor erro experimental, devido aos menores coeficientes de variação encontrados: 3,77% (AC100) e 4,64% (AD100), os quais são considerados baixos, representando maior homogeneidade dos dados. Assim, com o objetivo de controlar e limitar fatores externos que poderiam causar maior variabilidade dos resultados experimentais, optou-se pelo seguimento desta pesquisa somente com a cura submersa.

Apesar de não prosseguir a pesquisa com a cura em ambiente, foi necessário verificar estatisticamente os valores encontrados, dado que a média da argamassa AC100 foi maior do que a AD100. O teste estatístico foi conduzido por análise de variância (ANOVA) para o delineamento inteiramente casualizado (DIC) ao nível de significância 5% (Tabela 4.1).

Tabela 4.1: Quadro ANOVA para resistência à compressão aos 28 dias com cura em ambiente de laboratório.

Quadro ANOVA - DIC					
Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F_{5%}
Tratamento	1	0,957884	0,957884	1,050616	7,708648
Resíduo	4	3,646943	0,911736	-	-
Total	5	4,604827	-	-	-

em que,

GL é o grau de liberdade;

SQ é a soma de quadrados;

QM é o quadrado médio;

F é o fator F calculado;

F_{5%} é o fator F tabelado.

Como o valor de F foi menor do que o valor de F_{5%}, concluiu-se que não houve diferença significativa entre os valores encontrados, ou seja, as duas médias de resistência à compressão são estatisticamente iguais entre si em nível de confiança de 95% pelo teste F.

Ainda de acordo com a Figura 4.1, a resistência média à compressão aos 28 dias da argamassa AD100 foi maior do que a da AC100; concluiu-se, portanto, que em relação ao desempenho mecânico é viável a substituição total da cal hidratada por

dregs. Sob essa ótica, e como mencionado no início do item 3.2, optou-se pela escolha da argamassa que apresentasse o melhor desempenho sustentável possível e, à vista disto, as análises mais detalhadas foram feitas apenas nas argamassas AC100 (referência) e AD100 com o tipo de cura com menos variabilidade, ou seja, submersa em água saturada de cal, não havendo necessidade de se estudar outros teores de substituição.

4.2 Propriedades tecnológicas das argamassas no estado fresco

4.2.1 Teor de ar incorporado

O teor de ar incorporado foi determinado pelo método pressiométrico em argamassa, de acordo com a metodologia da EN 1015-7 (CEN, 1999). A Tabela 4.2 mostra os valores encontrados, em porcentagem, para o teor de ar incorporado nas argamassas AC100 e AD100.

Tabela 4.2: Teor de ar incorporado das argamassas obtido pelo método pressiométrico.

Argamassa	Teor de ar incorporado (%)
AC100	9
AD100	12

O resultado encontrado para a AD100 foi superior em 3% em relação à AC100. Tal aumento pode ser explicado pelo incremento da quantidade de água na mistura, para manter a consistência-padrão, o que favorece a formação de vazios no interior da argamassa. O teor de ar incorporado vai ao encontro da literatura: Gonçalves (2021) encontrou o valor para lama de cal de 10% e para argamassa com cal hidratada igual a 8%.

No tocante à durabilidade, uma elevada quantidade de vazios internos pode ser desvantajosa, visto que poros interconectados podem contribuir para uma elevada permeabilidade, facilitando o ingresso de agentes agressivos no material, os quais podem reagir com os componentes hidratados de deteriorar o produto final (MARTINS *et al.*, 2018). Todavia, o maior teor de ar incorporado pode ser benéfico também, pois possui relação com a trabalhabilidade da argamassa, ou seja, pelo fato da AD100

apresentar teor de ar incorporado superior pode fazer com que seja mais fácil o manuseio da argamassa, auxiliando na aplicação da mesma. Vale ressaltar que na prática não foram percebidas diferenças de aplicação entre os dois produtos, sendo ambas as argamassas facilmente aplicáveis, provavelmente por causa da pequena diferença entre os valores.

Apesar do teor de ar incorporado da AD100 superar o da AC100, isso não inviabiliza o uso do produto desenvolvido, uma vez que a diferença entre os valores foi pequena (menor do que 5%) e o valor de ar incorporado foi inferior a 15%, o que não prejudica as propriedades no estado endurecido do produto e está dentro do limite estabelecido pela Associação Brasileira de Cimento Portland – ABCP, que estabelece a faixa de 7 a 17% de teor de ar incorporado para argamassas (ANTONIAZZI *et al.*, 2020; GONÇALVES, 2021). Sob este prisma, verificou-se que, no que tange ao teor de ar incorporado, é viável a substituição da cal hidratada por dregs na produção de argamassas.

4.2.2 Determinação dos tempos de início e fim de pega

A determinação dos tempos de início e fim de pega foi feita de acordo com a metodologia prescrita na NBR 16607 (ABNT, 2017). A Figura 4.2 mostra a profundidade de penetração da agulha de Vicat (mm) em função do tempo decorrido (minutos).

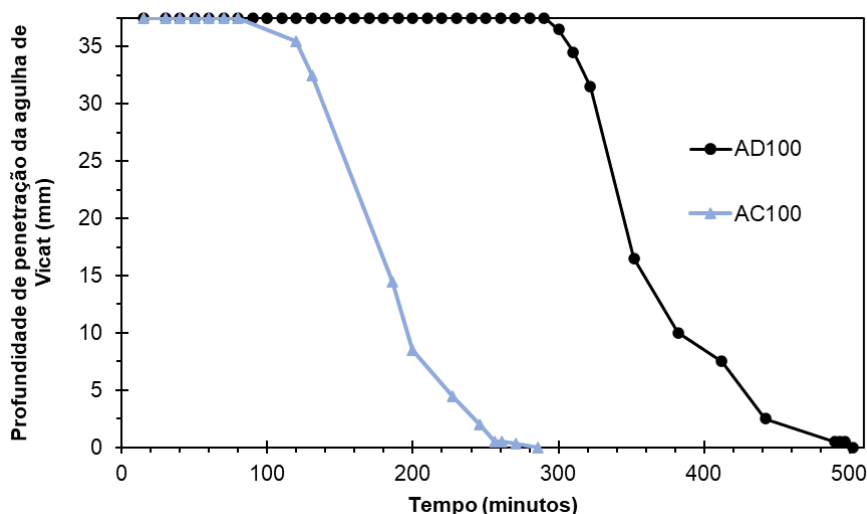


Figura 4.2: Profundidade de penetração da agulha de Vicat, em mm, em função do tempo, em minutos, para as argamassas.

De acordo com a Figura 4.2, a agulha de Vicat penetrou cerca de 5 e 6 mm nas argamassas AC100 e AD100 nos tempos de 2h e 11 minutos (131 minutos) e 5h e 22 minutos (322 minutos), respectivamente. Tais momentos correspondem aos tempos de início pega. Observou-se que a incorporação de dregs na mistura resultou na alteração da cinética da reação de hidratação do cimento Portland, causando atraso do tempo de início de pega de aproximadamente 3 horas em relação à AC100.

À vista disso, esse retardo pode ser explicado pela característica inerte do resíduo dregs: o fato deste resíduo não ser reativo; logo, age como fíler, preenchendo os vazios da matriz cimentícia e, possivelmente, envolvendo ou distanciando as partículas do cimento, isolando-as da água, evitando que as reações de hidratação ocorram aceleradamente.

As reações iniciais do cimento e água acontecem por dissolução-precipitação. Primeiro os compostos ionizam-se e, logo após, são formados compostos hidratados na solução. Como a solubilidade é limitada dentro do sistema, acontece a cristalização dos produtos da hidratação, ocasionando os processos de enrijecimento, pega e endurecimento das pastas de cimento. Assim, o atraso da solubilização dos íons de cálcio e aluminatos do cimento, causado pelo enclausuramento das partículas de cimento pelos dregs, promoveu aumento do período compreendido entre o contato do cimento com a água e o início do enrijecimento da argamassa. Essa constatação vai ao encontro da literatura, em que a porcentagem de dregs incorporada no sistema tem relação direta com o tempo de início de pega, isto é, quanto maior for o conteúdo de dregs na composição, maior será o aumento do tempo de início de pega (MEHTA e MONTEIRO, 2014; NOVAIS *et al.*, 2019).

A ampliação do tempo de início de pega permite vasto período de aplicação da argamassa, já que sua consistência e trabalhabilidade são mantidas até o tempo de início de pega. Todavia, essa condição é uma característica desfavorável, pois quanto maior for a janela de utilização da argamassa, mais tempo a mesma estará sujeita às intempéries do meio ambiente: calor, frio, ventos, chuvas e diferenças de umidade. Tais adversidades podem ocasionar retrações indesejadas, causadas pela perda precoce de água, favorecendo o aparecimento de fissuras, prejudicando o desenvolvimento de resistência mecânica, além da contaminação da mistura por excesso de água (chuvas) ou pela presença de corpos estranhos ou até mesmo agentes biológicos, interferindo diretamente na durabilidade das argamassas. Por

outro lado, esse elevado tempo pode ser vantajoso em aplicações que requeiram o deslocamento para longas distâncias ou para armazenamentos de longa duração (pausas não programadas, chuva durante aplicação *etc.*), o que pode reduzir em ambos os casos o uso de aditivos químicos retardadores de pega. Porém, recomenda-se cautela: qualquer operação do tipo deve ser planejada previamente e mais ensaios são necessários (com outras composições e condições ambientais diversas), a fim de mensurar a quantidade de dregs a ser adicionada para se obter o efeito desejado.

Os valores encontrados para tempo de fim de pega das argamassas AC100 e AD100 foram, respectivamente, de 4h e 46 minutos (286 minutos) e 8 horas e 25 minutos (505 minutos). Apesar do elevado aumento do período entre o contato da água e o início do endurecimento da argamassa, a alteração na janela de tempo entre início e fim de pega das duas composições foi branda: diferença de 18% (cerca de 30 minutos a mais para a AD100). Esse ligeiro aumento pode ter sido causado pela liberação gradual das partículas de cimento e, conseqüentemente, o contato delas com a água, permitindo a hidratação gradativa dos aluminatos, os quais são responsáveis pelo processo de solidificação da pasta de cimento.

4.2.3 Densidade de massa no estado fresco

Os valores da densidade de massa no estado fresco para as argamassas de referência (AC100) e com substituição de cal hidratada por dregs (AD100) são mostrados na Tabela 4.3. A norma utilizada para realização dos ensaios foi a NBR 13278 (ABNT, 2005).

Tabela 4.3: Classificação e resultados do ensaio de densidade de massa no estado fresco.

Classe	d (kg/m ³)	d _{AC100} (kg/m ³)	d _{AD100} (kg/m ³)
	NBR 13281 (ABNT, 2005)		
D1	≤ 1400		
D2	1200 a 1600		
D3	1400 a 1800	1849	2010
D4	1600 a 2000		
D5	1800 a 2200		
D6	> 2000		

De acordo com a Tabela 4.3, as argamassas AC100 e AD100 foram classificadas como “D5” e “D6”, respectivamente. A substituição da cal hidratada por dregs resultou no aumento da densidade de massa no estado fresco da argamassa. Tal aumento foi de aproximadamente 9% em relação à AC100, o que já era esperado, uma vez que a massa específica encontrada para o resíduo dregs foi maior do que a da cal hidratada, conforme Tabela 3.2. O resultado encontrado para essa propriedade da AC100 é coerente com a literatura, já que foram encontrados valores entre 1886 e 2047 kg/m³ (MARVILLA, 2018, GONÇALVES, 2021). O valor obtido para a AD100 é adequado: Gonçalves (2021) encontrou densidade de massa de 2004 kg/m³ ao substituir cal hidratada por lama de cal, resíduo semelhante ao aqui estudado e também proveniente da indústria de celulose.

