

UFPA

PPGEC

Universidade Federal do Pará



Márcio Rodrigo Nunes de Souza

Influência do resíduo do caulim tratado termicamente da região Amazônica e o seu potencial uso como material suplementar ao cimento Portland.

TESE DE DOUTORADO

Instituto de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

Tese orientada pelo Professor Marcelo de Souza Picanço

Belém – Pará – Brasil

2022

Universidade Federal do Pará
Instituto de Tecnologia
Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil



Márcio Rodrigo Nunes de Souza

Influência do resíduo do caulim tratado termicamente da região Amazônica e o seu potencial uso como material suplementar ao cimento Portland.

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Pará, como parte dos requisitos para obtenção do Título de Doutor.

Orientador: Professor Marcelo de Souza Picanço

Belém - Pará - Brasil

2022

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

S719i Souza, Márcio.
Influência do resíduo do caulim tratado termicamente da região
Amazônica e o seu potencial uso como material suplementar ao
cimento Portland. / Márcio Souza. — 2022.
clxv, 165 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Marcelo Picanço de Souza
Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de
Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil,
Belém, 2022.

1. Atividade Pozolânica. 2. Resíduo de Caulim. 3.
Durabilidade. 4. Argamassas. 5. Concretos. I. Título.

CDD 620.11



**INFLUÊNCIA DO RESÍDUO DO CAULIM TRATADO
TERMICAMENTE DA REGIÃO AMAZÔNICA E O SEU
POTENCIAL USO COMO MATERIAL SUPLEMENTAR AO
CIMENTO PORTLAND**

AUTOR:

MÁRCIO RODRIGO NUNES DE SOUZA

TESE SUBMETIDA A BANCA EXAMINADORA
APROVADA PELO COLEGIADO DO PROGRAMA DE
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL DO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO PARÁ, COMO REQUISITO PARA
OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM
ENGENHARIA CIVIL NA ÁREA DE ESTRUTURAS E
CONSTRUÇÃO CIVIL.

APROVADO EM: 23 / 11 / 2022.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Marcelo de Souza Picanço
Orientador (UFPA)

Prof. Dr. Mateus Antônio Nogueira Oliveira
Membro Externo (UFMG)

Prof. Dr. Adelson Bezerra de Medeiros
Membro Externo (UFPA)

Profa. Dra. Luciana de Nazaré Pinheiro Cordeiro
Membro Interno (UFPA)

Visto:

Prof. Dr. Marcelo de Souza Picanço
Coordenador do PPGEC / ITEC / UFPA

Agradeço a Deus que me deu forças para concluir este projeto de forma satisfatória. À minha família, minha querida esposa, Lívia Fernanda Costa Jucá, e ao meu filho Márcio Rodrigo Nunes de Souza Filho cujo incentivo, apoio, compreensão e companheirismo, principalmente nos momentos difíceis e pela distância, foram fundamentais para esta realização.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela oportunidade de alcançar mais essa importante conquista em minha vida, e por me abençoar no desenvolvimento de todas as atividades do curso de doutorado.

Ao meu orientador e amigo, Professor Marcelo de Souza Picanço, pelo apoio e compreensão nos momentos difíceis e pela orientação neste trabalho científico.

Ao Professor Dênio Ramam, pela parceria e colaboração na elaboração do meu trabalho.

Aos Professores Carlos Berggman e Annelise Alves, da UFRGS, onde iniciei o curso, pela parceria e colaboração na elaboração do meu trabalho.

A Indústria Cadam S/A por ceder o resíduo, objeto da minha pesquisa. E ao CNPq, financiadora deste trabalho.

A UFPA pelo apoio estrutural na realização dos ensaios e pesquisas. Os alunos de pós-graduação da UFPA, Maurílio Pimentel, e funcionários dos laboratórios, pelo empenho no decorrer da realização dos ensaios e colaboração na coleta dos dados para o presente estudo.

Minha gratidão ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil nas pessoas dos seus coordenadores durante período de realização do doutoramento, professores Dênio Ramam Carvalho de Oliveira, Marcelo de Souza Picanço e à secretária Sanny Ramos Mendes de Assis.

Agradecimento especial ao Instituto Federal do Amapá, que concedeu o afastamento das minhas atividades laborais, a fim de me dedicar com exclusividade aos estudos e pesquisas, em busca desta formação.

Agradeço aos meus amigos, Agostinho Júnior, Josinei Amanajás, Lucas Nunes, Higor Jucá e Osvaldo Júnior pela paciência e companheirismo ao longo desses últimos anos.

Agradeço sinceramente a todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para a elaboração deste trabalho. De maneira particular, expresso minha gratidão a minha esposa Lívia Jucá que foi a minha maior incentivadora para este feito sempre cuidando de minha vida e do nosso filho Márcio Filho.

Agradeço aos meus pais Zacheu e Jacira (in memoriam) pela vida e mesmo do Céu me incentivaram a mais uma conquista em minha vida e aos meus irmãos e padrinho: Maria, Joana, Ricardo, Flávio e Jerônimo. Sem minha família, meu caminho até aqui não seria possível.

Muito Obrigado.

RESUMO

De Nunes Souza, M. R. (2022) Influência do resíduo do caulim tratado termicamente da região Amazônica e o seu potencial uso como material suplementar ao cimento Portland. Tese de Doutorado, Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, Pará, Brasil, 2022.

As indústrias minerais produzem resíduos em grande quantidade e em diversos tipos e níveis de periculosidade, como por exemplo, a indústria de beneficiamento do caulim, a qual produz resíduos à base de sílica, mica e caulinita. O descarte desse material em local inadequado ocasiona um forte impacto ambiental, que poderia ser minimizado com a utilização desse resíduo como matéria prima para uso em construção civil. Este trabalho tem como objetivo estudar a incorporação dos resíduos de caulim calcinados como material suplementar ao cimento e concretos para uso na construção civil. Nesta pesquisa foram utilizados resíduos de caulim oriundos da mina do Felipe localizada no sul do Amapá, sendo realizados ensaios de caracterização física, química e mineralógica, o índice de atividade pozolânica dos resíduos calcinados nas temperaturas 500°C, 700°C e 900°C, assim como, a análise térmica, de acordo com as normas da ABNT. Para os ensaios tecnológicos mecânicos (Ensaio de resistência à compressão simples, módulo de deformação e resistência à tração por compressão diametral) e durabilidade (Ensaio de absorção de água por imersão e ensaio de absorção de água por capilaridade), foram incorporados com 0%, 10%, 15% e 20% de resíduo de caulim calcinados, em substituição à parte do cimento Portland. Os resultados obtidos mostraram que os resíduos calcinados apresentaram elevada atividade pozolânica a uma temperatura de 700°C, o uso do resíduo de caulim calcinado apresentou comportamento mecânicos e durabilidade como material suplementar ao cimento e concretos dentro das normas da ABNT, e por fim concluímos que existe viabilidade técnica da utilização do resíduo para o uso na construção civil como material suplementar ao cimento, assim como utilização para concretos de alta resistência.

PALAVRAS-CHAVE:

Atividade pozolânica; resíduo de caulim; argamassa; durabilidade; concreto.

ABSTRACT

De Nunes Souza, M. R. (2022) Influence of heat-treated kaolin waste from the Amazon region and its potential use as a supplementary material to Portland cement. Doctoral Thesis, Institute of Technology, Federal University of Pará, Belém, Pará, Brazil, 2022.

Mineral industries produce waste in large quantities and in different types and levels of danger, such as the kaolin processing industry, which produces waste based on silica, mica and kaolinite. The disposal of this material in an inappropriate place causes a strong environmental impact, which could be minimized with the use of this waste as raw material for use in civil construction. This work aims to study the incorporation of calcined kaolin residues as a supplementary material to cement and concrete for use in civil construction. In this research, kaolin residues from the Felipe mine located in the south of Amapá were used, being carried out physical, chemical and mineralogical characterization tests, the pozzolanic activity index of the calcined residues at temperatures 500°C, 700°C and 900°C, as well as the analysis heat, according to ABNT standards. For the mechanical technological tests (Simple compressive strength tests, modulus of deformation and tensile strength by diametral compression) and durability (Water absorption tests by immersion and water absorption test by capillarity), were incorporated with 0%, 10%, 15% and 20% of calcined kaolin waste, replacing part of the Portland cement. The results obtained showed that the calcined residues presented high pozzolanic activity at a temperature of 700°C, the use of calcined kaolin residue presented mechanical behavior and durability as a supplementary material to cement and concrete within the ABNT norms, and finally we concluded that there is viability technique of using waste for use in civil construction as a supplementary material to cement, as well as use for high-strength concrete.

KEYWORDS:

Pozzolanic activity; kaolin residue; mortar; durability; concrete.

“Nossa maior fraqueza é a desistência. O caminho mais certo para o sucesso é sempre tentar apenas uma vez mais.”

(Thomas Alva Edison)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.	1
1.1 JUSTIFICATIVA.	2
1.2 OBJETIVOS	3
1.2.1 OBJETIVO GERAL.....	3
1.2.2 OBJETIVO ESPECÍFICOS	3
1.3 ESTRUTURA DA PESQUISA.....	5
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
2.1 GENETRALIDADES.....	6
2.2 CAULIM.	7
2.3 METACAULIM.	9
2.4 LOCALIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO	10
2.5 MINERAÇÃO E PROCESSAMENTO.	12
2.5.1 GÊNESE E GEOLOGIA DO DEPÓSITO.....	15
2.5.2 APROVEITAMENTO DO REJEITO DO CAULIM.	15
2.6 ADIÇÕES MINERAIS.	17
2.7 MATÉRIA-PRIMA PARA FABRICAÇÃO DO CIMENTO	18
2.7.1 ESCÓRIA DE ALTO-FORNO.	18
2.7.2 ESCÓRIA DE ACIARIA.	20
2.8 MATERIAIS POZOLÂNICOS.	21
2.9 FILLER.	24
2.10 ARGAMASSAS.	24
2.10.1 TIPOS DE ARGAMASSAS.	25
2.10.1.1 Argamassa de cal.	25
2.10.1.2 Argamassa de cimento.....	25
2.10.1.3 Argamassa mista.	26
2.10.1.4 Argamassa como revestimento.	26
2.10.1.5 Argamassa matriz protótipo.....	27
2.10.2 PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS NO ESTADO FRESCO.	27
2.10.2.1 <i>Trabalhabilidade e aspectos realógicos das argamassas.</i>	27
2.10.2.2 <i>Consistência e plasticidade.</i>	28
2.10.2.3 <i>Retenção de água.</i>	28

2.10.2.4	<i>Massa específica e teor de ar incorporado.</i>	28
2.10.2.5	<i>Retração por secagem.</i>	29
2.10.3	PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS NO ESTADO ENDURECIDO.	29
2.10.3.1	<i>Aderência.</i>	29
2.10.3.2	<i>Capacidade de absorção e deformações.</i>	30
2.10.3.3	<i>Retração.</i>	31
2.10.3.4	<i>Resistência mecânica.</i>	31
2.10.3.5	<i>Permeabilidade e durabilidade</i>	32
2.11	CONCRETO.	32
2.11.1	PROPRIEDADES DO CONCRETO NO ESTADO FRESCO	33
2.11.1.1	<i>Trabalhabilidade e consistência.</i>	33
2.11.1.2	<i>Homogeneidade.</i>	34
2.11.1.3	<i>Pega e endurecimento</i>	34
2.11.2	PROPRIEDADES DO CONCRETO NO ESTADO ENDURECIDO.	35
2.11.2.1	<i>Massa específica.</i>	35
2.11.2.2	<i>Resistência.</i>	35
2.11.2.3	<i>Módulo estático de elasticidade.</i>	36
2.11.2.4	<i>Durabilidade.</i>	37
3	ARTIGO 1 - CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS DE UMA MISTURA CIMENTÍCIA COM RESÍDUO DE CAULIM.	38
3.1	INTRODUÇÃO.	39
3.2	METODOLOGIA.	40
3.2.1	MATERIAIS UTILIZADOS.	40
3.2.2	MÉTODOS.	43
3.3	ANÁLISE DOS RESULTADOS.	47
3.3.1	ANÁLISE TÉRMICA.	47
3.3.1.1	<i>Análise termogravimétrica.</i>	47
3.3.2	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA.	48
3.3.2.1	<i>Difração de raios X.</i>	48
3.3.3	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA	49
3.3.3.1	<i>Fluorescência de raios X (FRX).</i>	49
3.3.4	CARACTERIZAÇÃO DE REATIVIDADE	49
3.3.4.1	<i>Índice de atividade pozolânica com cal.</i>	49
3.3.4.2	<i>Índice de atividade pozolânica com cimento.</i>	50