Segundo a classificação proposta por Carasek (2010), mostrada na Tabela 4.4, ambas as argamassas foram classificadas como “normal”, as quais podem ser utilizadas para diversas aplicações convencionais, ou seja, possuem características de argamassas de múltiplo uso quanto à densidade de massa no estado fresco.

Tabela 4.4: Faixas de classificação de argamassas em relação à densidade de massa no estado fresco (CARASEK, 2010).

Classificação da argamassa	Densidade de massa no estado fresco “d” (kg/m³)
Leve	< 1400
Normal	1400 a 2300
Pesada	> 2300

A densidade de massa no estado fresco é inversamente proporcional à porosidade de uma argamassa, ou seja, quanto maior for a densidade, menor será o espaço vazio no interior da mesma. Desta forma, o resíduo em estudo (dregs - AD100) pode ter influenciado positivamente no índice de vazios do sistema cimentício, contribuindo para a densificação a matriz; portanto, aperfeiçoando o empacotamento dos grãos, o que contribui para reduzir o índice de vazios do sistema. Esse efeito foi atribuído ao tamanho das partículas dos dregs (material fino) e à baixa reatividade do resíduo (inerte). O efeito físico da redução dos interstícios da argamassa AD100, ou melhor, a redução da porosidade total da matriz cimentícia corrobora a maior

resistência mecânica atingida pela AD100 em relação à AC100 nas idades avaliadas no presente trabalho.

4.2.4 Retenção de água

O ensaio foi realizado conforme a NBR 13277 (ABNT, 2005) e a Tabela 4.5 mostra os resultados obtidos para o ensaio de retenção de água, bem como a classificação de acordo com a NBR 13281 (ABNT, 2005). Consoante esta Tabela, ambas as argamassas (AC100 e AD100) são classificadas como “U6”, mostrando a elevada capacidade de retenção de água das duas composições. Além disso, as duas atendem ao pré-requisito da ASTM C-270 (ASTM, 2019): as argamassas devem possuir retenção de água maior do que 75%.

Tabela 4.5: Classificação e resultados dos ensaios de retenção de água.

Classe	R _a (%)	R _a -AC100 (%)	R _a -AD100 (%)
	NBR 13281 (ABNT, 2005)		
U1	≤ 78		
U2	72 a 85		
U3	80 a 90	95,4	95,9
U4	86 a 94		
U5	91 a 97		
U6	95 a 100		

Ainda de acordo com a Tabela anterior, verifica-se que não houve mudanças significativas entre ambas as argamassas com relação a esta propriedade, já que a diferença de valores para a retenção de água foi inferior a 1%. Esse elevado valor de retenção de água vai ao encontro com os resultados obtidos na literatura: de que a utilização de resíduos da indústria de celulose causaria aumento de valores dessa propriedade, o qual foi associado à presença de celulose nos resíduos (MARLIERE *et al.*, 2012; AZEVEDO *et al.*, 2020; GONÇALVES, 2021).

A retenção de água é a capacidade da argamassa em seu estado fresco de aprisionar água sob situações adversas, ou melhor, favoráveis à perda de água, seja

pela evaporação, sucção pelo substrato, carbonatação da cal ou pelas reações de hidratação do cimento (CARASEK, 2010; PCZIECZEK, 2017).

O fato das argamassas do presente estudo possuírem elevada capacidade de retenção de água faz com que isto contribua para a resistência mecânica dos produtos finais, visto que a oferta de água é fundamental para que as reações de hidratação do cimento ocorram de maneira adequada. A presença de água retida influencia na qualidade do revestimento pronto, pois evita a perda precoce da água pelo processo de evaporação ou pela sucção do substrato, favorecendo o processo de endurecimento da argamassa pela hidratação do cimento. Por outro lado, a perda de água precoce pode acarretar o surgimento de fissuras comprometendo, desta forma, a resistência mecânica do produto final (MATTANA *et al.*, 2012; PCZIECZEK, 2017).

Nesse sentido, a elevada retenção de água é uma propriedade importante na manutenção da resistência mecânica do produto aqui estudado, garantida principalmente pela correta hidratação do cimento. Entretanto, não foi um parâmetro físico determinante para corroborar o melhor resultado de resistência mecânica da argamassa AD100 em comparação à AC100.

4.3 Propriedades tecnológicas no estado endurecido

4.3.1 Resistência mecânica em corpos de prova cilíndricos

A Figura 4.3 mostra a resistência mecânica das argamassas AC100 e AD100 em duas idades diferentes (28 e 90 dias). No que tange à resistência à compressão nestas idades, observou-se ganho de resistência de 78,1% e 67,1% para as argamassas AC100 e AD100, respectivamente.

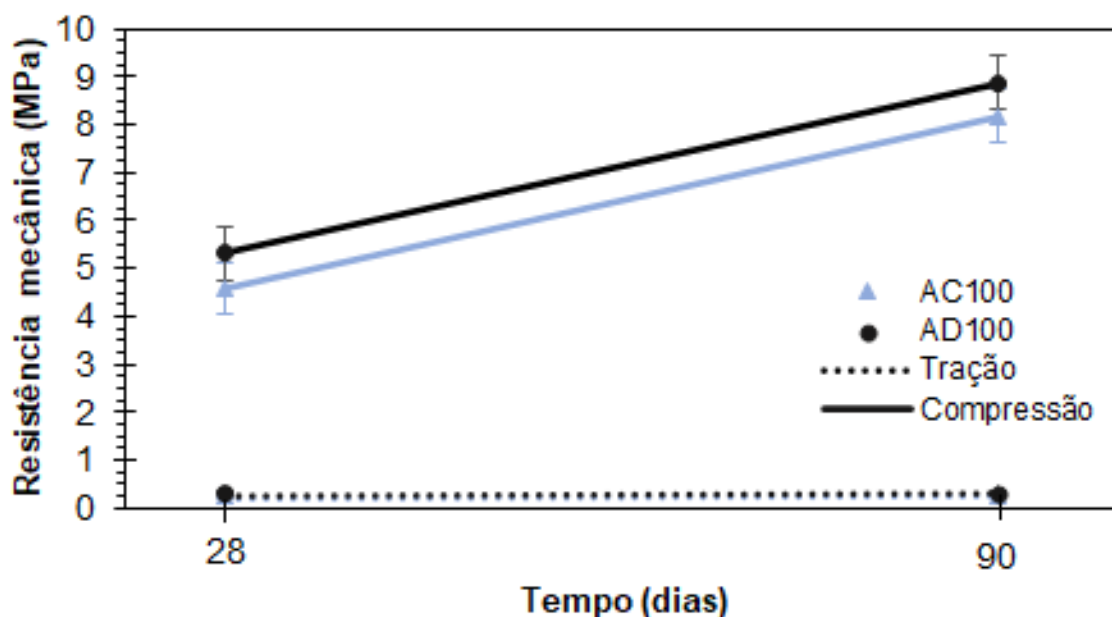


Figura 4.3: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova cilíndricos.

A resistência à compressão axial das argamassas AD100 atingiu os valores de 5,3 e 8,9 MPa aos 28 e 90 dias, nessa ordem. Esses resultados foram representativos, uma vez que os dados foram homogêneos (coeficientes de variação de 4,6% e 6,4%, respectivamente), apresentando boa confiabilidade, precisão e baixa variação. Como o valor de resistência mecânica nas duas idades observadas foi maior para a argamassa AD100 em relação à AC100, conclui-se que, em termos de resistência à compressão axial, é viável incorporar dregs às argamassas. O mecanismo que contribuiu para essa boa resistência foi o refinamento de poros, efeito físico relacionado ao preenchimento dos espaços vazios da argamassa pelas partículas finas dos dregs, uma vez que o resíduo foi considerado inerte (item 3.1.3.2).

As resistências à tração por compressão diametral da argamassa AD100 aos 28 e 90 dias atingiram o mesmo valor de 0,4 MPa, aproximadamente. Nessas idades as resistências foram cerca de 6,30% e 3,75% da resistência à compressão axial, respectivamente. Na Figura 4.3 pode-se observar que não houve alterações significativas nesta propriedade nos intervalos considerados, o que indica que a máxima resistência foi atingida antes mesmo dos 28 dias. Ressalta-se que não foram realizados ensaios para identificar quando esse valor máximo ocorreu. Gonçalves (2021) constatou que houve aumento expressivo no valor da resistência à tração por compressão diametral até os primeiros 14 dias quando da substituição de cal

hidratada por lama de cal e que nas idades posteriores (28 e 60 dias) a resistência ficou praticamente inalterada.

O valor de resistência à tração por compressão diametral encontrado para a argamassa AD100 vai de encontro com os resultados presentes na literatura, em que a adição de dregs à mistura resulta na redução da resistência mecânica das argamassas (GEMELLI *et al.*, 2001; MARTÍNEZ-LAGE *et al.*, 2016; SANTOS *et al.*, 2018). Porém, aqueles estudos substituíram o cimento Portland ou a areia por dregs; portanto, não fizeram a incorporação como material fino, como adição mineral. Destaca-se que não foram encontradas pesquisas sobre a substituição parcial ou total da cal hidratada por dregs, nem mesmo a incorporação de dregs como fíler em argamassas convencionais. Por outro lado, no campo dos materiais álcali-ativados, há pesquisas sobre a incorporação de dregs em argamassas geopoliméricas, o que resultou no aumento da resistência mecânica do produto final, atribuído principalmente ao efeito fíler (NOVAIS *et al.*, 2018).

4.3.2 Resistência à tração na flexão e à compressão em corpos de prova prismáticos

Os ensaios de resistência à tração na flexão e resistência à compressão foram conduzidos conforme NBR 13279 (ABNT, 2005) aos 28 e 90 dias, e os resultados são mostrados nas Tabela 4.6 e Tabela 4.7, respectivamente, bem como os coeficientes de variação e as classificações consoante a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Tabela 4.6: Classificação e resultados do ensaio de resistência à tração na flexão aos 28 e 90 dias.

Classe	R _f (MPa) NBR 13281 (ABNT, 2005)	28 dias		90 dias	
		R _{f-AC100} (MPa)	R _{f-AD100} (MPa)	R _{f-AC100} (MPa)	R _{f-AD100} (MPa)
R1	≤ 1,5				
R2	1,0 a 2,0	2,0	2,6	3,0	3,8
R3	1,5 a 2,7				
R4	2,0 a 3,5				
R5	2,7 a 4,5	CV* (%)	CV* (%)	CV* (%)	CV* (%)
R6	> 3,5	5,55	10,64	3,47	8,51

Tabela 4.7: Classificação e resultados do ensaio de resistência à compressão aos 28 e 90 dias.

Classe	R _c (MPa) NBR 13281 (ABNT, 2005)	28 dias		90 dias	
		R _c -AC100 (MPa)	R _c -AD100 (MPa)	R _c -AC100 (MPa)	R _c -AD100 (MPa)
P1	≤ 2,0				
P2	1,5 a 3,0	3,9	5,0	6,4	7,5
P3	2,5 a 4,5				
P4	4,0 a 6,5				
P5	5,5 a 9,0	CV* (%)	CV* (%)	CV* (%)	CV* (%)
P6	> 8,0	11,64	7,39	9,57	8,10

* CV = coeficiente de variação.

A partir da Tabela 4.6 verifica-se que, aos 28 dias, as duas argamassas, AC100 e AD100, foram classificadas como “R4”. Porém, aos 90 dias, houve ganho de resistência à tração na flexão em torno de 43% (AC100) e 48% (AD100) e foram categorizadas como “R5” e “R6”, respectivamente.

O resultado da resistência à tração na flexão para a AD100 (2,6 e 3,8 MPa aos 28 e 90 dias, nesta ordem) equivale a cerca de 50% da resistência à compressão em cada um dos períodos correspondentes e os coeficientes de variação obtidos para esse ensaio na argamassa com dregs mostram média e boa precisão experimental. Destaca-se que o valor encontrado para a composição com dregs é superior à argamassa de referência, indicando que a incorporação de dregs na argamassa resulta em maior ganho de resistência à tração na flexão ao longo do tempo do que aquela com adição de cal hidratada (AC100).

No tocante à resistência à compressão, sabe-se que é uma propriedade fundamental para argamassas de assentamento, uma vez que estas geralmente são submetidas a esforços de compressão ao longo de sua vida útil. Assim, constata-se que o produto desenvolvido é aplicável no ramo da Construção Civil, já que aos 28 dias a resistência à compressão da AD100 (5,0 MPa), classificada como “P4”, foi maior do que a da argamassa de referência (3,9 MPa), classificada como “P3”. Ademais, entre a primeira idade e aos 90 dias não só houve ganho neste parâmetro para as duas composições (por volta de 63% e 49%, respectivamente), como também alterou as classificações das duas argamassas para “P4” e “P5”, nesta ordem. Essa taxa de

crescimento da resistência à compressão da AC100 superou a da AD100, por causa da reatividade da cal hidratada e do tipo de cimento utilizado que, durante a hidratação do cimento Portland, reage com a portlandita $[Ca(OH)_2]$ do sistema, formando conteúdo extra de C-S-H (silicato de cálcio hidratado), que é o composto sólido responsável pelo desenvolvimento da resistência mecânica nas pastas cimentícias. Apesar da taxa de ganho da resistência à compressão da AC100 superar a da AD100, ainda assim, ela não superou a resistência da argamassa com dregs aos 90 dias, como é possível observar na Figura 4.4, que mostra a resistência mecânica para os corpos de prova prismáticos para as duas idades avaliadas.

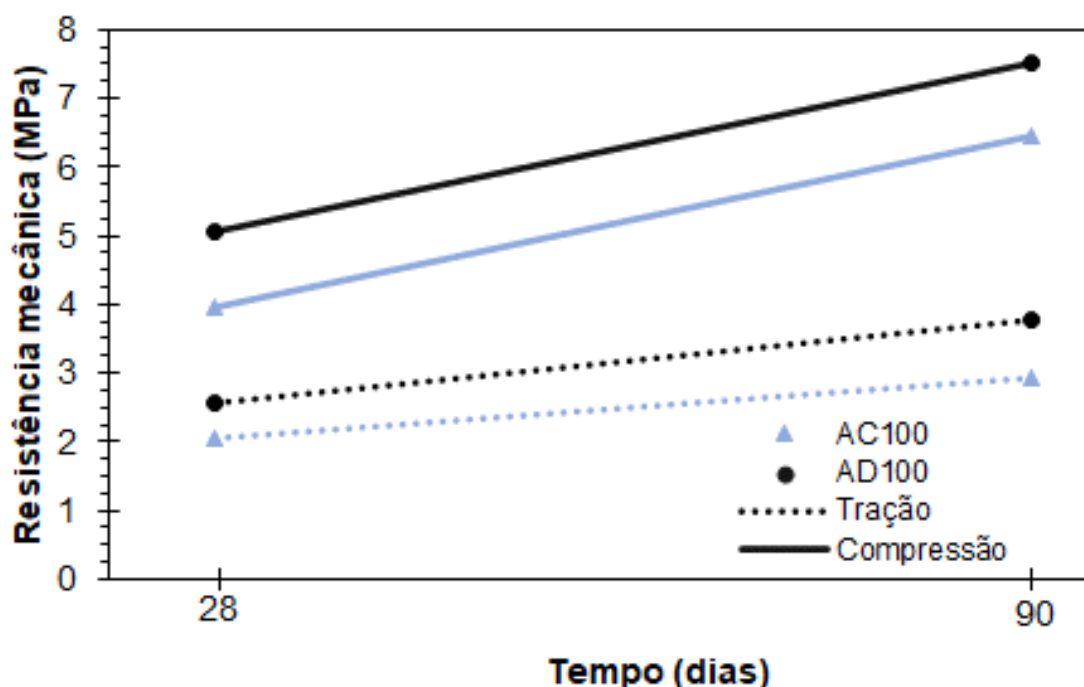


Figura 4.4: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova prismáticos.

Os resultados encontrados nestes ensaios foram coerentes com os valores encontrados por Gonçalves (2021) para argamassa com lama de cal - resistência à compressão (6,1 MPa) e resistência à tração na flexão (1,5 MPa),- ressalta-se que aquele pesquisador utilizou as mesmas condições de ensaio (tipos de apoio, distância entre apoios, velocidade de carregamento e equipamento). Estes resultados eram esperados, uma vez que o resíduo dregs tem menor área específica superficial do que a lama de cal. Entretanto, a menor resistência à tração na flexão obtida por aquele pesquisador não era esperada. Essa diferença possivelmente ocorreu devido à

diferença no processo de cura utilizado para os corpos de prova: Gonçalves (2021) fez a cura em ambiente de laboratório, à qual facilita o processo de perda de água por evaporação. Este processo cria poros interconectados na matriz, elevando a porosidade/permeabilidade do sistema e, conseqüentemente, reduz a resistência mecânica.

No que se refere às diferentes formas geométricas dos corpos de prova, observou-se que houve contraste nos valores das resistências mecânicas. Na Figura 4.5 pode-se observar a comparação dos resultados para resistência mecânica em corpos de prova prismáticos e cilíndricos para a AD100.

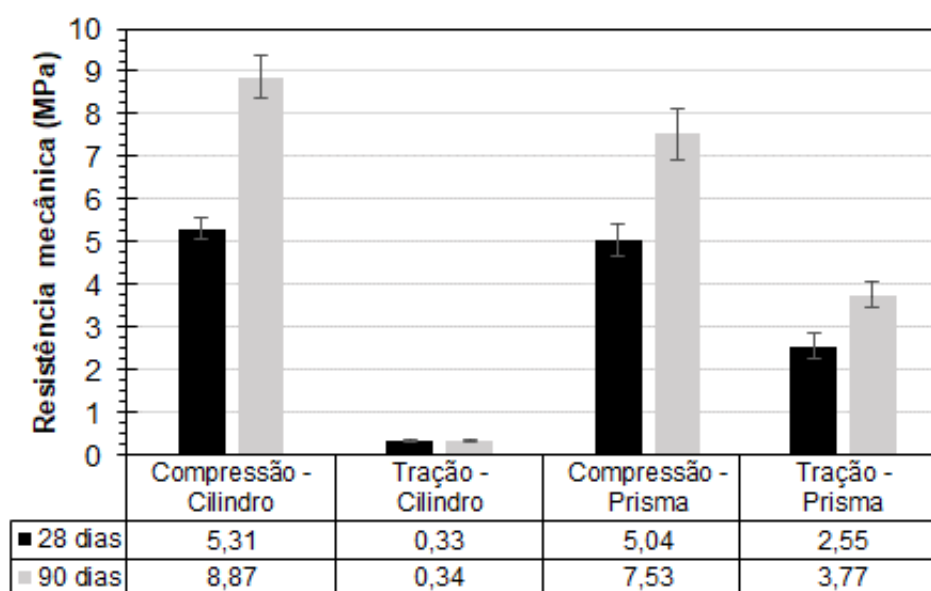


Figura 4.5: Resistência mecânica aos 28 e 90 dias de corpos de prova prismáticos e cilíndricos para a argamassa AD100.

A partir da Figura anterior, nota-se que o resultado obtido de resistência à compressão para os corpos de prova prismáticos foi inferior a dos cilíndricos. Com o objetivo de verificar se houve diferença significativa entre as duas formas geométricas, foi feita uma comparação estatística por ANOVA do DIC (Delineamento Inteiramente Casualizado) ao nível de probabilidade de 5% pelo teste F (Tabela 4.8).

Tabela 4.8: Quadro ANOVA do DIC de resistência mecânica para diferentes formatos dos corpos de prova, prismático e cilíndrico, da argamassa AD100.

Quadro ANOVA - DIC					
Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}
Tratamento	1	0,6475	0,6475	0,1373	18,5128
Resíduo	2	9,4361	4,7180	-	-
Total	3	10,0836	-	-	-

Como o valor de F calculado foi menor do que o $F_{5\%}$, concluiu-se que não houve diferença significativa entre os dois no intervalo de confiança de 95%, ou melhor, os dois formatos diferentes apresentaram estatisticamente a mesma resistência à compressão ao nível de 5% de probabilidade. Apesar dos dois resultados apresentarem estatisticamente o mesmo valor, a resistência inferior encontrada para o corpo de prova prismático não era esperada, visto que tal constatação vai de encontro à literatura técnica, à qual associa resistência à compressão maior para corpos de prova prismáticos em relação a cilíndricos (MARVILA, 2018; CAPRARO *et al.*, 2019; GONÇALVES, 2021).

Esse desacordo com a literatura pode ser atribuído a dois fatores principais. Primeiro à compactação; os corpos de prova cilíndricos foram moldados e compactados de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019) com 30 golpes em 4 camadas, enquanto aqueles autores utilizaram a NBR 5279 (ABNT, 2007), norma de compressão axial em corpos de prova cilíndricos de concreto, que prescreve a moldagem dos corpos de prova em 3 camadas com 15 golpes em cada uma delas. Assim, o processo de moldagem utilizado nesta pesquisa, diferente dos autores citados, contribuiu para formar corpos de prova elevadamente compactos, o que influencia diretamente na resistência à compressão. Essa compactação explica também o porquê de os dois formatos diferentes atingirem resistências iguais estatisticamente: tanto nos cilíndricos como nos prismáticos a energia de compactação foi suficiente para gerar corpos de prova de boa qualidade, com baixos índices de falhas e vazios; portanto, com baixa porosidade, que resultou no ganho de resistência mecânica. O segundo e último fator está associado às diferentes prensas utilizadas. Para os corpos de prova cilíndricos utilizou-se prensa manual e para os prismáticos uma prensa com sistemas eletromecânicos e hidráulicos. Quando

comparada àquela, esta permite boa precisão nos resultados, visto que os parâmetros de ensaios podem ser controlados por sistema automatizado. Desta forma era de se esperar que, ao utilizar prensas distintas, os resultados fossem diferentes, principalmente por causa de fatores como velocidade de carregamento, pratos e apoios utilizados.

A resistência à tração na flexão em três pontos foi maior do que a resistência à tração por compressão diametral. Esse resultado era esperado e foi coerente com a literatura (MEHTA e MONTEIRO, 2014; GONÇALVES, 2021). O método da flexão superestima o resultado, porque o modelo de cálculo assume relação linear de tensão e deformação em toda a seção transversal do corpo de prova. Essa relação não é totalmente linear, uma vez que a argamassa, quando próxima à ruptura, assume comportamento não-linear. Além disso, durante o ensaio de flexão em três pontos, diferentemente do de compressão diametral, apenas um pequeno volume da argamassa próximo à base e à região central do prisma é submetido a tensões elevadas, uma vez que o momento fletor máximo é situado no ponto médio entre os apoios (MEHTA E MONTEIRO, 2014). Esses fatores fazem com que a resistência à tração obtida no ensaio de flexão supere a da compressão diametral. Nesta, por outro lado, as amostras são submetidas ao carregamento ao longo da geratriz do cilindro em duas linhas axiais opostas, que produz tensão uniformemente distribuída ao longo da seção transversal do corpo de prova, apresentando resultado de resistência à tração mais próximo da realidade.