3.3.4.3 <i>Análise de Rietveld</i>	51
3.4 CONCLUSÕES	52
3.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
4. ARTIGO 2 - AVALIAÇÃO DO RESÍDUO DA MINERAÇÃO DO CAULIM TRATADO TERMICAMENTE PARA A PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS	56
4.1. INTRODUÇÃO	57
4.2 MATERIAIS UTILIZADOS	59
4.3 METODOLOGIA	62
4.3.1 <i>Ensaio mecânicos</i>	63
4.3.2 <i>Ensaio de durabilidade</i>	64
4.4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	66
4.4.1 ENSAIOS MECÂNICOS	67
4.4.1.1 <i>Resistência à compressão axial</i>	67
4.4.1.2 <i>Ensaio de módulo de elasticidade</i>	68
4.4.1.3 <i>Resistência à tração na flexão</i>	68
4.4.2 ENSAIOS DE DURABILIDADE	69
4.4.2.1 <i>Ensaio de absorção de água por imersão</i>	69
4.4.2.2 <i>Ensaio de absorção de água por capilaridade</i>	70
4.4.2.3 <i>Retração por secagem</i>	72
4.5 CONCLUSÕES	73
4.6 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS	73
5. ARTIGO 3 - USO DO RESÍDUO DO CAULIM TRATADO TERMICAMENTE PARA A PRODUÇÃO DE CONCRETO DE ALTO DESEMPENHO	76
5.1. INTRODUÇÃO	77
5.2 MATERIAIS UTILIZADOS	79
5.3 – METODOLOGIA	82
5.3.1 <i>Ensaio mecânicos</i>	82
5.3.2 <i>Ensaio de durabilidade</i>	84
5.4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	85
5.4.1 ENSAIOS MECÂNICOS	85
5.4.1.1 <i>Resistência à compressão axial no concreto</i>	85

5.4.1.2 <i>Ensaio de módulo de elasticidade</i>	86
5.4.1.3 <i>Resistência à tração por compressão diametral no concreto</i>	87
5.4.2 ENSAIOS DE DURABILIDADE.....	88
5.4.2.1 <i>Ensaio de absorção de água por imersão</i>	88
5.4.2.2 <i>Ensaio de absorção de água por capilaridade</i>	89
5.5 CONCLUSÕES	91
5.6 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS	91
6. CONCLUSÃO GERAL	94
5.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	95
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	96
APÊNDICE - ANÁLISE ESTATÍSTICA.	110

Lista de Figuras

Figura	Página
Figura 1 – Estrutura da tese.....	5
Figura 2 – Localização da Mina do Felipe onde é explorado o caulim pela Cadam S/A.....	12
Figura 3 – Foto da Mina do Felipe onde é explorado o caulim pela Cadam S/A.....	13
Figura 4 – Fluxograma do processo de beneficiamento de caulim	14
Figura 5 – Foto do resíduo de caulim da Cadam S/A.....	17
Figura 6 – Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.	40
Figura 7 - Análise de termogravimétrica das amostras de rejeito de Caulim	48
Figura 8 – Análise do DRX das amostras do rejeito de caulim in natura e calcinados..	48
Figura 9 – Desempenho das amostras calcinadas quanto ao índice de atividade pozolânica com a cal.....	50
Figura 10 – Índice de atividade pozolânica com o cimento das amostras de resíduo de caulim tratado termicamente.....	51
Figura 11 – Análise de difração de raios X de misturas de cimento com o resíduo de caulim tratado termicamente em diferentes temperaturas e quantificação por análise de Rietveld.....	52
Figura 12 - Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.....	61
Figura 13 - Fluxograma com os planejamentos das etapas da pesquisa.....	66
Figura 14 – Resistência à compressão das amostras.....	67
Figura 15 – Avaliação do módulo de elasticidade das amostras de argamassas na idade de 28 dias e 650 dias.....	68
Figura 16 – Resistência à tração na flexão.....	69
Figura 17 – Absorção de água total das amostras de argamassas.....	70
Figura 18 – Absorção de água capilar das argamassas. Em (A) para a idade de 28 dias e em (B) para a idade de 91 dias.....	71
Figura 19 – Análise da retração por secagem nas amostras de argamassas até a idade de 28 dias.....	72
Figura 20 – Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.....	81
Figura 21 – Fluxograma com os planejamentos da etapas da pesquisa.....	85

Figura 22 – Resposta à resistência a compressão das amostras de concreto na idade de 28 e 650 dias. Resultados expressos em média mais ou menos desvio padrão. As letras minúsculas distintas representam diferença significativa quando as amostras são comparadas entre grupos para a mesma variável.....	86
Figura 23 – Análise do módulo de elasticidade dos concretos em diferentes idades.....	87
Figura 24 – Resistência a tração por compressão diametral das amostras de concreto.....	88
Figura 25 – Absorção de água total das amostras de concreto, na idade de 28 e 91 dias.....	89
Figura 26 – Absorção de água capilar das amostras de concreto. Em (A) na idade de 28 dias e em (B) na idade de 91 dias.....	90

Lista de Tabelas

Tabela	Página
Tabela 1 – Exigências mecânicas e realógicas para argamassas.....	32
Tabela 2 – Propriedades do cimento CP II-F 32.....	41
Tabela 3 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.....	42
Tabela 4 – Proporção de mistura para IAP com cal, relação água/finos e relação hidróxido de cálcio/adição mineral.....	45
Tabela 5 – Proporção de mistura para IAP com cimento e relação água/finos.....	46
Tabela 6 – Resultados das análises de FRX.....	49
Tabela 7 – Composição química do cimento (CP V ARI). PF: perda do fogo.....	60
Tabela 8 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.....	60
Tabela 9 – Composição química do resíduo de caulim calcinado.....	61
Tabela 10 – Consumo dos materiais em kg/m ³ para todas as argamassas.....	62
Tabela 11 – Composição química do cimento (CP V ARI). PF: perda do fogo.....	79
Tabela 12 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.....	80
Tabela 13 – Composição química do resíduo de caulim calcinado.....	81
Tabela 14 – Consumo dos materiais para a produção dos cimentos em kg/m ³	82

1. INTRODUÇÃO

Ao longo da história, o homem vem explorando de forma inadequada, os recursos naturais para produzir os mais diversos tipos de materiais. Essa exploração vem aumentando cada vez mais devido ao grande crescimento populacional e o elevado déficit habitacional, a intensa industrialização e o aumento do poder aquisitivo da população em geral. Devido a estes fatores, estão ocorrendo grandes alterações no meio ambiente, as quais vêm comprometendo negativamente a qualidade do solo, ar e os recursos hídricos (PIOVEZAN JR., 2007).

As indústrias beneficiadoras de caulim vêm preocupando os ambientalistas devido à enorme quantidade de resíduos gerados, que estão sendo lançados no ecossistema sem nenhum processo de tratamento para eliminar ou reduzir seus constituintes presentes (LIMA, 2005).

A utilização de resíduos como materiais de construções pode contribuir para diminuir o consumo de combustível e o preço dos materiais de construção, para preservação ambiental e o aperfeiçoamento de política social. Estes resíduos quando incorporado num traço para uso em construção civil envolvem aspectos químicos, físicos e de risco ambiental, tanto em seus valores médios como na sua dispersão ao longo do tempo (LIMA et al., 2006).

Caulim é o termo que denomina a rocha, de granulometria fina, constituída de material argiloso, com baixo teor de ferro, de cor branca ou quase branca que contém a caulinita e o também denomina o produto (LUZ, et al., 2005). Possui ampla aplicação industrial e, constantemente, são descobertos novos usos. As principais aplicações do caulim são carga de papel e das pastas cerâmicas. A região do Sul do Amapá, possui uma mina de caulim, onde o beneficiamento do caulim é realizado pela empresa Cadam S/A (Caulim da Amazônia). Aproximadamente 75% do caulim extraído, ou seja 1,215 Mt, de certa forma, desperdiçados, o que gera pilhas de resíduos finos e grosseiros, que são depositados nos pátios das empresas onde ocupam grande espaço e causam impactos ao meio ambiente pela emissão de particulados quando secos (CASTRO, 2010).

Para que a argila caulinítica possa desenvolver a atividade pozolânica existe a necessidade que a mesma sofra um processo de calcinação, em temperaturas entre 500°C e 900°C, e posteriormente a moagem, visando diminuição da sua granulometria. Quando o processo de moagem reduz o tamanho das partículas a valores inferiores a 5µm, constata-se uma excelente atividade pozolânica, sendo denominado por alguns autores como metacaulim de alta

reatividade. Esta capacidade pozolânica faz com que este material possa substituir parte do cimento no concreto com o objetivo de aumentar a sua durabilidade e a sua resistência.

Com base no exposto, observa-se a constante necessidade de estudos que permitam um aproveitamento racional do resíduo proveniente das indústrias beneficiadoras, para uso como material de construção. Portanto, este trabalho tem o propósito de estudar a potencialidade destes resíduos para serem utilizados em argamassas e concretos.

1.1 JUSTIFICATIVA

A grande proporção do resíduo gerado no beneficiamento de caulim indica uma ineficiência nesse processo, pois no processo de beneficiamento do caulim são gerados dois tipos de resíduos que são lançados em lagoas de sedimentação. O primeiro resíduo é constituído basicamente por quartzo, proveniente da etapa de separação da areia. O segundo é proveniente das etapas de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtração originando um resíduo fino na forma de lama. Em razão da quantidade resultante ser significativa, superior a 20% da produção bruta, tal resíduo se configura como um problema para a indústria e para o meio ambiente. (DOS ANJOS, et al., 2011) e (CAMPOS, L. F. A, et al., 2007).

Estudar melhorias no processo de beneficiamento do caulim para reduzir a geração de resíduos assim como encontrar uma finalidade para o resíduo é importante para a diminuição desses impactos bem como para a valorização econômica do material extraído. Com isso, serão apresentados neste estudo os resultados obtidos em laboratório, da avaliação da possibilidade de recuperação do caulim descartado no processo de beneficiamento (centrifugação, separação magnética e filtração) e também da viabilidade de aproveitamento do resíduo como material com características cimentícias.

É viável lembrar que, o aproveitamento de rejeitos deve ser encarado com uma atividade complementar, que poderá contribuir muito na redução de custos finais de produção, permitindo a adição de algum valor ao resíduo. Os depósitos de resíduos devem ser vistos como mais uma fonte de renda e não apenas simples armazenadores de resíduos. Com base no exposto, e na potencialidade da industrialização do caulim no Brasil, observa-se a constante necessidade de estudos que permitam um aproveitamento racional dos resíduos provenientes das indústrias beneficiadoras.