4.3.3 Densidade de massa aparente no estado endurecido

A densidade de massa aparente no estado endurecido foi determinada conforme os procedimentos recomendados pela NBR 13280 (ABNT, 2005). A Tabela 4.9 relaciona não só os resultados deste parâmetro para as duas composições (AC100 e AD100), como também os limites para as classificar consoante a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Ainda com base na Tabela 4.9, verifica-se que as duas composições foram classificadas como “M5”, apresentando alta densidade de massa aparente no estado endurecido. Salienta-se que houve diminuição da densidade de massa no estado fresco para o estado endurecido de 8% e 9% para as argamassas AC100 e AD100,

respectivamente. Essa redução ocorreu devido à perda de água por evaporação, em função do procedimento de cura empregado: ambiente de laboratório, seco e coberto. Gonçalves (2021) ao incorporar lama de cal na argamassa encontrou o valor de 1800 kg/m³ (3% menor do que a AD100), indicando que o resultado da AD100 é satisfatório e a diferença seguiu-se porque os dois resíduos, embora sejam provenientes da produção de celulose, são diferentes: a lama de cal é mais pura do que o dregs.

Tabela 4.9: Classificação e resultados do ensaio de densidade de massa aparente no estado endurecido.

Classe	ρ (kg/m³) NBR 13281 (ABNT, 2005)	ρ_{AC100} (kg/m³)	ρ_{AD100} (kg/m³)
M1	≤ 1200		
M2	1000 a 1400		
M3	1200 a 1600		
M4	1400 a 1800	1693	1849
M5	1600 a 2000		
M6	> 1800		

Segundo a Tabela 4.9, houve discrepância entre os valores desta propriedade para as duas composições. Com o objetivo de verificar se existe diferença significativa deste parâmetro para as argamassas AC100 e AD100, foi feito um teste estatístico pela ANOVA do DIC com o intervalo de confiança de 95% (Tabela 4.10).

Tabela 4.10: Quadro ANOVA do DIC de densidade de massa aparente no estado endurecido entre as argamassas AC100 e AD100.

Quadro ANOVA - DIC					
Fonte de variação	GL	SQ	QM	F	F _{5%}
Tratamento	1	5460,17	5460,17	2340,07	7,71
Resíduo	4	9,33	2,33	-	-
Total	5	5469,50	-	-	-

Como o valor de F foi maior do que F_{5%}, houve diferença significativa entre os dois resultados. Portanto, existe diferença entre as duas médias observadas para este

parâmetro ao nível de 5% de probabilidade pelo teste F. Isto posto, a argamassa AC100, apesar de possuir a mesma classificação do que a AD100, segundo a NBR 13281 (ABNT, 2005), apresentou densidade de massa aparente no estado endurecido menor do que a AD100, destacando-se que o resultado era esperado, uma vez que a massa específica do resíduo dregs é maior do que a da cal hidratada. O menor valor de densidade de massa faz com que a argamassa AC100 seja mais leve, o que implica na redução do peso próprio da edificação (MATTANA *et al.*, 2012). Isto é importante do ponto de vista estrutural, principalmente, por causa do menor custo na execução da estrutura. Entretanto, não é um fator determinante, em outros termos, que impossibilite a substituição da AC100 pela AD100 na Construção Civil.

Além disso, o elevado valor da AD100 ajuda a explicar o resultado de resistência mecânica, já que argamassas mais densas, ou melhor, menos porosas proporcionam maior resistência mecânica, pois a presença de poros reduz a área da seção transversal resistente onde a carga é aplicada, e atua como concentradores de tensão, aumentando a magnitude da tensão, favorecendo o aparecimento de trincas nessas regiões, as quais prejudicam o desenvolvimento de resistência mecânica (CALLISTER e RETHWISCH, 2016).

4.3.4 Absorção de água por capilaridade

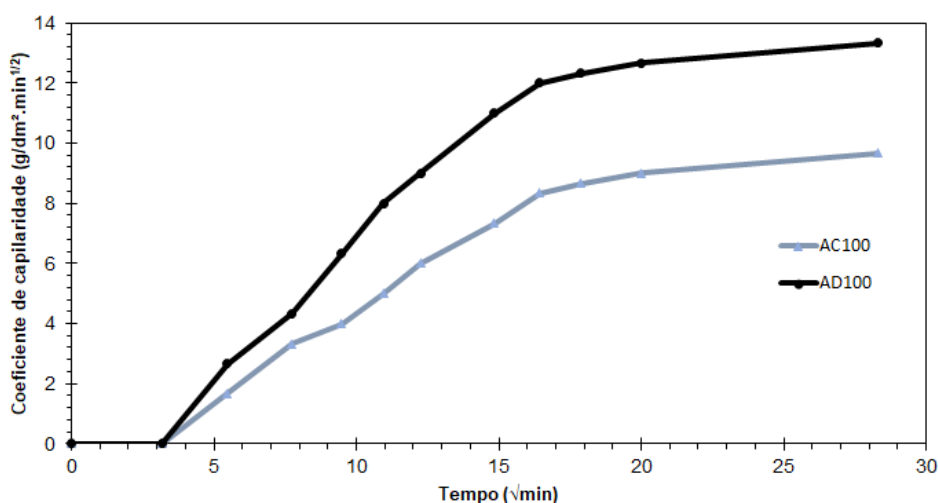
A absorção de água por capilaridade foi determinada conforme os procedimentos recomendados pela NBR 15259 (ABNT, 2005). A Tabela 4.11 relaciona a absorção de água (A_t) e o coeficiente de capilaridade (C) para as duas composições (AC100 e AD100), bem como os limites para as classificar consoante a NBR 13281 (ABNT, 2005). Ressalta-se que A_{10} e A_{90} correspondem à absorção de água aos 10 e 90 minutos, em g/cm^3 .

Destaca-se que as argamassas AC100 e AD100 obtiveram classificação “C4” e “C5”, respectivamente. O resultado para a argamassa com dregs vai de encontro com a literatura: Gonçalves (2021) obteve elevado valor do coeficiente de capilaridade ($16,51 g/dm^3 \cdot min^{1/2}$) para a argamassa com lama de cal.

Tabela 4.11: Classificação e resultados do ensaio de absorção de água por capilaridade.

A_t -AC100 (g/cm ²)	A_t -AD100 (g/cm ²)	Classe	C (g/dm ³ ·min ^{1/2})	C_{AC-100} (g/dm ³ ·min ^{1/2})	C_{AD-100} (g/dm ³ ·min ^{1/2})
		C1	≤ 1,5		
A ₁₀ = 0,25	A ₁₀ = 0,43	C2	1,0 a 2,5		
		C3	2,0 a 4,0		
		C4	3,0 a 7,0	4,0	6,3
A ₉₀ = 0,50	A ₉₀ = 0,83	C5	5,0 a 12,0		
		C6	> 10		

Esse maior valor do coeficiente de capilaridade da AD100 era esperado em relação à AC100, uma vez que o processo de cura utilizado foi em ambiente de laboratório. Como o produto desenvolvido demandou mais água para manter a consistência-padrão (Tabela 3.5, item 3.2.1), bem como elevada retenção de água, era de se esperar que a água (capilar e adsorvida) evaporasse durante o processo de cura, deixando os poros vazios ou não saturados, o que favoreceu o desenvolvimento de interstícios interconectados na matriz cimentícia (aumento de permeabilidade). Entretanto, essa não é uma característica que inviabiliza o uso da AD100, visto que o valor encontrado não é considerado elevado em comparação às argamassas comerciais, que variam entre “C4” e “C6”, como será visto mais adiante (item 4.4). Na Figura 4.6 pode-se observar o coeficiente de capilaridade para cada tempo analisado.

Figura 4.6: Coeficiente de capilaridade (g/dm³·min^{1/2}) com a raiz quadrada do tempo ($\sqrt{\text{min}}$).

A partir dessa Figura 4.6, nota-se que o ponto de saturação da argamassa AD100 foi de 5 horas, aproximadamente, e os coeficientes de capilaridade das argamassas AC100 e AD100, após 13 horas desde o início do ensaio, atingiram 10 e 13 g/dm³·min^{1/2}, respectivamente. Estes valores foram inferiores aos encontrados por Gonçalves (2021) somente no tempo de 90 minutos, indicando que para este parâmetro a argamassa AD100 supera àquela com lama de cal.

4.3.5 Resistência potencial de aderência à tração

A resistência potencial de aderência à tração foi determinada de acordo com os procedimentos da NBR 15258 (ABNT, 2005). A Tabela 4.12 mostra os valores obtidos para esta propriedade pelas argamassas confeccionadas, bem como as classificações conforme a NBR 13281 (ABNT, 2005).

Tabela 4.12: Classificação e resistência potencial de aderência à tração.

Classe	R_i (MPa) NBR 13281 (ABNT, 2005)	R_{AC100} (MPa)	R_{AD100} (MPa)
A1	< 0,20		
A2	≥ 0,20	0,22	0,25
A3	≥ 0,30		

De acordo com a Tabela 4.12 tanto a argamassa AC100 como a AD100 foram classificadas como "A2", ou seja, média resistência potencial de aderência. Os resultados obtidos foram confiáveis, visto que os coeficientes de variação obtidos foram inferiores a 10%, indicando homogeneidade nos dados. A argamassa AD100 superou a AC100, resultado associado ao refinamento de poros produzido pelo resíduo dregs, reduzindo a porosidade total do sistema; portanto, mantendo uma boa área de contato para transferência de tensões. Destaca-se que não ocorreu a formação de vazios interconectados, porque a cura foi realizada em ambiente submerso.

No tocante as argamassas de revestimento, a propriedade de aderência é fundamental, porque está associada ao potencial de o revestimento suportar tensões, sem comprometer sua aderência ao substrato. Essas tensões são originadas na

interface que liga o revestimento ao substrato. Além disso, o revestimento pode estar submetido a intempéries, o que afeta diretamente a qualidade da argamassa, comprometendo a aderência. Assim, espera-se que as argamassas apresentem boa aderência ao substrato, com o intuito de evitar que ocorram descolamentos indesejados (MARVILA, 2018). À vista disso, o produto desenvolvido cumpre o requisito de aderência.

Verifica-se que todos os corpos de prova, tanto da AD100 e AC100, foram rompidos na argamassa, ou seja, ruptura do tipo “A”, conforme classificação apresentada no item 3.2.3.2, mostrando que possuem boa aderência (Figura 4.7).



Figura 4.7: Ruptura das argamassas - (a) AD100; (b) AC100.

4.4 Comparação da argamassa AD100 com diferentes argamassas de múltiplo uso

A argamassa AD100 foi classificada de acordo com os requisitos da NBR 13821 (ABNT, 2005), como discutido nos itens anteriores. Com o objetivo de verificar a viabilidade tecnológica dessa argamassa, aos 28 dias, foi feita uma comparação entre ela com os diferentes tipos de argamassa de múltiplo uso comercializados no Brasil durante o ano de 2022, com base nos dados comerciais fornecidos pelos fabricantes. Além disso, confrontou-se o produto do presente estudo com a argamassa de múltiplo uso com lama de cal desenvolvida por Gonçalves (2021). Essas comparações estão mostradas na Tabela 4.13.

Tabela 4.13: Comparação da AD100 com as argamassas de Gonçalves (2021) e comerciais.

Propriedade	AC100	AD100	Lama de cal (GONÇALVES, 2021)	MATRIX 5201 múltiplo uso	Votomassa múltiplo uso
Densidade de massa no estado fresco (kg/m ³)	D5 (1849)	D6 (2010)	D6 (2004)	D4 (1600 a 2000)	D4 (1600 a 2000)
Retenção de água (%)	U6 (95,4)	U6 (95,9)	U6 (98)	U2 (72 a 85)	U3 (80 a 90)
Densidade de massa aparente no estado endurecido (kg/m ³)	M5 (1693)	M5 (1849)	M5 (1800)	M5 (1600 a 2000)	M4 (1400 a 1800)
Coefficiente de capilaridade (g/dm ³ ·min ^{1/2})	C4 (4,0)	C5 (6,3)	C6 (16,5)	C5 (5,0 a 12,0)	C5 (5,0 a 12,0)
Resistência potencial de aderência à tração (MPa)	A2 (0,22)	A2 (0,25)	A1 (0,16)	A3 (≥ 0,30)	A3 (≥ 0,30)
Resistência à tração na flexão (MPa)	R4 (2,0)	R4 (2,6)	R3 (1,5)	R4 (2,0 a 3,5)	R3 (1,5 a 2,7)
Resistência à compressão (MPa)	P3 (3,9)	P4 (5,0)	P5 (6,1)	P5 (5,5 a 9,0)	P4 (4,0 a 6,5)

A análise comparativa com a argamassa com lama de cal de Gonçalves (2021) mostra que ambos os resíduos possuem características semelhantes, quando da substituição da cal hidratada na produção de argamassas. Provavelmente isso ocorreu porque os dois resíduos eram provenientes da mesma matéria-prima (celulose), inertes e finos, o que contribuiu para o desenvolvimento das propriedades observadas.