Atualmente a substituição em parte do cimento pelo uso de adição mineral como pozolanas vêm crescendo em virtude dos conhecimentos técnico-científicos cada vez mais sistematizados, consolidando as características e propriedades destes materiais para uso nos mais diversos setores industriais em especial, o da construção civil.

O uso deste resíduo com propriedades pozolânicas em substituição parcial ao cimento vem a ser uma alternativa para reduzir custos promovendo melhorias significativas nas propriedades mecânicas de argamassas e concreto (REZENDE, 2008). Pesquisas recentes avaliam esta incorporação e os seus resultados reagem positivamente quanto a este uso.

As pozolanas freqüentemente são mais baratas do que o cimento Portland que elas substituem, possuem a característica de uma hidratação lenta, e uma baixa taxa de desenvolvimento de calor: isto é de grande importância na construção em massa, e é por isso que o cimento Portland-pozolana ou uma substituição parcial do cimento Portland pela pozolana é vista como promissora (SABIR, et al., 2001; COIMBRA, et al., 2002).

No Brasil, existem alguns trabalhos de pesquisa com caulim, especialmente da região amazônica, uma vez que contém 98% das reservas brasileiras, principalmente nos estados do Pará, do Amapá e do Amazonas (ANUÁRIO MINERAL BRASILEIRO, 2018).

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo principal avaliar, a partir de uma abordagem mineralógica, a capacidade de reação pozolânica do lodo caulim produzidos a partir dos resíduos de caulim como material suplementar em cimentos e a produção de concretos de altas resistências.

1.2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Como objetivo secundário, tem-se:

- Mapear e catalogar as caracterizações físicas, químicas, análise térmica, caracterização mineralógicas e caracterização a reatividade do rejeito de caulim, procedente da indústria que explora a mina no sul do Amapá, como também dos seus produtos transformados em caulim;

- Investigar a atividade pozolânica do rejeito de caulim tratado termicamente em argamassas e concretos;
- Avaliar o efeito do teor de rejeito como MCS no comportamento de argamassas;
- Avaliar o efeito do rejeito de MCS no comportamento de concretos de alto desempenho;
- Avaliar as propriedades mecânicas e durabilidades das argamassas e concretos com substituição parcial de cimento Portland por caulim calcinado na temperatura e porcentagem ideal.

1.3 ESTRUTURA DA PESQUISA

A presente pesquisa se foi dividida em 5 partes, conforme descrito a seguir, e demonstrado na Figura 1:

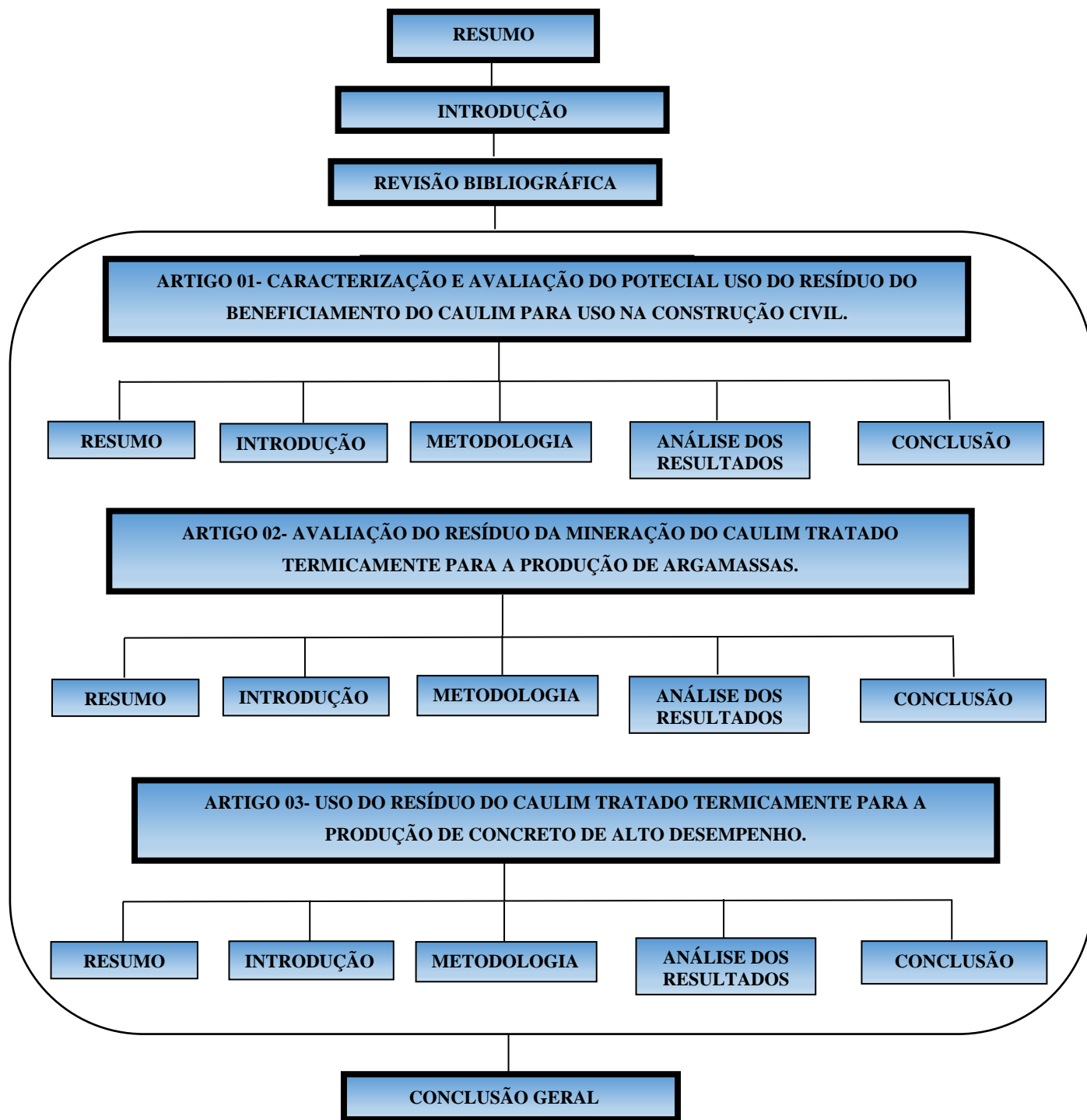


Figura 1 - Estrutura da Tese

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 GENERALIDADES

As quantidades geradas dos resíduos de caulim são significativos e se configuram como um problema, porém, mais de ordem financeira do que ambiental, uma vez que os mesmos são totalmente inertes. Todavia, suas deposições se tornam onerosas porque são realizadas em lagoas de sedimentação e em pátios das indústrias mineradoras, que requerem permanentes obras de movimentação de terra e grandes áreas para suas construções, além, é claro, do constante monitoramento.

A produção dos resíduos caulíníticos, proveniente do projeto de extração e beneficiamento de caulim localizada ao sul do estado do Amapá-AP, onde esse tipo de resíduo possui excelentes características técnicas, o que vem sendo estudados pelos diversos trabalhos científicos, indicando a potencialidade de aplicação não somente na construção civil, mas também nas indústrias de refratários e de cerâmica avançada (BARATA, 1998; FLORES, 2000; SOUZA, 2003; MARTELLI, 2006).

Atualmente muitas pesquisas se concentram no uso de metacaulim em “concretos” porque é considerado um aditivo pozolana artificial, principalmente devido à sua capacidade de reagir com hidróxido de cálcio criando produtos pozolânicos típicos (ILIC, B, et al., 2017). O desenvolvimento das propriedades pozolanas do metacaulim depende da natureza e da abundância de minerais de argila na matéria-prima (ILIC, B, et al., 2017), nas condições de calcinação e na finura do produto. Comprovando que o aproveitamento dos resíduos caulíníticos das industriais de beneficiamento de caulim da região amazônica, em especial a do sul do Amapá, serve como matéria prima para fabricação de um material de construção (BARATA, et al., 2012), servindo também com qualidade para fabricação de argamassa substituindo o cimento.

Essa pesquisa, será um trabalho de natureza experimental que terá como abordagem metodológica a análise do material, fundamentada no suporte teórico diretamente ligado aos itens estudados. De modo geral, tentaremos desenvolver um estudo dos resíduos caulíníticos das indústrias de beneficiamento de caulim da Região amazônica, onde a mina localiza-se ao sul do estado do Amapá-AP. Confirmando o potencial já estudado por outros autores em

utilização para o “concreto”, podendo assim comprovar qualidade superior as das disponíveis comercialmente, podendo reduzir custos de produção.

2.2 CAULIM

O caulim é uma argila constituída essencialmente pelo argilomineral caulinita, com granulometria fina, normalmente com baixo teor de ferro, e coloração branca. É um material formado por silicato de alumínio hidratado, cuja composição química aproxima-se de $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, que corresponde a 46,54% SiO_2 , 39,50% Al_2O_3 , 13,96% H_2O sob a forma de hidroxila, e outros elementos em menor quantidade como ferro, titânio, manganês, magnésio, potássio e sódio (P. S. SANTOS, 1989).

O termo caulim é utilizado tanto para a rocha, quanto para o grupo que compreende os minerais caulinita, dickita, nacrita e haloisita. São minerais do grupo dos filossilicatos dioctaédricos do tipo 1:1 com uma alternância de folhas contínuas nas direções a-b, formadas por tetraedros de silício alternados com octaedros de alumínio e empilhados na direção c. Sua fórmula estrutural geral é $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$. São minerais que não possuem cargas residuais, sendo que a existência de cargas negativas normalmente é atribuída a presença de impurezas (grãos finos de mica ou de esmectita).

A principal aplicação do caulim está na fabricação de cerâmica e cimento, mas esta argila versátil tem sido usada para o fabricação de muitos produtos diferentes, tais como tintas, produtos farmacêuticos, cosméticos, borracha, plásticos, tratamento de água, substrato para catálise, argamassa e concreto, e outros (MURRAY, et al., 2007; NANDI, et al 2009; PETER, et al., 2015; ROY, et al., 2015; SIDDIQUE e KLAUS, 2009).

As reservas brasileiras estão localizadas, quase na sua totalidade, na região norte do país, mais especificamente nos Estados do Pará, Amapá e Amazonas. Segundo o Anuário Mineral Brasileiro (2018). As principais reservas de caulim existentes no Brasil, nos Estados do Pará, Amapá e Amazonas, juntas representam 98,4% do total de reservas brasileiras, que em 2017 totalizaram aproximadamente 7,2 bilhões de toneladas.

Caracterizam-se por serem constituídas de depósitos secundários que ocorrem a partir da erosão dos depósitos primários e sedimentação em grandes bacias.

Segundo o Anuário Mineral Brasileiro (2018), em 2017, a produção mundial total de caulim foi de 36,6 milhões de toneladas (Mt), crescendo 4,3% em relação ao ano anterior, mantendo a liderança dos Estados Unidos com, aproximadamente, 5,5 Mt, seguido pela

Alemanha (4,3 Mt), Índia (4,1 Mt), República Tcheca (3,5 Mt), China (3,2 Mt), Turquia (1,9Mt) e Ucrânia (1,8 Mt). O Brasil permaneceu na 8ª colocação, com 1,77 Mt.

O caulim da região amazônica é utilizado principalmente como agente de enchimento e de cobertura no preparo de papel, o caulim também pode ser aplicado na composição de pastas cerâmicas, sínteses de Zeolítas dentre outros (MAIA, et al., 2007; MAIA, et al., 2008; PAZ et al., 2010; BARATA & ANGÉLICA 2012).