A partir da análise da Tabela 4.13, pode-se observar que o produto desenvolvido no presente estudo apresentou resultados satisfatórios, mostrando que, em comparação às argamassas comerciais, é um produto viável, principalmente porque suas propriedades foram semelhantes as das argamassas comerciais. Todavia, houve diferenças em relação aos parâmetros de densidade de massa no estado fresco e retenção de água, não sendo algo que impossibilite a utilização da AD100. Assim, os resultados foram bastante promissores, uma vez que ocorreu a incorporação em elevado teor apresentou características comparáveis às argamassas comerciais do Brasil.

Logo, a utilização de dregs para a produção de argamassas de múltiplo uso é possível, visto que possui parâmetros e propriedades que garantem sua efetiva aplicação no ramo da Construção Civil. Contudo, vale a pena ressaltar que são necessárias mais pesquisas sobre o assunto, com o propósito de entender de maneira mais detalhada os efeitos da utilização desse resíduo em argamassas, especialmente com relação à durabilidade, para que a comercialização desse produto possa ser feita de forma responsável, confiável e segura.

4.5 Caracterização das argamassas

Destaca-se, como dito no item 3.2.4, que foi utilizada a técnica de troca de água por álcool isopropílico P.A. para interrupção das reações de hidratação das amostras aos 28 dias e as amostras foram armazenadas em dessecador a vácuo até a realização das análises.

4.5.1 Difração de raios X

A identificação das fases cristalinas nas argamassas AC100 e AD100 foi realizada aos 28 dias de idade e foi feita de acordo com os procedimentos informados no item 3.1.6. A Figura 4.8 mostra os difratogramas obtidos para as argamassas AC100 e AD100.

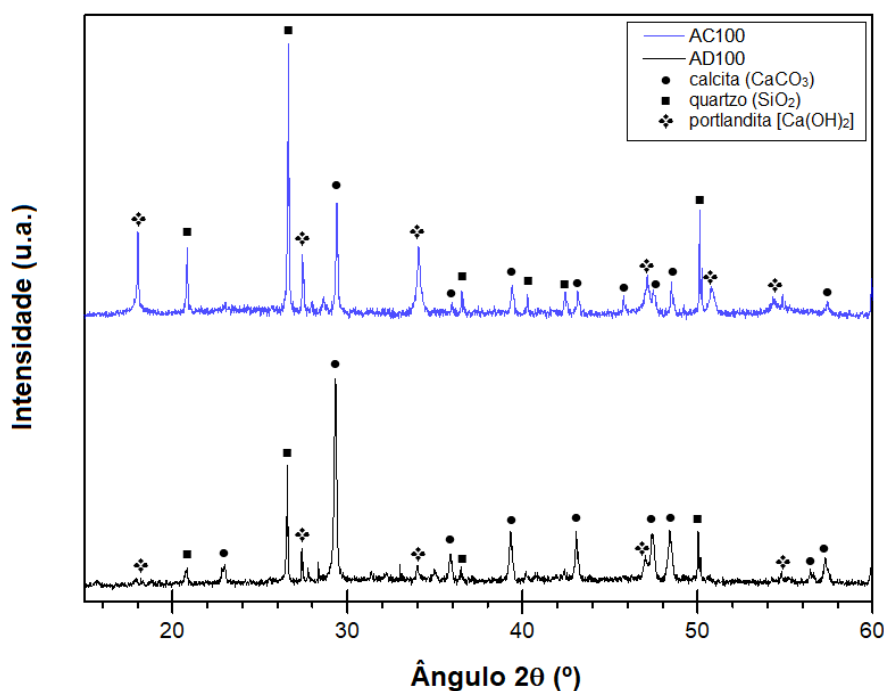


Figura 4.8: Difratograma das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.

Na Figura 4.8 pode-se observar que as principais fases cristalinas identificadas foram: calcita (CaCO_3), quartzo (SiO_2) e portlandita [$\text{Ca}(\text{OH})_2$]. Quando foi feita a substituição de cal hidratada por dregs sucedeu-se não só o aumento da quantidade de calcita nas amostras, evidenciado pela intensificação dos picos desta fase nos ângulos 23, 29, 39, 43, 48 e 58°, mas também pela redução de portlandita, indicada pelos ângulos 18, 29, 34, 47, 51, 55°. Esses comportamentos eram esperados, uma vez que o dregs foi considerado inerte e predominantemente composto de calcita (itens 3.1.3.2 e 3.1.6), e vai ao encontro com a literatura: Gonçalves (2021), ao substituir a cal hidratada por lama de cal, notou que, à medida que incorporou o resíduo na argamassa, houve aumento na quantidade de calcita e redução de portlandita. Além disso, pelo fato da AD100 apresentar menor quantidade de areia do

que a AC100, como mostrado na Tabela 3.6, fez com que o conteúdo de quartzo naquela fosse menor do que nesta. O aumento do conteúdo de areia na argamassa AC100 contribuiu para a presença de material inerte na amostra e, conseqüentemente, redução da resistência mecânica. Isso ajuda a explicar o porquê da resistência mecânica da AD100 ser superior à AC100: itens 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.5.

4.5.2 Termogravimetria

A análise termogravimétrica das argamassas AC100 e AD100 foi realizada conforme os procedimentos descritos no item 3.1.8. A Figura 4.9 mostra as curvas de TG e suas respectivas diferenciais para as duas argamassas, avaliadas aos 28 dias.

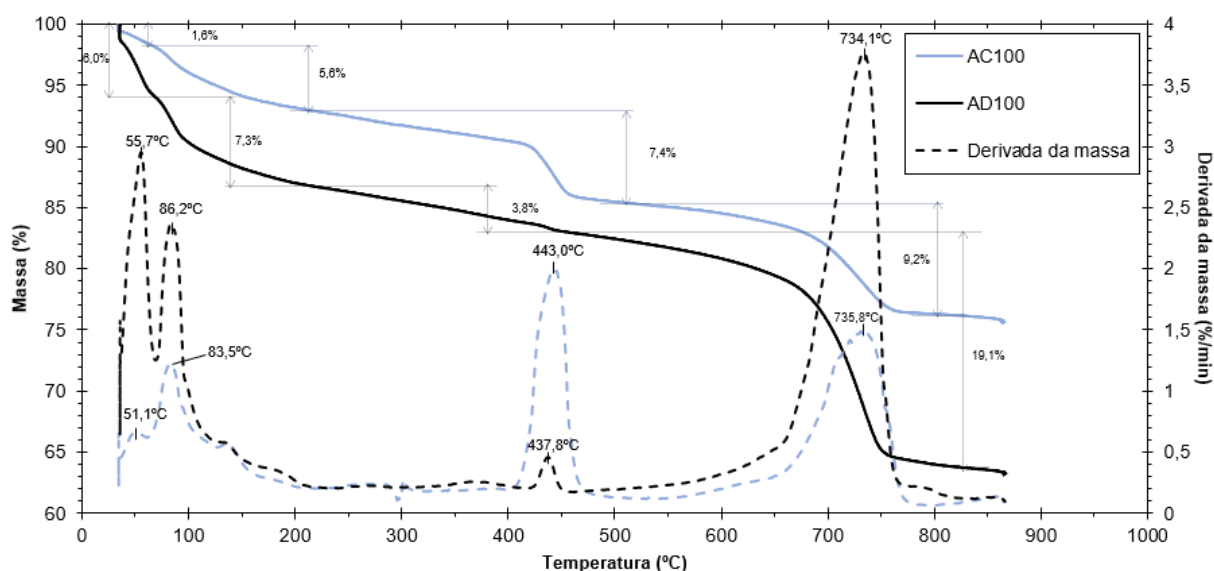


Figura 4.9: Curvas termogravimétricas das argamassas AC100 e AD100.

Na Figura 4.9 pode-se observar que os comportamentos das duas composições foram similares durante o ensaio, com picos bem definidos e característicos de perda de água livre, da desidratação do C-S-H, etringita – fase AF_t , e das fases de hidratação dos monossulfatos – AF_m , da desidroxilação do hidróxido de cálcio livre e também da decarbonatação do carbonato de cálcio.

As duas argamassas apresentaram o primeiro pico entre 50 e 55°C, o qual representa a perda de álcool isopropílico livre. Vale salientar que a isoterma foi realizada durante o período de um minuto apenas, que não foi suficiente para eliminar

completamente os resquícios de álcool livre nas amostras. Destaca-se que o valor encontrado para a perda de massa nesta faixa de temperatura foi superior para a AD100 (6%) em relação à AC100 (1,6%); portanto, a quantidade de vazios presentes naquela argamassa foi superior a esta. Ressalta-se que esse resultado era esperado e vai ao encontro com o item 4.2.1 deste trabalho: a mistura com dregs demandou mais água; logo, maior teor de ar incorporado, favorecendo a presença de vazios após saída da água no interior da argamassa. Entre as faixas de temperatura de 80 a 200°C ambas as argamassas apresentaram picos referentes à desidratação do C-S-H, da etringita e das fases de hidratação dos monossulfatos, nesta ordem. Salienta-se que a perda de massa para a argamassa AD100 nesta faixa foi superior à da AC100, o que indica que a quantidade destes compostos naquela argamassa foi maior. O valor superior de C-S-H (1° pico) na AD100 corrobora os resultados apresentados nos itens 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.5, uma vez que a presença desse gel é responsável pela resistência mecânica das argamassas. Verifica-se a presença de um pico isolado na AC100 em 300°C, ao qual foi atribuído à decomposição da hidrogranada. A seguir, foram encontrados picos característicos em 437,8 e 443,0°C na AC100 e AD100, na devida ordem, referentes à desidroxilação do hidróxido de cálcio – portlandita (Equação 4.1), com perdas de massa para a AC100 e AD100 de 7,4 e 3,8%, respectivamente. Esse resultado era esperado, uma vez que a cal hidratada é reativa, diferente do dregs, contribuindo para maior formação de portlandita no sistema. Vale destacar que a presença de portlandita na argamassa com dregs foi atribuída ao cimento utilizado (RAMACHANDRAN *et al.*, 2002; KHOSHNAZAR *et al.*, 2013b; SONG *et al.*, 2018).



Em temperaturas acima de 730°C foram encontrados picos correspondentes à descarbonatação do carbonato de cálcio (CaCO_3), calcita, para as duas amostras (Equação 4.2), especificamente em 735,8°C para a AC100 e 734,1°C para a AD100, com perdas de massa de 9,2% e 19,1%, respectivamente. Esse pico foi mais expressivo na argamassa contendo dregs, visto que esta possuía mais calcita do que a cal hidratada, como dito no item 3.1.6. Esse comportamento, contudo, pode não estar apenas associado à presença de calcita presente no resíduo, mas também possivelmente à carbonatação da amostra durante sua manipulação. Embora a

argamassa AD100 tenha apresentado maior quantidade de calcita do que a AC100, não foi suficiente para reduzir a resistência mecânica, de modo que esta fosse inferior à argamassa de referência. Esse resultado provavelmente seguiu-se em virtude da quantidade superior de C-S-H e menor conteúdo de areia na AD100, como discutido no item 4.5.1 (RAMACHANDRAN *et al.*, 2002).



4.5.3 Calorimetria por condução isotérmica

Durante os primeiros minutos da hidratação da pasta com cimento Portland, ocorre o período de pré-indução (estágio I), em que o calor é liberado rapidamente durante a dissolução de espécies iônicas e a formação das fases hidratadas (etringita). O segundo estágio, conhecido como período de indução ou de dormência, é caracterizado pelas reações de hidratação lentas e a formação dos hidratos cristalinos. Após o período de dormência ocorre a aceleração das cinéticas das reações e os produtos da hidratação reagem entre si, resultando no início da pega do cimento Portland. Tal estágio corresponde ao período de aceleração e está associado ao pico de hidratação do C_3S , hidrato cristalino, que forma o C-S-H e a portlandita $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$. Após esse pico iniciam-se os estágios IV e V, períodos de pós-aceleração, em que as taxas de reação reduzem novamente devido ao preenchimento de poros existentes entre as partículas de cimento Portland e solidificação da pasta. Neste período pode ocorrer um terceiro pico relacionado à hidratação do C_3A e formação da etringita continuada (LAGIER e KURTIS, 2007; NEVILLE, 2015).

A Figura 4.10 mostra o fluxo de calor das argamassas AC100 e AD100, em miliwatts por grama de material seco (m.s.) pelo tempo em horas, obtido a partir da técnica de calorimetria por condução isotérmica a 23°C. As duas pastas apresentaram tendências similares; o primeiro pico associado ao estágio de pré-indução, período de dormência caracterizado pela baixa emissão de fluxo de calor e o período de aceleração com o pico de hidratação de C_3S . Porém, observa-se que apenas a argamassa AC100 apresentou o terceiro pico característico à hidratação dos aluminatos (C_3A). O período de pré-indução não será discutido neste trabalho; porque, como mencionado no item 3.2.4.3, não foi possível mensurar o pico inicial de liberação

de calor, já que a mistura da água e do cimento foi realizada fora do equipamento e o tempo de início da mistura até a colocação da argamassa no calorímetro foi de oito minutos. Ressalta-se que foi tomado o cuidado de acondicionar as amostras no interior de um recipiente de EPS (poliestireno expandido, isopor) para isolá-las termicamente no percurso do local de mistura até ao calorímetro.

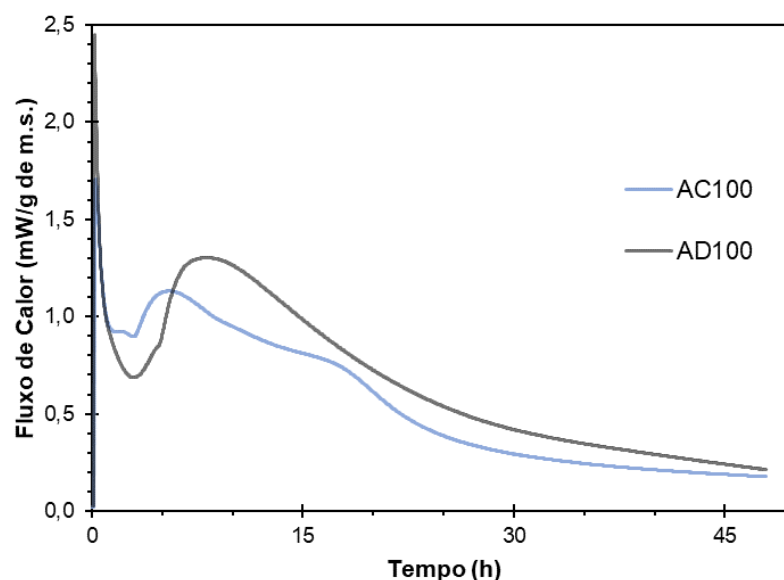


Figura 4.10: Fluxo de calor das argamassas AC100 e AD100.

A partir da análise da Figura 4.10 nota-se que a substituição de cal hidratada pelo dregs (AD100) resultou no aumento dos períodos de dormência e aceleração, além de apresentar o pico de fluxo de calor na fase de aceleração superior (1,30 mW/g m.s.) ao da AC100 (1,13 mW/g m.s.). Esse comportamento era esperado e vai ao encontro da explicação dada no item 4.1.2, em que esse efeito foi atribuído ao envelopamento das partículas de cimento pelos dregs, retardando o início do período de aceleração, que corresponde ao tempo de início de pega. Esse elevado valor pode ser atribuído à característica inerte e fina do resíduo dregs, que favorece a ocorrência da nucleação heterogênea, ou seja, houve o aumento de sítios para os produtos de hidratação do cimento, conferindo maior formação de C-S-H. O fato da argamassa AD100 apresentar maior quantidade de C-S-H fez com a resistência mecânica dela superasse a da AC100, corroborando os resultados obtidos nos itens 4.3.1, 4.3.2 e 4.3.5.

Entretanto, esse aumento do fluxo de calor no período de aceleração causou elevação do calor acumulado da argamassa AD100 (113,21 J/g m.s.) em aproximadamente 19% em comparação ao da AC100 (95,23 J/g m.s.), como mostra a Figura 4.11.

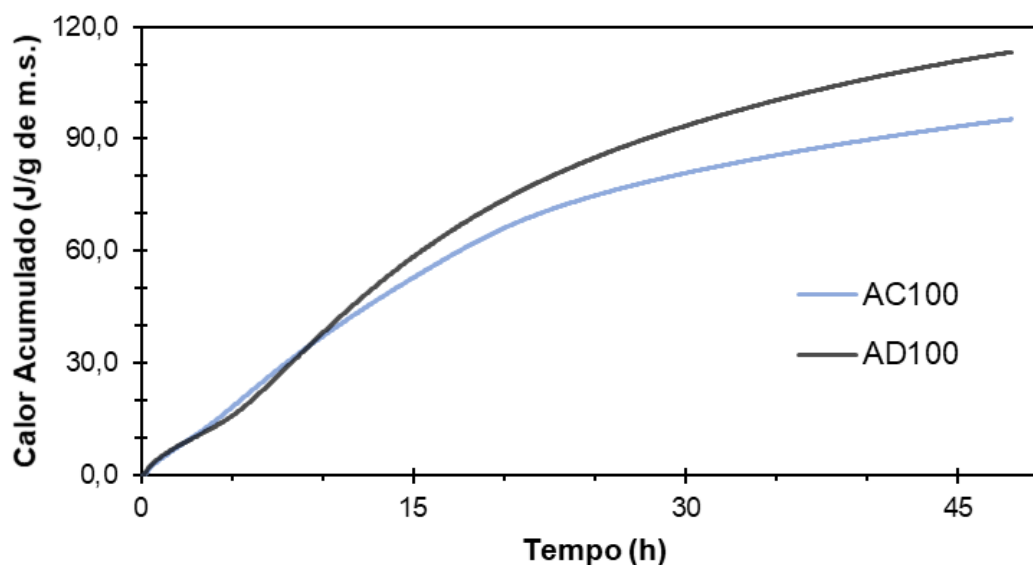


Figura 4.11: Calor acumulado das argamassas AC100 e AD100.

A redução do calor da AC100 era previsível, visto que o uso de pozolanas, como a cal hidratada, reduz o calor acumulado total; porque, as reações pozolânicas são mais lentas em relação às de hidratação do cimento (MEHTA e MONTEIRO, 2014). A elevação do calor de hidratação da AD100 pode ser negativa, por causa do aparecimento de fissuras quando as argamassas são aplicadas em locais de clima quente ou moldagens em elevados volumes, os quais não foram avaliados neste trabalho. O calor acumulado da AD100, após 48h, vai ao encontro da literatura: Gonçalves (2021) relatou o calor acumulado da argamassa com lama de cal de 128,1 J/g m.s. no mesmo período de ensaio (48h).

4.5.4 Porosimetria por intrusão de mercúrio

A porosimetria por intrusão de mercúrio foi feita de acordo com os procedimentos do item 3.2.4.4. Os gráficos obtidos para as duas argamassas foram semelhantes, como mostram as Figura 4.12 e Figura 4.13.

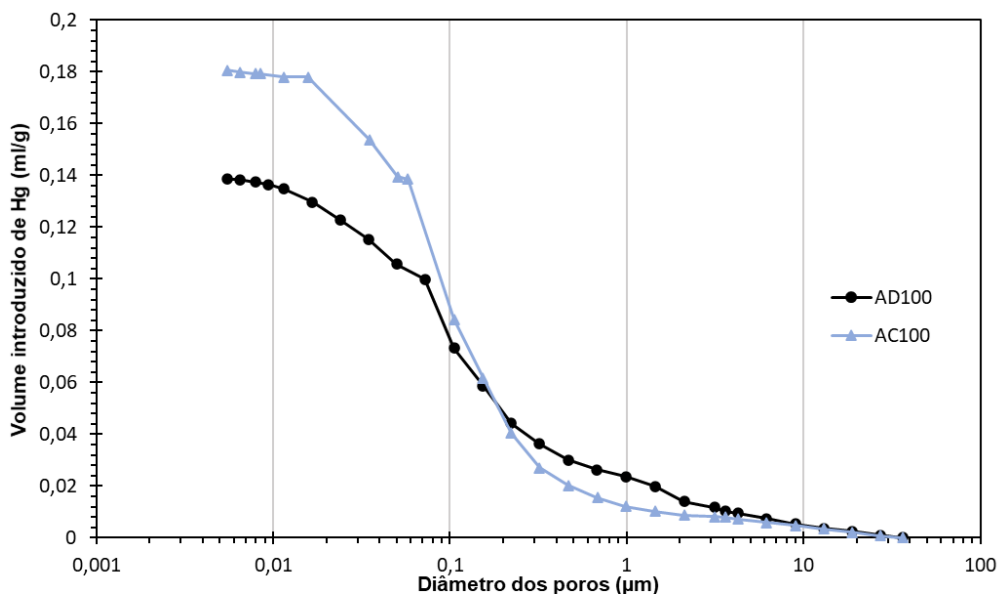


Figura 4.12: Volume introduzido de mercúrio, em ml/g, por diâmetro dos poros em μm das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.

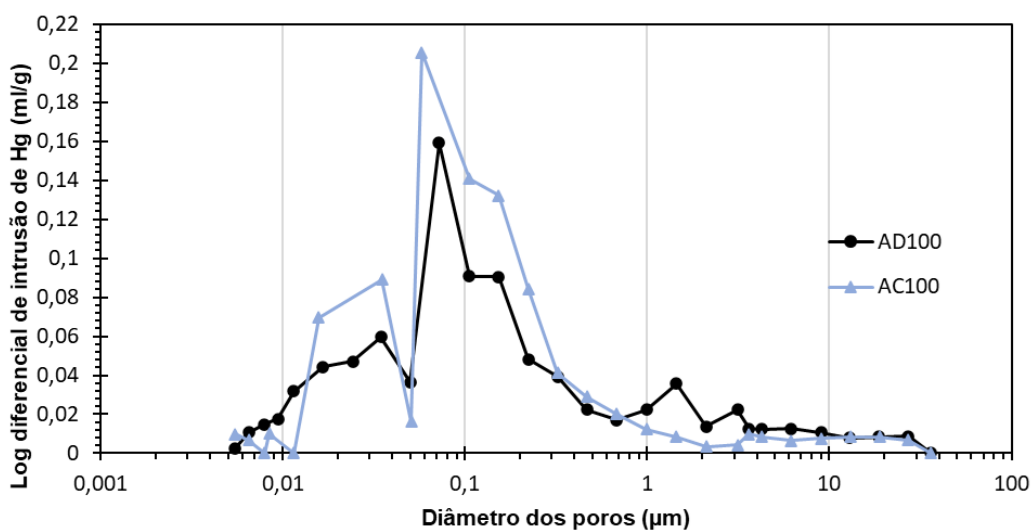


Figura 4.13: Log diferencial de intrusão de mercúrio, em ml/g, por diâmetro dos poros em μm das argamassas AC100 e AD100 aos 28 dias.