Os caulins deste tipo de depósito possuem teores de caulinita geralmente acima de 90% e são mais conhecidos como caulim “coating”, apropriados para aplicações do tipo cobertura de papel por causa da sua elevada alvura, granulometria e viscosidade. Esses tipos de depósitos até então eram conhecidos somente nos EUA (Geórgia e Carolina do Sul) e na Inglaterra (Cornwall) (Departamento de Produção Mineral, 2006).

Geneticamente, caulins podem ser subdivididos em dois tipos. Caulins primários formados por processos intempéricos (caulins residuais) ou por atividade hidrotermal (caulins hidrotermais). Outro grupo são os caulins secundários formados em depósitos sedimentares formados a partir da erosão, transporte e sedimentação de material caulinizado do primeiro grupo, podendo ser de origem primária (formado anteriormente a deposição) ou autigênicos (formados após a deposição dos sedimentos).

Considerava-se que a caulinita não possuía substituições isomórficas, porém observa-se a possibilidade de uma pequena participação do Fe^{3+} especialmente naquelas formadas em condições de intemperismo ou em solos lateríticos. A substituição octaédrica de Fe^{3+} é detectada utilizando técnicas espectroscópicas (por infravermelho (FTIR), Mössbauer, ressonância magnética (EPR)). Alguns autores consideram esta substituição (geralmente até 1%) ser a causa de defeitos estruturais nos cristais (MEUNIER, 2005) e referências aí contidas. Usando EPR, BALAN, et al (2007) mostra que, em alguns solos da Amazônia, esta substituição não estaria relacionada com a presença de defeitos estruturais. A desordem nas caulinitas é causada por defeitos de empilhamento, e por vezes os defeitos podem ter configurações locais que são semelhantes àquelas observadas nas outras espécies do grupo da caulinita. Nos espectros de infravermelho da caulinita a absorção devido ao estiramento mostra uma estrutura semelhante a dickita (dickite like) ou a nacrita (nacrite like) devido a presença dos defeitos.

Em aplicações industriais é importante ter o conhecimento das variações estruturais do mineral de modo a determinar se ele é adequado para o uso; no caso da caulinita devem ser avaliadas adicionalmente as propriedades de plasticidade, brilho e viscosidade.

A estimativa sobre o nível de ordenamento em caulinitas pode ser feita observando a banda de estiramento OH na região do infravermelho médio (MIR). Cristais bem ordenados possuem 4 bandas, enquanto os fracamente ordenados têm apenas 3 bandas com posições ligeiramente diferentes e alargadas.

2.3 METACAULIM

O metacaulim pode ser produzido de duas formas. A primeira é a partir da calcinação da argila caulínica em temperaturas que variam entre 500 °C e 900 °C, com posterior moagem do material e sua tonalidade se caracteriza por um tom rosáceo. A segunda forma de obtenção do metacaulim consiste na utilização do rejeito da indústria do papel, passando, da mesma forma pelo processo de calcinação e moagem, com tonalidade extremamente clara (KIRCHHEIM et al., 2011).

Quando a caulinita é submetida a temperaturas entre 700°C e 900°C, ocorre a remoção dos íons OH⁻ da estrutura cristalina (desidroxilação), o que corresponde a uma perda de massa em torno de 14%. A estrutura original das folhas das caulinitas se torna distorcida e, conseqüentemente, forma-se um composto de elevada desordem cristalina, denominado metacaulinita (Si₂Al₂O₇), amorfo à difração de raios-x e extremamente reativo, principalmente quando submetido a ataques ácidos e alcalinos em temperatura ambiente (JONES, 2002). Para temperaturas de calcinação superiores a 900°C são formados a partir da metacaulinita, a mullita (Si₂Al₆O₁₃) e o Al-Si espinélio, ambos compostos cristalinos estáveis, de menor área superficial específica e com reduzida ou praticamente nenhuma atividade pozolânica (GRIM, 1963; ANDRIOLO, 1984; SCANDIUZZI; ANDRIOLO, 1986; SOUZA SANTOS, 1992; MANNING, 1995).

Sua composição química é predominantemente sílica (aproximadamente 50%) e alumina (em torno de 40%) (MEDINA, 2011). Segundo Dal Molin (2011), o metacaulim possui uma coloração variável, dependendo do teor de óxido de ferro presente na matéria prima. A pureza do caulim influencia tanto na reatividade como na coloração do material, quanto menor a quantidade de sílica e alumínio, menor a reatividade e menor a brancura.

Ao contrário da maioria de outras adições minerais, o metacaulim não é um rejeito industrial e possui controle de produção específico (FONSECA, 2010). Apesar desta afirmação de Fonseca (2010), a publicação de Kirchheim et al., (2011) evidencia que o metacaulim pode sim ser proveniente de um resíduo industrial, porém, é verdade que na maioria dos casos trata-se de uma argila com composição química e calcinação controlados. Uma das vantagens da utilização do metacaulim é referente à questão ambiental, pois um dos resíduos gerados pela produção desta adição é o vapor de água, o qual é lançado diretamente na atmosfera sem qualquer dano ao meio ambiente. Portanto, como a utilização de metacaulim no concreto faz com que o consumo de cimento seja menor, há uma menor emissão de gás carbônico na atmosfera (NITA, 2006). Não se pode deixar de citar como vantagem a economia de energia, pois se a temperatura de calcinação do metacaulim é entre 500 °C e 900 °C, inferior à de produção do cimento (1450 °C), e na maioria dos casos o seu emprego será em substituição parcial do cimento, pode-se dizer que existe uma redução de energia aplicada para a produção de um metro cúbico de concreto.

No final de 2010, foi publicada a primeira norma brasileira referente a esta adição, que descreve orientações para o uso do metacaulim: NBR 15894/2010: Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta, que prescreve parâmetros específicos para o uso do metacaulim.

2.4 LOCALIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO

A reserva de caulim localizada no estado do Amapá, mais especificamente nos distritos caulínicos do Morro do Felipe (AP), na região do rio Jari (Monte Dourado-PA) exploradas pela Caulim da Amazônia S.A – CADAM, tem sua produção voltada somente para a cobertura de papel.

No Rio Jarí foi verificado que a área se divide em um substrato predominantemente arenítico alterado, espesso pacote caulínico, subdividido em caulim inferior e caulim superior separado por um nível arenoso de crosta ferruginosa, horizonte bauxítico nodular, horizonte bauxítico nodular 2 e Argila de Belterra (C. R. MONTES, et al., 2002; MAIA, 2011).

As operações da CADAM incluem a mina do Morro do Felipe no Amapá (Figura 2) e um porto e fábrica de beneficiamento na cidade de Munguba. As grandes reservas de caulim ao

longo do rio Jari têm permitido que a CADAM se torne (e se mantenha como) a segunda maior produtora e exportadora de caulim para revestimento de papelão e papel no país.

Acredita-se que a gênese do caulim do Morro do Felipe (Rio Jari) tenha se dado “in situ”, a partir dos sedimentos argilosos da Formação Alter do Chão, após a formação e estruturação do perfil laterítico sobreposto e a deposição dos sedimentos proto (Argila de Belterra). A sua origem seria intempérica, contudo, associada à ação de águas subterrâneas e não a processos de superfície propriamente ditos (DUARTE, 1996).

Segundo Barata (2007), em suma, a caulinita do Morro do Felipe consiste de cristais de tamanho reduzido (1µm), com alto grau de defeitos, em parte pela presença do Fe em substituição ao Al nas posições octaédricas¹⁸

Os resíduos de caulim da Cadam, são constituídos essencialmente por caulinitas extremamente finas, cuja cristalinidade varia de maior a menor quantidade de defeitos, dependendo do tipo de jazida e do nível (profundidade) em que a amostra de caulim fora extraída. Estes resíduos apresentam excelente uniformidade dessas características e seu manuseio é relativamente fácil - requisitos excelentes para a fabricação de uma pozolana extremamente reativa, proveniente da calcinação e moagem de argilas caulínicas puras, com teores ínfimos de minerais inertes.

Pozolana é conhecida no meio técnico como metacaulim de alta reatividade (MCAR)¹, e possui essa denominação para distingui-lo do metacaulim de baixa e média reatividade, proveniente da queima de caulins impuros, que contem quantidades inferiores a 90% de caulinita e com a presença de percentuais significativos de outros minerais inertes do ponto de vista pozolânico (quartzo, feldspatos, calcita, entre outros).

Depósitos de caulins com alto teor de pureza (> 90% de caulinita) são relativamente raros, por isto, geralmente a matéria-prima (caulim) necessita de algum tipo de beneficiamento que remova os minerais inertes e conseqüentemente aumente a concentração do mineral pozolanicamente ativo, a caulinita. (BARATA, 2007)

¹ O termo metacaulim de alta reatividade tem sido empregado para a pozolana obtida da calcinação e moagem de caulins extremamente puros, constituídos basicamente pela caulinita (>90%) e com teores ínfimos de minerais inertes. Para a obtenção de alto grau de pureza é necessário que haja um processo de beneficiamento da matériaprima como por exemplo peneiramento a úmido.



Figura 2 – Localização da mina onde é explorado o caulim pela CADAM. Fonte: <https://www.kaminllc.com/portuguese/plantsandoperations.html> (acesso em 01/09/2019).

2.5 MINERAÇÃO E PROCESSAMENTO

Os caulins precisam ser beneficiados a fim de melhorar as suas propriedades ópticas e físicas (por exemplo, a brancura, o brilho, o tamanho das partículas, a viscosidade). O processo de produção e beneficiamento é complexo e foi descrito por (MURRAY, et al., 2007), onde após a extração, o caulim é misturado com água e produtos químicos de dispersão, a fim de remover a maior parte do quartzo por hidrociclones.

Em seguida, a suspensão é centrifugada para separar o material na fração grossa na fração fina. A fração grossa (maior que $2\ \mu\text{m}$) é delaminada em plaquetas, sendo este o produto usado para revestimento do papel. Ambas as frações passam através de um separador magnético criogênico a fim de remover a maior parte dos contaminantes como a hematita, anatásio e goethita. Na outra etapa é adicionado ácido sulfúrico para separar as partículas e dissolver os contaminantes mais solúveis, especialmente compostos de ferro. Após, hidrossulfato de sódio é adicionado para eliminar os minerais de ferro: Fe^{3+} é reduzido para Fe^{2+} , formando sulfato de ferro solúvel. A pasta é finalmente desidratada utilizando grandes filtros rotativos de vácuo, e o bolo de filtração é bombeado através de um mineroduto para o porto da Cadam no distrito de Munguba-Pa. Lá, o material é seco até atingir teores de umidade mínimos, sendo este o produto final exportado diretamente pelo porto. A figura 3 foto da mina do Felipe, localizada ao sul do

estado do Amapá-AP, onde é explorado o caulim e a figura 4 Fluxograma do processo de beneficiamento de caulim.



Figura 3 - Foto da mina do Felipe onde é explorado o caulim pela Cadam S/A.

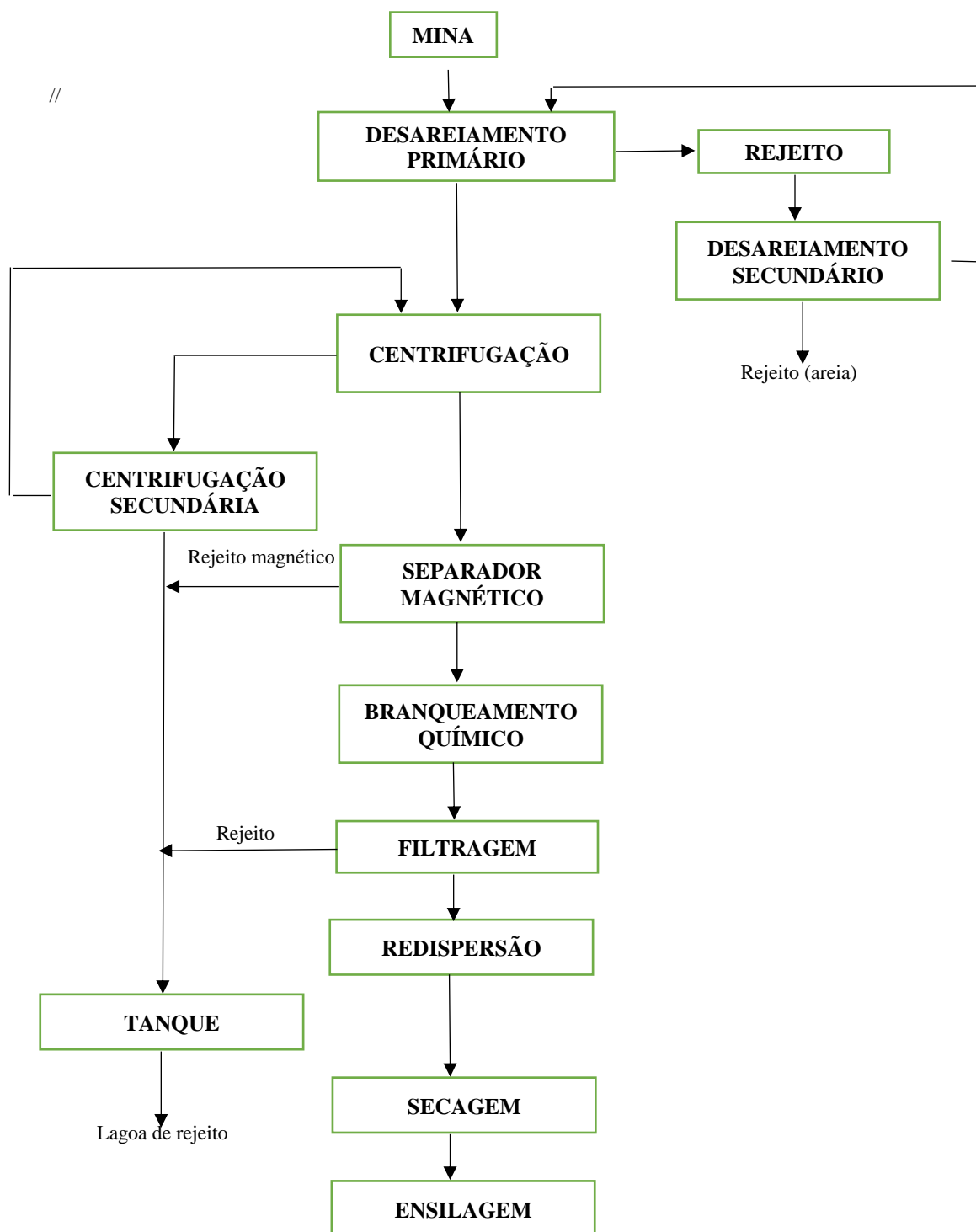


Figura 4 – Fluxograma do processo de beneficiamento de caulim.

2.5.1 GÊNESE E GEOLOGIA DO DEPÓSITO

O Caulim do sul do Amapá tem em seu topo de 8 m, é laterizado e contém uma quantidade considerável de gibbsita. O caulim próximo a laterita é fino, aproximadamente 90% menor que 2 μm e de tal modo é conhecido como caulim duro, no qual as partículas da caulinita são pequenas placas não apresentando forma de booklets ou pilhas (H. H. MURRAY, C.A. ALVES, C.H. BASTOS, 2007).

Devido a presença de impurezas, o caulim precisa passar por um processo de beneficiamento antes de ser utilizado. O processo consiste basicamente em: dispersão, desareamento, centrifugação, separação magnética, alveamento químico, floculação, filtração, redispersão, separação e secagem (LUZ & DAMASCENO, 2005)

O processo de beneficiamento do caulim gera um elevado volume de rejeito poluente que é armazenado em grandes depósitos de rejeitos sólidos, denominados de lagoas de sedimentação, para sua disposição. É considerado como rejeito devido a sua granulometria ($> 2\mu\text{m}$) que é inadequada para a indústria de cobertura de papel e constitui um problema ambiental, pois necessita de longo tempo para apresentar consistência que possibilite o revestimento para recuperação da área. O rejeito é constituído principalmente pelo argilomineral caulinita e representa um material com potencial para ser aproveitado em áreas como construção civil e cerâmica (MAIA, et al., 2007; MAIA, et al., 2008; PAZ, et al., 2010; BARATA & ANGÉLICA, 2012).

2.5.2 APROVEITAMENTO DO REJEITO DO CAULIM

Adentrando no estudo de reaproveitamento de rejeitos de caulim os autores, M. S. Barata, Denise Carpena Coitinho e Dal Molin (2002), avaliou as potencialidades de emprego do resíduo caulínico das indústrias de beneficiamento do caulim como matéria prima, comprovando que os concretos com metacaulinita apresentaram resistências à compressão superiores aos de referência e similares aos da sílica ativa. Quanto à absorção capilar, os concretos com metacaulinita apresentaram taxas de absorção de água entre 0,73 e 0,98 $\text{mm}/\text{h}^{1/2}$, similares às dos concretos com sílica ativa e significativamente inferiores às dos concretos de referência.

Segundo DAL MOLIN (2005), tem-se também obtido esta pozolana a partir da moagem e da calcinação em baixas temperaturas de argilas especiais como o caulim muito puro, resíduo proveniente da indústria do papel. Neste processo, é obtida uma pozolana com alta atividade pozolânica, fazendo com que recebesse a denominação de metacaulim de alta reatividade (MCAR).

O trabalho de CHAKCHOUK et al., (2006) acerca da temperatura e do tempo de calcinação de argilas para a produção de pozolanas artificiais a serem utilizadas em substituição parcial do cimento e com diferentes teores, mostrou que as propriedades mecânicas foram regidas pela temperatura de calcinação e pelo teor de substituição, sendo possível aumentar os teores de substituição desde que a temperatura de calcinação seja elevada.

Os autores M. S. BARATA, R. S. ANGÉLICA (2012), verificaram que o resíduo de caulim proporcionou maior grau de desidroxilação a uma temperatura mais baixa quando calcinado, indicando a possibilidade de redução de gastos com energia para a produção da adição mineral. Os resultados das análises foram convergentes e apontam ambos os caulins estudados como excelentes matérias-primas para a produção do metacaulim de alta reatividade.

De acordo com MORAES. G. C (2014), a reatividade térmica do resíduo do caulim a 600°C, explorado pela Cadam S/A na mina do Felipe ao sul do Amapá, por 2 horas, foi essencial para a produção de metacaulinita, altamente reativa e por sua vez; muito importante para a síntese de zeólita A de elevado grau de ordem estrutural.

De acordo com ARAÚJO et al (2016), estudou a utilização do resíduo do beneficiamento do caulim para uso como agregado mineral na formulação de argamassas para a construção civil, onde os resultados permitiram constatar que o resíduo de caulim pode substituir parcialmente à areia de quartzo, em uma proporção de até 30 %, em relação à porcentagem total desse componente na formulação da argamassa.

MEDEIROS et al (2017) realizaram um extenso estudo que demonstrou a eficiência do metacaulim quanto à mitigação da reação álcali-agregado, resistência à penetração de cloretos, redução da absorção e permeabilidade a água, elevação da resistividade elétrica, entre outros fatores.

A figura 5 mostra o resíduo de caulim extraído da mina do Felipe no sul do Amapá.



Figura 5 – Foto do resíduo de caulim da Cadam S/A

2.6 ADIÇÕES MINERAIS

Na definição de Malhotra e Mehta (1996), o termo adição, de forma abrangente, refere-se a qualquer material além de água, agregados e cimento, que é utilizado como um ingrediente do concreto e adicionado à massa imediatamente antes ou durante a mistura. Na literatura geral sobre concreto, entretanto, há uma definição distinta para as adições, que não se confundem com os aditivos. As adições são utilizadas com o objetivo de somar ou mesmo substituir, parcialmente, a matéria-prima cimento (devido às suas propriedades semelhantes às do cimento), enquanto que os aditivos são utilizados para alterar as características do cimento, sem alterar sua proporção na composição do concreto.

Como cita Dal Molin (2005) e Isaia (1995), as adições minerais normalmente utilizadas são resíduos provenientes de subprodutos industriais e agroindustriais, que na maioria das vezes são descartados em grandes quantidades e em locais impróprios. As pozolanas provenientes de resíduos industriais, como a sílica ativa, a cinza volante, a escória de alto forno e a proveniente de subprodutos agrícolas, como a cinza da casca de arroz, estão entre as mais utilizadas. Por substituírem um material de elevado custo como o cimento Portland, proporciona vantagens econômicas e ambientais.

As adições minerais são materiais já consagrados na indústria da construção civil. Apresentam tanto propriedades pozolânicas quanto cimentícias e, por isso, são utilizadas como adições na fabricação de cimentos compostos e pozolânicos, bem como, suplementos cimentícios na produção de CAD (MEHTA & MONTEIRO, 2014; AÏTCIN, 2000). No último caso, podem substituir uma parte de cimento resultando em uma economia de energia e custos.

2.7 MATÉRIA-PRIMA PARA FABRICAÇÃO DE CIMENTO

Como matéria-prima para fabricação de cimento e como material cimentante no concreto, as escórias mais utilizadas são as escórias de alto-forno, em função de suas características físico-químicas reativas. Entretanto, a utilização das escórias de aciaria como material cimentante no concreto vem sendo bastante estudada, obtendo-se resultados satisfatórios.

2.7.1 ESCÓRIA DE ALTO-FORNO

A escória de alto forno é um produto gerado na fabricação do ferro gusa, sua formação ocorre pela combinação química das impurezas do minério de ferro com calcário e dolomita e as cinzas de carvão mineral, durante a produção do ferro gusa a EAF flutua no topo do ferro fundido, localizado na parte inferior do forno, dessa forma, protegendo o mesmo de se reoxidar por meio do jato de ar quente que funde através do forno, durante o reaproveitamento do forno, o ferro fundido e a escória são separados, enquanto o ferro é fluído em moldes de ferro gusa para fabricação do aço, a escória é direcionada em grandes recipientes, em seguida despejada dos mesmos. Durante o despejo da escória é feito o resfriamento da mesma. É nesse processo de resfriamento que é gerado os diferentes tipos de escória (ZEGHICHI, 2006)

A EAF é normalmente produzida de duas formas, que dependem da técnica de resfriamento, podendo ser com a ajuda de jatos de água (resfriada rapidamente) ou ao ar (resfriada lentamente). Após passar pelo processo de resfriamento, já no estado solidificado a EAF mantém sua composição química inalterada, mas suas propriedades físicas e reativa variam amplamente com a mudança no processo de resfriamento (DINA, 2014).

Quando a EAF é resfriada rapidamente de forma brusca com a utilização de jatos de água, há sua solidificação numa forma granular e amorfa. A EAF resfriada rapidamente consiste em um material amorfo de silicatos de Ca-Mg- Al, com uma estrutura celular basicamente não

cristalina, que após moída com uma finura adequada, pode ser amplamente utilizada como material complementar na fabricação de cimento (ÖZBAY, et al 2016).