Com base na Figura 4.12 pode-se observar que a AD100 apresentou menor volume de intrusão de mercúrio (0,1386 ml/g) em relação à AC100 (0,1805 ml/g), o que representa redução de aproximadamente 23%, indicando menor quantidade de poros no produto obtido. Tal diminuição é resultado do refinamento de poros causado pela incorporação do resíduo dregs. A estrutura porosa das duas argamassas foi avaliada com base no volume de mercúrio introduzido em diferentes tamanhos de

poros, conforme estudos de MEHTA e MONTEIRO (2014), como mostra a Tabela 4.14.

Tabela 4.14: Classificação dos tamanhos de poros (MEHTA e MONTEIRO, 2014).

Composição	Fases	Capilares	Capilares	Teor de ar
	hidratadas	médios	grandes	incorporado
	(%)	(%)	(%)	(%)
	< 0,01 μm	0,01 até 0,05 μm	0,05 até 1,00 μm	> 1,0 μm
AC100	1,5	21,2	71,7	5,6
AD100	2,7	21,0	61,9	14,4

Na Tabela 4.14 pode-se observar que, após os 28 dias de cura, em comparação à AC100, o volume introduzido de mercúrio da argamassa AD100, ou melhor, a porosidade desta foi inferior na faixa de capilares grandes, de 0,05 até 1 micrômetro. Essa redução pode ser explicada pelo efeito fíler promovido pela incorporação de um resíduo inerte e fino (dregs), o que contribui para o refinamento de poros maiores; portanto, maior densificação da argamassa, corroborando os resultados mecânicos obtidos neste trabalho. Por outro lado, a AD100 apresentou porosidade superior na faixa de teor de ar incorporado (14,4%), maior do que 1 micrômetro. Este resultado era esperado e vai ao encontro dos itens 4.2.1 e 4.5.2: a presença de vazios capilares pela maior adição de água no sistema. Tais vazios interconectados prejudicam diretamente a resistência mecânica e, especialmente, a durabilidade da argamassa, o que não ocorreu com a AD100.

Apesar de possuir porosidade maior nos vazios do ar incorporado, a porosidade e as médias de tamanhos de poros obtidas pelo equipamento foram inferiores para a AD100 em relação à AC100, como mostra a Tabela 4.15. Essa porosidade inferior da AD100 corrobora outros resultados obtidos no presente estudo.

Tabela 4.15: Resultados obtidos pela técnica de intrusão de mercúrio.

Parâmetro	AC100	AD100
Porosidade (%)	24	19
Área total de poros (m^2/g)	10,67	9,08
Diâmetro médio dos poros (μm)	0,04	0,02

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

5.1 Conclusões

O propósito deste trabalho foi avaliar o máximo teor de substituição possível da cal hidratada pelo dregs para confecção de argamassas de múltiplo uso, de modo que o produto desenvolvido fosse aplicado de forma efetiva no ramo da Construção Civil. Para tanto, foi feita a caracterização das matérias-primas e a avaliação da viabilidade tecnológica da argamassa desenvolvida. Com base nisso e nos principais resultados obtidos a partir do programa experimental, pode-se concluir que:

- a caracterização do resíduo indicou que o dregs era próximo à cal hidratada em relação a sua granulometria e composição química. Entretanto, ao contrário da cal hidratada, o dregs foi considerado inerte, indicando elevada quantidade de calcita;
- na produção das argamassas destaca-se que ao substituir a cal hidratada por dregs, a argamassa demandou maior quantidade de água para manter a consistência-padrão. O teor máximo de substituição de cal hidratada, no tocante ao desempenho mecânico, foi de 100% (AD100) e a cura submersa em água saturada de cal hidratada apresentou menor variabilidade experimental, representando elevada homogeneidade nos resultados;
- no tocante às propriedades tecnológicas no estado fresco do produto desenvolvido, salienta-se que a utilização de dregs em argamassas retardou os tempos de início e fim de pega em 180 e 30 minutos, respectivamente, bem como manteve elevada retenção de água (95,9%) e resultou no aumento não só da densidade de massa (9%), como também do teor de ar incorporado (3%);
- à vista das propriedades tecnológicas no estado endurecido, a incorporação de dregs superou os resultados de resistência mecânica da argamassa de referência aos 28 e 90 dias, além de causar aumento da absorção de água e da densidade de massa em relação àquela;
- em relação às argamassas comerciais, a AD100 apresentou resultados promissores, visto que as propriedades tecnológicas foram comparáveis;
- as técnicas analíticas corroboraram os resultados observados, sendo que a resistência mecânica desenvolvida pelo produto final foi graças ao efeito fíler,

ou seja, preenchimento de vazios causado por um resíduo inerte e fino, comprovado pela redução da porosidade na AD100 e pelas análises térmicas e mineralógicas.

A partir destas constatações e dos resultados obtidos, conclui-se que a substituição da cal hidratada por dregs para produção de argamassas de múltiplo uso é possível, uma vez que foi possível obter um produto com características satisfatórias para aplicação na Construção Civil. Porém, como já dito, são necessários novos ensaios, sobretudo de durabilidade, visto que é um resíduo industrial.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

A seguir, são apresentadas algumas sugestões para trabalhos futuros para complementar o conhecimento sobre o potencial de aplicação de argamassas com dregs na área da Construção Civil:

- estudar diferentes dosagens e propor diferentes teores de substituição da cal hidratada por dregs e avaliá-los quanto às propriedades tecnológicas;
- avaliar as argamassas com substituição de cal hidratada por dregs no tocante à durabilidade: ataques ácidos e por sulfatos, névoa salina, deterioração pelo fogo e por reações químicas;
- avaliar os extratos lixiviados e solubilizados das matérias-primas e argamassas contendo dregs;
- estudar a interação do resíduo com diferentes componentes da argamassa, variando o tipo de cal hidratada utilizada, o cimento e/ou o agregado miúdo;
- avaliar as propriedades tecnológicas das argamassas sob diferentes tipos de cura: submersa em água, mantida ao livre e ambiente de laboratório;
- produzir argamassas com dregs de outras plantas industriais, avaliando as mesmas propriedades obtidas neste trabalho;
- avaliar a produção de concretos com a incorporação de dregs como fíler;
- avaliar a estabilidade dimensional das argamassas desenvolvidas por meio de instrumentação: dilatação e contração térmica, fluência, retração por secagem.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Almeida, H.C., Silveira, C.B., Ernani, P.R., Campos, M.L., Almeida, D. (2007) Composição química de um resíduo alcalino da indústria de papel e celulose (DREGS). *Química Nova*, São Paulo - SP, Vol. 30: p. 1669-1672.

Antoniuzzi, J. P., Mohamad, G., Casali, J. M., Schmidt, R. P. B. (2020) Incorporação de ar em argamassas estabilizadas: influência dos aditivos, agregados e tempo de mistura. *Ambiente Construído*, Vol. 20: p. 285-304.

Antonio, J. S. P. (2015) *Evolution of mechanical properties and drying shrinkage in lime-based and lime cement-based mortars with pure limestone aggregate*, *Construction and Building Materials*, Vol. 77: p. 472-478.

American Society for Testing and Materials (2016) *Standard practice for use of unbounded caps in determination of compressive strength of hardened concrete cylinders: ASTM C-1231* - Novo México.

American Society for Testing and Materials (2019) *Standard Specification for Mortar for Unit Masonry: ASTM C-270* - Novo México.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2002) *Concreto - Determinação do teor de ar em concreto fresco - Método pressométrico: NBR NM 47* - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2003) *Agregados – Determinação da composição granulométrica: NBR NM 248*. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2003) *Agregados - Determinação do material fino que passa através da peneira 75 micrometros, por lavagem: NBR NM 46*. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2004) *Resíduos sólidos - Classificação: NBR 10004* - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2004) Procedimento para obtenção de extrato lixiviado de resíduos sólidos: NBR 10005 - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2004) Procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos: NBR 10006 - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Requisitos: NBR 13281 - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão: NBR 13279 - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa aparente no estado endurecido: NBR 13280. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade: NBR 15259. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado: NBR 13278. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da retenção de água: NBR 13277. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2005) Argamassa para revestimento de paredes e tetos – Determinação da resistência potencial de aderência à tração: NBR 15258. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2009) Agregado miúdo – Determinação da massa específica e massa específica aparente: NBR NM 52. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2009) Agregados para concreto - Especificação: NBR 7211. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2011) Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos: NBR 7222. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2012) Cimento Portland - Análise química - Determinação de perda ao fogo: NBR NM 18. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2013) Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Especificação: NBR 13749 - Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2014) Materiais pozolânicos — Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias: NBR 5752. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2015) Materiais pozolânicos — Requisitos: NBR 12653. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016) Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência: NBR 13276. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2016) Amostras de solo — Preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização: NBR 6457. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2017) Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica: NBR 16605. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2018) Cimento Portland — Determinação da pasta de consistência normal: NBR 16606. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2018) Cimento Portland — Determinação dos tempos de pega: NBR 16607. Rio de Janeiro.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (2019) Cimento Portland — Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos: NBR 7215. Rio de Janeiro.

Azevedo, A.R.G., Alexandre, J., Marvila, M.T., Xavier, G.C., Monteiro, S.N., Pedroti, L.G. (2020) *Technological and environmental comparative of the processing of primary sludge waste from paper industry for mortar. Journal of Cleaner Production*, Vol. 249: p.119336.

Azevedo, A.R.G., Costa, A.M., Cecchin, D., Pereira C.R., Marvila M.T., Adesina A. (2022) *Economic potential comparative of reusing different industrial solid wastes in cementitious composites: a case study in Brazil. Environment, Development and Sustainability*, Vol. 24: p. 5938–5961.

Bajpai, P. (2015). *Green Chemistry and Sustainability in Pulp and Paper Industry*. Londres: Springer International Publishing, 258p.

Bajpai, P. (2018). *Biermann's handbook of pulp and paper: paper and board making*. 3ª Edição. Nova York: Elsevier, 576p.

Callister, W. D.; Rethwisch, D. G. (2016) *Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução*. 9ª Edição, São Paulo: LTC, 912p.

Carasek, H. (2010) Argamassas. In: ISAIA, G. C. *Materiais de Construção Civil*, 2ª Edição, São Paulo: IBRACON, 52p.

Capraro, D.F.A., Capraro, A.P.B., Argenta, M.A., Medeiros, M.H.F. (2019) Experimental and numerical evaluation of mortar specimens shape and size influence on compression tests. *Ibracon de Estruturas e Materiais*. Vol. 12: p. 429-444.

El-Fadel, M., Findikakis, A.N., Leckie, J.O. (1997) *Environmental impacts of solid waste landfilling*, *Journal of Environmental Management*, Vol. 50: 25p.

European Standards (1999) *Methods of test for mortar for masonry – Part 7: Determination of air content of fresh mortar*. EN 1015-7.

Fiorito, A.J.S.I. (2009) *Manual de argamassas e revestimentos: estudos e procedimentos de execução*. 2ª Edição. São Paulo: Pini, 232p.

Gemelli, E., Camargo, N.H.A., Brescansin, J. (2001). *Evaluation of paper industry wastes in construction material applications*. *Materials Research*, Vol. 4: p. 297-304.

Golmaei, M., Kinnarinen, T., Jernstrom, E., Hakkinen, A. (2018) *Efficient separation of hazardous trace metals and improvement of the filtration properties of green liquor dregs by a hydrocyclone*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 183: p. 162-171.