A escória de alto-forno pode ser misturada como o cimento depois da moagem do clínquer, ou junto com o clínquer, ou então ser vendida separadamente aos produtos de concreto, como material cimentício suplementar. Materiais misturados são mais comuns na Europa, enquanto o uso de escória como um ingrediente à parte prevalece na América do Norte (AİTCINA, 2000)

Adição de escória de alto-forno pode provocar muitas melhorias nas características do concreto, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido. A mistura é mais coesiva e a fluidez é aumentada, devido a melhor distribuição das partículas de escória e à superfície lisa desprendimento de calor mais lento, devido à velocidade das reações de hidratação. A microestrutura da pasta de cimento hidratada é mais densa, devido a maior formação de C-S-H, melhorando a resistência mecânica e a durabilidade a longo prazo (NEVILLE, 1997).

Para a escória ser utilizada como matéria prima para a fabricação do cimento Portland, mais importante que sua a composição é a sua composição de fase vítrea, que, segundo (CALLEJA, 1982), deve ser superior a 95%, pois quanto maior a porcentagem de fase vítrea, mais hidráulica é a escória. Altas porcentagens de fase vítrea são alcançadas mediante o resfriamento rápido da escória, que pode ser através do ar ou água, de forma que os compostos da escória em equilíbrio na temperatura de fusão se mantenham em estado vítreo depois do resfriamento.

Segundo (CALLEJA,1982), as vantagens de um resfriamento brusco da escória líquida são:

- a) Aumento do conteúdo de fase vítrea e da hidraulicidade da escória:
- b) Evita a transformação $B \rightarrow Y$ do silicato dicálcio (C_2S), que além de não ser hidráulico é expansivo ao sofrer hidratação;
- c) Elimina completamente os compostos indesejáveis SH_2 e SO_2 ;
- d) A permanência do Mg em forma vítrea, ao invés de formar cristais expansivos ao se hidratarem. Obtendo-se assim, escória reativas e estáveis.

Cimentos com escórias de alto-forno são muitas vezes vantajosos do ponto de vista da resistência ao ataque químico, pois ensaios realizados com argamassa com escória de alto-forno mostram que a permeabilidade à água é reduzida em até 100 vezes e que há uma grande redução da difusividade com relação aos íons cloreto (NEVILLE, 1997).

JOHN, (1995) estudou a utilização de escória ativada por silicatos de sódio para produção de cimento. Neste estudo, o autor conclui que os cimentos de escória apresentam boas possibilidades de mercado, principalmente em aplicações em que não é recomendável o uso de cimento Portland, por exemplo, em matrizes de baixa alcalinidade para reforço com fibras sensíveis à alcalinidade.

2.7.2 ESCÓRIA DE ACIARIA

Para SENÇO (2001), a escória de aciaria é uma mistura por fusão dos óxidos e silicatos que se forma na produção do aço. E, assim, um resíduo da fabricação do aço. Após o resfriamento, apresenta-se sob a forma de blocos porosos de grandes dimensões, que podem perder a forma quando trabalhados por causa dessa estrutura porosa ou celular, que retém os gases nos vazios, ficando sujeita a pressões internas após o resfriamento.

MANSUERO (2001) testou um método de estabilização da escória de aciaria elétrica quanto a expansibilidade com vistas a sua utilização como substituição ao cimento. O método de estabilização da escória consistiu em aquecê-la a uma temperatura de 1450°C e resfriá-la bruscamente com água corrente, o que gerava uma escória granulada. A incorporação da escória de aciaria granulada em argamassas na forma de substituição ao cimento, do ponto de vista mecânico, mostrou-se eficaz. O uso de teores até 50% não alterou o resultado de resistência a compressão.

GUMIERI (2002) estudou a viabilidade técnica do uso das escórias de aciaria LD como adição em cimentos, propondo um método de estabilização por meio de granulação por resfriamento brusco destas escórias. O resfriamento brusco proporcionou a eliminação da expansão e o desenvolvimento das propriedades pozolânicas/cimentícias da escória granulada. Como adição em cimentos, do ponto de vista da resistência mecânica, as argamassas compostas com escórias granuladas e clínquer apresentaram níveis de resistência à compressão compatíveis com as especificações referentes ao cimento Portland composto, apesar destes resultados serem inferiores aos obtidos para as argamassas de referência.

TÜFEKÇI et al. (1997) utilizaram escória de aciaria como adição ao cimento nas proporções de 5 e 10%. O autor concluiu que a resistência à compressão, com escória de aciaria aumenta na medida que diminui a quantidade de escória no concreto, contudo, as escórias de aciaria podem substituir parcialmente o cimento, sem que diminua significativamente a resistência à compressão nos concretos.

De acordo com SUN et al. (1993), as escórias de aciaria podem ser consideradas como um clínquer de cimento Portland de baixa qualidade. Os cimentos produzidos com escórias de aciaria possuem um crescimento de resistência à compressão ao longo do tempo superior aos cimentos convencionais, bem como menor calor de hidratação; maior resistência à abrasão, pois tem mais ferro e magnésio que o clínquer; resistência a corrosão e ao congelamento; baixa expansibilidade e reduzida permeabilidade.

MONSHI et al (1999) estudaram o uso da escória de aciaria, escória de alto forno e calcário (pedra calcária e calcário calcinado) na produção de cimento Portland. Foram selecionadas para estudo seis diferentes misturas que contêm em proporção escória de aciaria entre 6 e 27%, escória de alto-forno entre 34 e 54%, calcário calcinado entre 28 e 51% e pedra entre 40 a 64%, sendo que os dois últimos materiais não foram utilizados juntos em nenhuma das misturas. Algumas misturas apresentaram boas propriedades mecânicas, dentre elas estavam as que continham tanto os baixos teores quanto os altos teores de escória de aciaria. Segundo o autor, este trabalho confirma o sucesso da produção do cimento Portland a partir da utilização de escória de aciaria, escória de alto forno e calcário.

Adições minerais são materiais com propriedades cimentantes (ou pozolânicas), que são adicionados ao concreto em quantidades variáveis em relação à massa de cimento. Podem ser empregadas de duas formas: como substituição parcial do cimento ou como adição em teores variáveis em relação à massa ou volume do cimento. (SANTOS, 2006).

2.8 MATERIAIS POZOLÂNICOS

Define-se pozolana como um material silicoso ou sílico-aluminoso que por si só possui pouca ou não possui nenhuma propriedade cimentante, mas que, numa forma finamente dividida e na presença de umidade, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio, que é um produto da reação de hidratação do cimento Portland a temperatura ambiente, para formar compostos com propriedades cimentantes (MEHTA & MONTEIRO, 2008).

A NBR 12653 (ABNT, 2015) classifica as pozolanas em três classes: classe N – pozolanas naturais e artificiais que obedecem aos requisitos químicos e físicos dispostos na própria norma; classe C – cinzas volantes produzidas pela queima de carvão mineral em usinas termoelétricas que obedecem aos requisitos da norma; e classe E – pozolanas não contempladas na classe N nem na classe C, mas que também obedecem aos requisitos específicos da norma.

No entanto, com base no constituinte reativo principal presente, classificam-se as pozolanas naturais em terras diatomáceas, vidros vulcânicos, tufos vulcânicos e argilas ou folhelhos calcinados. As pozolanas artificiais são materiais de origem industrial, e, de acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2015), os materiais originados de tratamento térmico de rochas e argilas também são pozolanas artificiais. Neste caso, como citado anteriormente, as argilas e folhelhos e o diatomito, após tratamento térmico, são classificados como pozolanas artificiais. Dentre as pozolanas artificiais, as mais comuns são a cinza volante, a cinza de casca de arroz, a argila calcinada, o metacaulim e a sílica ativa. A quantidade de material amorfo ou com estrutura molecular desordenada e o processo de moagem determinam a reatividade das pozolanas (HOFFMAN, 2006).

O tratamento térmico aplicado em determinados materiais possibilita a transformação da estrutura molecular deles, aumentando ou produzindo características de material amorfo (HOANG, 2006) e, conseqüentemente, possibilitando a formação de material com características pozolânicas. Argilas e folhelhos, por exemplo, devem passar por tratamento térmico para que a estrutura cristalina dos minerais argilosos presentes seja destruída e apresente uma reatividade considerável com a cal (SNELLINGS, MERTENS & ELSEN, 2012). Além da estrutura molecular do material, sua finura influencia sua potencialidade pozolânica. Toma-se como exemplo o metacaulim, que é um material amorfo cuja potencialidade pozolânica se dá pelo nível de desordem de sua estrutura cristalina e pela grande área específica (MEDEIROS et al., 2015; SILVA, MOTA & GALVÃO, 2013).

Já as cinzas volantes, definidas como pozolanas artificiais, são materiais finamente divididos que resultam da combustão de carvão pulverizado ou granulado com atividade pozolânica (NBR 12653/2015). Ainda, de acordo com a mesma norma, “outros materiais” são as pozolanas não-tradicionais, tais como: escórias siderúrgicas ácidas, cinzas de materiais vegetais, rejeito de carvão mineral.

De acordo com GUEDERT (1989) apud SANTOS (2006), o uso de pozolanas em adição ao cimento confere ao concreto e argamassa características como:

- Menor calor de hidratação, pela troca de reações exotérmicas (hidratação do cimento), por reações atérmicas (pozolânicas);

- Melhor resistência ao ataque ácido em função da estabilização do hidróxido de cálcio oriundo da hidratação do clínquer Portland e à formação um C-S-H com menor relação CaO/SiO₂ de menor basicidade;

- Maior durabilidade, contribuindo para a inibição da reação álcali-agregado e diminuição do diâmetro dos poros da pasta hidratada, reduzindo o ataque do material por substâncias externas como cloretos e sulfatos.

Além disso, a substituição parcial do cimento por pozolana implica ainda na economia de energia e na redução do custo de fabricação do cimento, o que aumenta o período de exploração das jazidas de calcário e argila e, conseqüentemente, o período de produção da fábrica de cimento. Além disso, há um aumento da capacidade de produção sem necessidade de novos investimentos (SANTOS, 2006).

Os materiais pozolânicos são energeticamente mais econômicos que o clínquer do cimento Portland, tendo ainda implicações ecológicas, pois contribuem para um melhor aproveitamento dos resíduos industriais poluidores, como é caso das cinzas volantes transportadas pelos gases de exaustão das termelétricas, e da microssilica oriunda das indústrias de ferro-silício e silício metálico (ZAMPIERI, 1989) apud (OLIVEIRA, BARBOSA, 2006), e até mesmo os resíduos de cerâmica moída e resíduos agrícolas como a casca de arroz.

Entretanto, segundo SANTOS (2006), é preciso evidenciar que, mesmo com as vantagens acima citadas, oriundas da utilização de pozolanas junto ao cimento Portland, o uso do material apresenta também algumas desvantagens. Exemplo disso é a exigência do uso de aditivos redutores de água em função do aumento da demanda de água nas misturas e a necessidade de cura adequada para que a reação pozolânica aconteça em sua plenitude, como no caso de cinza volante.

Além disso, com a substituição de parte do cimento por pozolana, os concretos passam a ter menores resistências iniciais, em função das reações pozolânicas serem mais lentas.

Muitas são as pesquisas envolvendo pozolanas, sejam elas naturais ou artificiais, a fim de verificar seu emprego em construções de diversos tipos e portes. Hoje, seu uso é bastante freqüente como aditivo em cimentos para obtenção dos cimentos pozolânicos (CP II - Z 25, CP II - Z 32 e CP II - Z 40, cimentos Portland com adição de pozolana, com 6% a 14% de material pozolânico, e CP IV 25 e CP IV 32, cimentos Portland pozolânicos, com 15% a 50% de material pozolânico).

No concreto, segundo Castro Sobrinho (1970), o uso de uma boa pozolana, em quantidade adequada e com condições ótimas de cura, melhora a maioria das suas propriedades mais importantes. Seu uso em mistura com cimento pode variar de 15% a 40% nos concretos; essa porcentagem de substituição refere-se ao volume sólido do cimento, para facilidade dos trabalhos de dosagem.

2.9 FILLER

O filler é um material finamente dividido, com partículas de diâmetro médio próximo ao do cimento, podendo ser constituído de materiais naturais ou materiais inorgânicos processados. Segundo PETRUCCI (1995), utiliza-se o filler principalmente nos seguintes casos: espessador de asfaltos fluidos; fabricação de mástiques betuminosos; preparação de argamassas betuminosas; preparação de concretos hidrocarbonatos; adição a cimentos; fabricação de borracha artificial; adição a concretos com consumos baixos de cimento para colmatar os vazios. O filler possui propriedades que corrigem os finos da areia e melhoram a qualidade e durabilidade do concreto, quando presentes em pequenas quantidades no mesmo. Dentre as propriedades de melhor desempenho estão: a trabalhabilidade, a massa específica, a permeabilidade, a exsudação e a tendência à fissuração (NEVILLE, 1997 apud DAL MOLIN, 2005). Outros tipos de adições minerais que podem ser citados são os materiais com características não reativas que possuem a finalidade específica de dar cor às argamassas e concretos, como o pó de tijolo.

2.10 ARGAMASSAS

As argamassas são materiais muito empregados na construção civil, sendo os seus principais usos no assentamento de alvenarias e nas etapas de revestimentos. Além disso,

possuem um papel importante relativo a durabilidade das alvenarias, uma vez que, entre outras funções, estas conferem proteção contra agentes agressivos do meio ambiente.

A NBR 13529 (ABNT, 2013) define a argamassa para revestimento como sendo “uma mistura homogênea de agregado(s) miúdo(s), aglomerante(s) inorgânico(s) e água, contendo ou não aditivos, com propriedades de aderência e endurecimento”. Nesta mesma norma brasileira são definidos outros termos usuais envolvendo o revestimento executado à base de cimento e cal quanto ao campo de sua aplicação:

- Adições: materiais inorgânicos naturais ou industriais finamente divididos, adicionados às argamassas para modificar as suas propriedades e cuja quantidade é levada em consideração proporcionalmente;
- Argamassa de cal: argamassa preparada com cal como único aglomerante;
- Argamassa de cimento: argamassa preparada com cimento como único aglomerante;
- Revestimento: é o recobrimento de uma superfície lisa ou áspera com uma ou mais camadas sobrepostas de argamassa, em espessura normalmente uniforme, apta a receber um acabamento final.

2.10.1 TIPOS DE ARGAMASSAS

2.10.1.1 *Argamassa de cal*

Este tipo de argamassa é composta por cal, agregado miúdo e água. A pasta de cal preenche os vazios entre os grãos do agregado miúdo, melhorando a plasticidade e a retenção de água. A argamassa de cal recebe usualmente o nome de argamassa intermediária, pois quando se utiliza a cal virgem este tipo de argamassa é utilizada para a maturação da cal, para posteriormente ser misturado o cimento.

2.10.1.2 *Argamassa de cimento*

A argamassa de cimento Portland é composta, essencialmente, por cimento, agregado miúdo e água. Adquire elevada resistência mecânica em pouco tempo, porém, tem pouca trabalhabilidade e baixa retenção de água. Este tipo de argamassa tem emprego específico para certas situações, como por exemplo, na confecção de pisos como argamassa armada, sendo raramente utilizadas em revestimentos de alvenaria. É muito utilizada na confecção de chapisco

para ser aplicada nas paredes de alvenaria e estruturas de concreto para aumentar a resistência de aderência do revestimento de argamassas mistas. Foi com este tipo de material que foram realizados os estudos deste trabalho.

2.10.1.3 *Argamassa mista*

É a argamassa constituída essencialmente por cimento, cal, agregado miúdo e água. Segundo SABBATINI (1984), “os ingleses utilizam a proporção 1: 3 (aglomerante: areia seca) em volume como traço básico, pois partem do princípio de que com esta proporção os vazios da areia são preenchidos pela pasta aglomerante (cimento e cal). Esta proporção é muito utilizada também no Brasil, com os tradicionais traços em volume 1: 1: 6 (cimento: cal: areia) para revestimentos externos e 1: 2: 9 para revestimentos internos”.

2.10.1.4 *Argamassa como revestimento*

Os revestimentos de argamassa têm como função proteger os elementos de vedação das edificações da ação direta dos agentes agressivos, auxiliar as vedações no cumprimento das suas funções, regularizar a superfície dos elementos de vedação, servir de base para aplicação de outros revestimentos ou constituir-se no acabamento final.

Segundo CARASEK (2007), as principais funções de um revestimento são:

- Proteger a alvenaria e a estrutura contra a ação do intemperismo, no caso de revestimentos externos;
- Integrar o sistema de vedação dos edifícios, contribuindo com diversas funções, tais como: isolamento térmico (~30%), isolamento acústica (~50%), estanqueidade à água (~70 a 100%), segurança ao fogo e resistência ao desgaste e abalos superficiais;
- Regularizar a superfície dos elementos de vedação e servir como base para acabamentos decorativos, contribuindo para a estética da edificação.

A NBR 13749 (ABNT, 2013) determina que o revestimento de argamassa deve apresentar textura uniforme, sem imperfeições, tais como: cavidades, fissuras, manchas e eflorescência,

devendo ser prevista na especificação de projeto a aceitação ou rejeição, conforme níveis de tolerâncias admitidas.

2.10.1.5 *Argamassa matriz protótipo*

Para definição das misturas de argamassas, primeiramente se estabeleceu a proporção aglomerante:agregado de 1:3 em massa, a qual é bem conhecida e adotada de forma geral em diversos trabalhos sobre argamassas por se basear na recomendação da norma NBR 7215 (2019). Como aglomerante dessas argamassas, as mesmas proporções e materiais já definidos para a pasta foram utilizados. Em seguida, incorporou a esse ligante um agregado miúdo.

2.10.2 PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS NO ESTADO FRESCO

BARROS, et. al. (2005), publicam que o comportamento da argamassa no estado fresco e, por consequência, no estado endurecido é facilmente alterado com a variação das proporções entre os materiais constituintes. Na maioria dos casos, assume-se que os materiais constituintes são suspensões concentradas de partículas sólidas (agregados) e um líquido viscoso (pasta). De acordo com LARA E SOUZA (2005) é comum considerar que tais concentrações escoam como um fluido cuja resistência ao escoamento é expressa pela viscosidade.

2.10.2.1 *Trabalhabilidade e Aspectos Reológicos da Argamassa*

BARROS et al. (1998) definem a trabalhabilidade como uma propriedade avaliada qualitativamente. Uma argamassa trabalhável deve permitir penetrar facilmente colheres ou espátulas sem apresentar fluidez, manter-se coesa durante o transporte, distribuir-se facilmente na base e não endurecer rapidamente na aplicação.

CARASEK (2007) complementa esta definição indicando que a trabalhabilidade é a propriedade das argamassas no estado fresco com que elas podem ser misturadas, transportadas, aplicadas, consolidadas e acabadas, sem perder a homogeneidade. Se a argamassa não possuir trabalhabilidade satisfatória e não garantir a sua correta aplicação, haverá prejuízo ao desempenho do revestimento, uma vez que a aplicação afetará diretamente várias propriedades do estado endurecido, como é o caso da aderência.

Esta é uma propriedade complexa, dependente da conjunção de diversas outras propriedades, que diretamente definirão seus aspectos reológicos, como a consistência e

plasticidade. A importância de uma propriedade frente a outra para caracterizar a trabalhabilidade da argamassa depende do tipo ou função da mesma.

2.10.2.2 *Consistência e Plasticidade*

A consistência é a propriedade da argamassa relacionada à trabalhabilidade que pode ser quantificada através de um índice. A norma NBR 13276 (2016) estabelece o método para a determinação do índice de consistência da argamassa. A consistência é a maior ou menor facilidade da argamassa deformar-se sob ação de cargas e sua influência é definida pela caracterização da pasta aglomerante. O uso de cal e incorporadores de ar, por exemplo, melhoram essa propriedade até um determinado limite. Por sua vez, a plasticidade é a propriedade pela qual a argamassa tende a conservar-se deformada após a retirada de tensões de deformação, e é também influenciada pelos tipos e pelas quantidades de aglomerantes e agregados, pelo tempo e intensidade da mistura, além da presença de aditivos (CARASEK, 2007 p.874-877).

2.10.2.3 *Retenção de Água*

Retenção de água é a propriedade que está associada à capacidade da argamassa fresca de manter a trabalhabilidade quando submetida a solicitações que provocam a perda de água tanto pela sucção da base quanto por evaporação (CARASEK, 2007).

Após o endurecimento, as argamassas dependem de uma adequada retenção de água para que as reações químicas de endurecimento dos aglomerantes se efetuem de maneira apropriada. Segundo BAÍA E SABBATINI (2008), da mesma forma que a consistência e a plasticidade, os fatores que influenciam na retenção de água são as características e proporcionalidade dos materiais constituintes da argamassa. A norma NBR 13277 (2005) estabelece o método para a determinação da retenção de água da argamassa.

2.10.2.4 *Massa Específica e Teor de Ar Incorporado*

A massa específica é a relação entre a massa do material e o seu volume. O teor de ar incorporado é a quantidade de ar existente em um certo volume de argamassa (BAÍA E SABBATINI, 2008). De acordo com CARASEK (2007), quanto mais leve for a argamassa, mais trabalhável será a longo prazo, o que reduz o esforço do operário na sua aplicação,

resultando em um aumento de produtividade ao final da jornada de trabalho. À medida que cresce o teor de ar, a massa específica relativa da argamassa diminui. Como efeito, também é de se esperar redução nas resistências mecânicas. O teor de ar da argamassa pode ser aumentado através dos aditivos incorporadores de ar. A norma NBR 13278 (2005) estabelece o método para determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado em argamassas no estado fresco.

2.10.2.5 *Retração por Secagem*

De acordo com BAÍA E SABBATINI (2008), a retração por secagem ocorre devido à evaporação de parte da água de amassamento da argamassa para o ambiente e perda por sucção para a base, além do consumo desta nas reações de hidratação no caso da argamassa que contém cimento. Segundo CARASEK (2007), a parcela principal da retração é devida à secagem. Se a secagem é lenta, a argamassa tem tempo suficiente para atingir uma resistência à tração necessária para suportar as tensões internas que surgem. Mas quando o clima está quente, seco e com ventos fortes, acelerando a evaporação, a perda de água pode gerar fissuras de retração. As argamassas com alto teor de cimento, denominadas “fortes”, estão mais sujeitas às tensões causadoras do aparecimento de fissuras durante a secagem, além de possíveis descolamentos da argamassa já no estado endurecido. Já as argamassas mais “fracas” estão menos sujeitas ao aparecimento das fissuras (BAÍA E SABBATINI, 2008).

2.10.3 PROPRIEDADES DAS ARGAMASSAS NO ESTADO ENDURECIDO

As propriedades da argamassa no estado endurecido equivalem às propriedades do próprio revestimento. A completa caracterização das propriedades das argamassas depende da sua interação com os materiais que estarão em contato, porém o objetivo deste trabalho limita os aspectos desta interação a uma análise generalizada.

2.10.3.1 *Aderência*

De acordo com RECENA (2011, p. 49), aderência é a propriedade do revestimento de manter-se fixo ao substrato, oferecendo resistência às tensões normais e tangenciais que surgem na interface base-revestimento. Portanto, não se pode considerar a aderência de uma argamassa

sem especificar em que matéria ela será aplicada, pois a aderência é uma propriedade que depende da interação dos dois materiais.