Gonçalves, H.S. (2021) *Substituição da cal hidratada por lama de cal, resíduo da indústria de celulose, na produção de argamassas de múltiplo uso*. *Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil)*, Campos dos Goytacazes - RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense – UENF, 91p.

Guimarães, J.E.P. (2002) *A cal: fundamentos e aplicações na Engenharia Civil*. 2ª Edição. São Paulo: Pini, 340p.

Gutiérrez, A.S., Caneghem J.V., Martínez, J.B.C., Vandecasteele, C. (2012) *Evaluation of the environmental performance of lime production in Cuba*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 31: p. 126-136.

Haile, A., Gelebo, G.G., Tesfaye, T., Mengie, W., Mebrate, M.A., Abuhay, A., Limeneh,

D.Y. (2021) *Pulp and paper mill wastes: utilizations and prospects for high value-added biomaterials. Bioresources and Bioprocessing*, Vol. 8: p. 1-22.

IBÁ – Indústria Brasileira de Árvores. Relatório anual 2021. Disponível em: <<https://www.iba.org/datafiles/publicacoes/relatorios/relatorioiba2021-compactado.pdf>>. Acesso em: 10/07/2022.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Comissão Nacional de Classificação, 2022. Disponível em: <<https://concla.ibge.gov.br/busca-online-cnae.html?subclasse=1710900&tipo=cnae&versao=10&view=subclasse>>. Acesso em: 05/07/2022.

Junior, L.P., Brennand, F., Silva, A.J.C., Oliveira, R.A. (2006) Estudo sobre a qualidade da cal produzida em Pernambuco e suas influências nas argamassas. *Ambiente Construído*, Vol. 11: p. 4299-4308.

Kinnarinen, T., Golmaei, M., Jernstrom, E., Häkkinen, A. (2016) *Separation, treatment and utilization of inorganic residues of chemical pulp mills*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 133: p. 953–964.

Khoshnazar, R., Beaudoin, J., Raki, L., Alizadeh, R. (2013) *Solvent exchange in sulfoaluminate phases. Part II: monosulfate*. *Advances in Cement Research*. Vol. 25: p. 322-331.

Laauser, E.R. (2010) *Balço de elementos não processáveis em um fábrica de celulose*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Campinas - SP, Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, 90p.

Lagier, F. e Kurtis, K.E. (2007) *Influence of Portland Cement Composition on Early Age Reactions with Metakaolin*. *Cement and Concrete Research*, Vol. 37: p. 1411-1417.

Maciel, M.H., Soares, G.S., Romano, R.C.O., Cincotto, M.A. (2019) *Monitoring of*

Portland cement chemical reaction and quantification of the hydrated products by XRD and TG in function of the stoppage hydration technique. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 136: p. 1269–1284.

Marliere, E., Mabrouk, M., Lamblet, P., Coussot, P. (2012) *How water retention in porous media with cellulose ethers works. Cement & Concrete Research*, Vol. 42: p. 1501-1512.

Martínez-Lage, I., Velay-Lizancos, M., Vázquez-Burgo, P., Rivas-Fernández, M., Vázquez-Herrero, C., Ramírez-Rodríguez, A., Martín-Cano, M. (2016). *Concretes and mortars with waste paper industry: Biomass ash and dregs. Journal of Environmental Management*, Vol. 181: p. 863-873.

Martins, R.O.G., Alvarenga R.C.S., Pedroti L.G., Oliveira A.F., Mendes B.C., Azevedo A.R.G. (2018) *Assessment of the durability of grout submitted to accelerated carbonation test. Construction & Building Materials*, Vol.159: p. 261-268.

Marvila, M.T. (2018) *Desenvolvimento de um aditivo para argamassas de múltiplo uso com uma composição argila-calcário*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Campos dos Goytacazes - RJ, Universidade Estadual do Norte Fluminense - UENF, 178p.

Match!: Phase identification from powder diffraction. Version 3.14: Crystal Impact, 2022. Disponível em: <<https://www.crystalimpact.com/match/download.htm>>. Acesso em: 10/03/2022.

Matias, D.V.S. (2012) *Análise do potencial de valorização dos resíduos de licor verde da indústria de pasta de papel*. Dissertação (Mestrado em Engenharia do Ambiente), Portugal, Universidade de Coimbra, 69p.

Mattana, A.J., Medeiros, M.H.F., Silva, N.G., Costa, M.R.M.M. (2012) *Análise hierárquica para escolha entre agregado natural e areia de britagem de rocha para confecção de argamassas de revestimento. Ambiente Construído*, Vol. 12: p. 63-79.

Mehta, P. K. e Monteiro, P. J. M. (2014) *Concrete: Microstructure, Properties, and Materials*. 4ª Edição. Berkeley: McGraw-Hill Professional., 675p.

Miner, R. e Upton, B. (2002) *Methods for estimating greenhouse gas emissions from lime kilns at Kraft pulp mills*. *Energy*, Vol. 27: p. 729-738.

Neville, A.M. (2015) *Propriedades do concreto*. 5ª Edição. São Paulo: Bookman, 912p.

Novais, R.M., Carvalheiras, J., Senff, L., Labrincha, J.A. (2018) *Upcycling unexplored dregs and biomass fly ash from the paper and pulp industry in the production of eco-friendly geopolymer mortars: A preliminary assessment*. *Construction & Building Materials*, Vol. 184: p. 464-472.

Novais, R.M., Carvalheiras, J., Senff, L., Seabra M.P., Pullar, R.C., Labrincha, J.A. (2019) *In-depth investigation of the long-term strength and leaching behaviour of inorganic polymer mortars containing green liquor dregs*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 220: p. 630-641.

Nurmesniemi, H., Pöykiö, R., Perämäki, P., Kuokkanen, T. (2005) *The use of a sequential leaching procedure for heavy metal fractionation in green liquor dregs from a causticizing process at a pulp mill*. *Chemosphere*, Vol. 61: p. 1475-1484.

Ochoa, P.A.G., Gutiérrez, A.S., Martínez, J.B.C., Vandecasteele, C. (2010) *Cleaner production in a small lime factory by means of process control*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 18: p. 1171-1176.

Pedroso, C.L. (2020) *Compósitos à base de rejeito do minério de ferro, resíduo de concreto, resíduos da produção de celulose e resíduo da produção da cal*. Tese (Doutorado em Engenharia Civil), Curitiba - PR, Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR, 142p.

Pereira, P.M. (2010) *Projeto e operação de hidratadores industriais de cal virgem*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Uberlândia-MG, Universidade

Federal de Uberlândia - UFU, 141p.

Pinto, S.J.F. (2005) *Valorização de resíduos da indústria da celulose na produção de agregados leves*. Dissertação (Mestrado em Gestão ambiental, materiais e valorização de resíduos), Portugal, Universidade de Aveiro, 131p.

Piotto, Z.C. (2003) *Eco-eficiência na indústria de celulose e papel - estudo de caso*. Tese (Doutorado em Engenharia Hidráulica e Sanitária), São Paulo - SP, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo - USP, 379p.

Pczieczech, A. (2017) *Análise das propriedades físicas e mecânicas de argamassa para revestimento utilizando cinza volante e resíduos de borracha de pneus inservíveis*. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil), Joinville - SC, Universidade do Estado de Santa Catarina - UDESC, 147p.

Quina, M.J.; Pinheiro, C.T. (2020) *Inorganic Waste Generated in Kraft Pulp Mills: The Transition from Landfill to Industrial Applications*. *Applied Sciences*, Vol. 10: p. 1-20.

Ramachandran, V.S. (2002) *Handbook of Thermal Analysis of Construction Materials*. William Andrew Publishing/Noyes, Norwich, 680p.

Ribeiro, A. P. (2010) *Avaliação do uso de resíduos sólidos inorgânicos da produção de celulose em materiais cerâmicos*. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), São Paulo – SP, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, 142p.

Rodrigues, L.R., Francisco, A.C.O., Sagrillo, V.P.D., Louzada, D.M., Entringer J.M.S. (2016) Caracterização de resíduos sólidos da indústria de celulose tipo kraft visando sua aplicação no desenvolvimento de materiais cerâmicos. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 22, Natal - RN, p. 750-760.

Rodrigues, L.R., Junkes, J.A., Savazzini-Reis A., Louzada, D.M., Sagrillo, V.P.D. (2021) *Potential use of Kraft pulp mill and flat glass cutting wastes in red ceramic products*. *Ceramics International*, Vol. 47: p. 17971-17979.

Santos, R.F., Alvarenga, R.C.S., Mendes, B., Carvalho, J.M., Pedroti, L., Azevedo, A. (2018) *Addition of Dregs in Mixed Mortar: Evaluation of Physical and Mechanical Properties*. *The Minerals, Metals & Materials Society*: p. 419-427.

Santos, V.R., Cabrelon, M.D., Trichês, E.S., Quinteiro, E. (2019) *Green liquor dregs and slaker grits residues characterization of a pulp and paper mill for future application on ceramic products*. *Journal of Cleaner Production*, Vol. 240: p. 118220.

Scrivener, K. L. (2017) *A practical guide to microstructure analysis of cementitious materials*. 1ª Edição. Londres: Taylor & Francis Group, 560p.

Seyyedali-pour, S.F., Kebria D.Y., Malidarreh N.R., Norouznejad G. (2014) *Study of utilization of pulp and paper industry wastes in production of concrete*. *Journal of Engineering Research and Applications*, Vol.4: p. 115–122.

Silva, N.G., Campiteli, V. C. (2006) *Influência de finos e da cal nas propriedades das argamassas*. *XI Encontro nacional de tecnologia no ambiente construído - ENTAC*, Florianópolis – SC, p. 4349-4358.

Simão, L., Hotza, F., Raupp-Pereira, F., Labrincha, J.A., Montedo, O.R.K. (2018) *Wastes from pulp and paper mills - a review of generation and recycling alternatives*. *Ceramica*, Vol. 64: p. 443-453.

Song, H., Jeong, Y., Bae, S., Jun, Y., Yoon, S., Oh, J.E. (2018) *A study of thermal decomposition of phases in cementitious systems using HT-XRD and TG*. *Construction and Building Materials*, Vol. 169: p. 648-661.

Sukai, Y.S., David, A.N., Kana E.B.G. (2020) *Recent developments in the application of kraft pulping alkaline chemicals for lignocellulosic pretreatment: Potential beneficiation of green liquor dregs waste*. *Bioresource Technology*, Vol. 306: 12p.

Torres, C.M.M.E., Silva, C.M., Pedroti, L.G., Fernandes, W.E.H., Ballotin, F.C.,

Zanuncio, A.J.V. (2020) *Dregs and grits from kraft pulp mills incorporated to Portland cement clinker. Journal of Material Cycles and Waste Management*, Vol. 22: p. 851-861.

Trejbal, J. (2018) *Mechanical properties of lime-based mortars reinforced with plasma treated glass fibers. Construction and Building Materials*, Vol. 190: p. 929-938.

Wolff, E. (2008) *O uso do lodo de estação de tratamento de água e resíduos da indústria de celulose (dregs, grits e lama de cal) na produção de cerâmica vermelha. Tese (Doutorado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos)*, Belo Horizonte - MG, Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG, 188p.

Wolff, E., Schwabe, W.K., Conceição, S.V. (2015) *Utilization of water treatment plant sludge in structural ceramics, Journal of Cleaner Production*, Vol. 96: p. 282-289.

Zanella, B.P. (2011) *Aproveitamento de resíduos da indústria de celulose e papel em argamassa mista de revestimento interno. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental)*, Bauru - SP , Universidade Estadual Paulista - UNESP, 66p.

Zanella, B.P., Sá, E.B., Acorinti, N.O., Trannin, I.C.B., Simões, S.J.C. (2014). *Durability of mixed mortar lining containing dregs-grits. American Journal of Environmental Sciences*, Vol. 10: p. 44-47.