A resistência de aderência à tração do revestimento pode ser medida através do ensaio de arrancamento por tração. CARASEK (2007) afirma que a aderência da argamassa endurecida ao substrato é um fenômeno essencialmente mecânico devido, basicamente, a penetração da pasta aglomerante ou da própria argamassa nos poros ou entre as rugosidades da base de aplicação. Quando a argamassa no estado plástico entra em contato com a superfície absorvente do substrato, parte da água de amassamento, que contém em dissolução ou estado coloidal os componentes do aglomerante, penetra pelos poros e pelas cavidades do substrato. No interior dos poros ocorrem fenômenos de precipitação dos produtos de hidratação do cimento e da cal, e transcorrido algum tempo, esses precipitados intracapilares exercem ação de ancoragem da argamassa à base. Outro fator menos significativo que contribui para a aderência das argamassas aos substratos são as ligações secundárias do tipo Van der Waals.

2.10.3.2 *Capacidade de Absorção e módulo de elasticidade*

É a capacidade do revestimento de suportar tensões sem apresentar fissuras prejudiciais e sem perder a aderência. De acordo com BAÍA E SABBATINI (2008), o revestimento tem a responsabilidade de absorver as deformações de pequena amplitude, que ocorrem em consequência da ação da temperatura ou da umidade. Acrescenta-se que tais fatores apresentam muita relevância na cidade de Belém- PA.

Segundo CARASEK (2007) as deformações podem ser de grande ou de pequena amplitude. O revestimento só tem a responsabilidade de absorver as deformações de pequena amplitude que ocorrem em função da ação da umidade ou da temperatura e não as de grande amplitude, provenientes de outros fatores, como recalques estruturais e cargas mecânicas.

A capacidade de absorver deformações depende:

- Do módulo de deformação da argamassa - quanto menor for o módulo de deformação (menor teor de cimento), maior a capacidade de absorver deformações;
- Da espessura das camadas - espessuras maiores contribuem para melhorar essa propriedade; entretanto, devem-se tomar cuidado para não se ter espessuras excessivas que poderão comprometer a aderência;

- Das juntas de trabalho do revestimento - as juntas delimitam planos com dimensões menores, compatíveis com as deformações, contribuindo para a obtenção de um revestimento sem fissuras prejudiciais;
- Da técnica de execução - a compressão após a aplicação da argamassa e, também, a compressão durante o acabamento superficial, iniciado no momento correto, vão contribuir para o não aparecimento de fissuras.

2.10.3.3 *Retração*

A retração ocorre devido à perda rápida e acentuada da água de amassamento e pelas reações na hidratação dos aglomerantes. Estes fatores em geral provocam fissuras nos revestimentos. As argamassas ricas em cimento apresentam maiores disponibilidades para o aparecimento de fissuras durante a secagem. Segundo FIORITO (2003), o endurecimento da argamassa é acompanhado por uma diminuição do volume em função da perda de água evaporável ocasionada pelas reações de hidratação. Mesmos após a secagem notamos variações dimensionais em função do grau higrométrico do ambiente, tal fenômeno é conhecido como “retração”.

CARASEK (2007) afirma que a retração é resultado de um mecanismo complexo, associado com a variação de volume da pasta aglomerante e apresenta papel fundamental no desempenho das argamassas aplicadas, especialmente quanto à estanqueidade e à durabilidade.

2.10.3.4 *Resistência mecânica*

De acordo com CARASEK (2007), a resistência mecânica diz respeito à propriedade dos revestimentos de possuírem um estado de consolidação interna capaz de suportar esforços mecânicos das mais diversas origens e que se traduzem, em geral, por tensões simultâneas de tração, compressão e cisalhamento.

A NBR 13281 (ABNT, 2005) indica que os requisitos mecânicos e reológicos das argamassas devem estar em conformidade com as exigências indicadas na tabela 1.

Tabela 1 – Exigências mecânicas e reológicas para argamassas.

CARACTERÍSTICA	IDENTIFICAÇÃO	LIMITES	MÉTODOS
Resistência à compressão aos 28 dias (MPa)	I	$\geq 0,1$ e $< 4,0$	NBR 13279
	II	$\geq 4,0$ e $\leq 8,0$	
	III	$> 8,0$	
Capacidade de retenção de água (%)	Normal	≥ 80 e ≤ 90	NBR 13277
	Alta	> 90	
Teor de ar incorporado (%)	A	< 8	NBR 13278
	B	≥ 8 e ≤ 18	
	C	> 18	

2.10.3.5 Permeabilidade e durabilidade

A permeabilidade, segundo BAÍA E SABBATINI (2008), está relacionada à passagem de água pela camada de argamassa, que é um material poroso e permite a percolação da água tanto no estado líquido como no de vapor. O revestimento deve evitar a percolação de água e ser permeável ao vapor. Quando existem fissuras no revestimento, o caminho para a percolação da água é direto até a base, o que compromete a estanqueidade da vedação. Além da fissuração, outros fatores prejudicam a durabilidade do revestimento, tais como a cultura e proliferação de micro-organismos, a qualidade dos materiais das argamassas e a falta da manutenção (BARROS, 1998, p. 10). A permeabilidade pode ser indicada pelo coeficiente de capilaridade, conforme ensaio da NBR 15259 (ABNT, 2005).

2.11 CONCRETO

Este material é originado através da mistura homogênea de cimento, água, agregados graúdos e miúdos que resultam em uma pasta que pode ser moldada. Em alguns casos são incorporados aditivos que podem modificar o tempo de pega e trabalhabilidade, sem alterar a resistência prevista nos cálculos de dosagem (BAUER, 2008).

Este material é altamente empregado na construção civil. Segundo FUSCO (2008), o custo final do concreto é significativamente menor que os de outros materiais, como o aço, pelo fato dos agregados utilizados na mistura serem, em geral, de fontes locais, não muito distantes da obra.

2.11.1 PROPRIEDADES DOS CONCRETOS NO ESTADO FRESCO

BARROS, et. al. (2005), publicam que o comportamento da argamassa no estado fresco e, por consequência, no estado endurecido é facilmente alterado com a variação das proporções entre os materiais constituintes. Na maioria dos casos, assume-se que os materiais constituintes são suspensões concentradas de partículas sólidas (agregados) e um líquido viscoso (pasta). De acordo com LARA E SOUZA (2005) é comum considerar que tais concentrações escoam como um fluido cuja resistência ao escoamento é expressa pela viscosidade.

2.11.1.1 *Trabalhabilidade e consistência*

O conceito de trabalhabilidade e consistência do concreto estão ligados a facilidade do seu manuseio, adensamento e moldagem sem a perda da homogeneidade. Tanto a trabalhabilidade como a consistência do concreto dependem da granulometria dos materiais sólidos, da incorporação de aditivo e principalmente do fator água/cimento (CARVALHO E FILHO., 2009).

Uma forma de medir a trabalhabilidade e a consistência pode ser realizada por meio do teste de fluxo livre através do abatimento de tronco de cone (*slump test*). Um concreto que apresente um abatimento de tronco de cone alto, em geral é um concreto de fácil lançamento e adensamento, e considerado de boa trabalhabilidade.

Alguns fatores podem afetar a trabalhabilidade do concreto no estado fresco:

a) Fatores internos:

- Relação água/cimento ou teor de água/materiais seco;
- Traço definida pela proporção entre cimento e agregados;
- Granulometria do agregado graúdo e miúdo;
- Forma dos grãos dos agregados;
- Incorporação de aditivos.

b) Fatores externos:

- Tipo de mistura (manual ou mecânica);
- Tipo de transporte (vertical ou horizontal);
- Tipo de lançamento (de pequena ou grande altura);
- Tipo de adensamento (manual, vibratório, vácuo, centrifugado, etc.)
- Dimensões e densidade da armadura na peça a ser executada.

2.11.1.2 *Homogeneidade*

A homogeneidade está relacionada à distribuição e arranjo dos agregados graúdos dentro da argamassa do concreto (cimento, areia e água), isto é, a uniformidade com que os agregados graúdos se apresentam dentro da argamassa e a forma como esses agregados estão envolvidos pela matriz, sem que haja a separação entre a matriz e os agregados.

Quanto mais coeso e homogêneo for o concreto no estado fresco menor será a sua permeabilidade. Dessa forma a homogeneidade está ligada a qualidade da estrutura e seu acabamento final, sem que haja a necessidade de reparos superficiais após a desforma.

2.11.1.3 *Pega e endurecimento*

Após a adição de água na mistura seca (cimento e agregados), começa as reações químicas do cimento que produzem o endurecimento do concreto. Aproximadamente 2 horas após o começo das reações químicas o concreto apresenta um comportamento de fluido viscoso conhecido como estado de “pega”. Depois da “pega” o concreto apresenta uma estrutura interna sólida, e sua resistência tende a aumentar com o passar do tempo, este efeito é chamado de “cura”. Chama-se pega o intervalo de tempo correspondente ao momento da adição de água até o início das reações com os componentes do aglomerante, com o passar do tempo a matriz começa a perder a plasticidade, aumentando a viscosidade e a temperatura se eleva. O fim da pega acontece quando a pasta não se deforma com a aplicação de pequenas cargas, aumentando a coesão e a resistência, então o concreto começa a se tornar um bloco rígido. Alguns fatores influenciam na duração do tempo de pega como:

- a) Cimentos com elevada quantidade de C_3A , que dentro do cimento é o composto que reage imediatamente com a água;
- b) Cimentos muito finos fazem com que a pega inicie mais rápido e o fim mais demorado em comparação com os menos finos;
- c) A quantidade de água utilizada na confecção do concreto;
- d) O aumento da temperatura do meio ambiente diminui o tempo de pega;
- e) A incorporação de alguns compostos solúveis acelera ou retarda o tempo de pega.

2.11.2 PROPRIEDADES DOS CONCRETOS NO ESTADO ENDURECIDO

2.11.2.1 *Massa específica*

No concreto no estado endurecido, a massa específica tem grande relevância, principalmente para o dimensionamento dos elementos estruturais.

Assim como no concreto no estado fresco, a massa específica do concreto no estado endurecido é influenciada pela massa específica dos seus componentes e as proporções na mistura. A granulometria, forma e textura dos grãos também podem influenciar, já que podem proporcionar uma melhor distribuição, ocupando o máximo de espaço no interior de concreto, reduzindo a porosidade e, conseqüentemente, aumentando a massa específica.

2.11.2.2 *Resistência*

A resistência de um determinado material é sem dúvida uma das propriedades mais importantes a ser conhecida. Para ANDRADE E TUTIKIAN (2011), a resistência é uma medida das forças externas aplicadas ao material que são necessárias para vencer as forças internas de atração entre suas partículas elementares.

Segundo estes autores, a resistência mecânica do concreto, no estado endurecido é o parâmetro mais empregado para avaliar a sua qualidade. Em conceito moderno, a resistência deve contemplar além da resistência mecânica do concreto, outras propriedades como a sua durabilidade e/ou módulo de elasticidade.

De acordo com CARVALHO E FILHO (2009), atualmente considera-se razoável a utilização dos parâmetros da resistência a compressão do concreto para determinação de outros tipos de solicitações. A NBR 6118 (ABNT, 2014), no item 8.2, que trata das propriedades do concreto, sugere que na falta de parâmetros mais precisos, pode-se de forma empírica, utilizar

expressões em função da resistência à compressão do concreto para se determinar sua resistência.

Segundo MEHTA & MONTEIRO (2014), no concreto há uma relação inversa entre porosidade e resistência mecânica, sendo que estas e outras propriedades, como permeabilidade e durabilidade, dependem da relação água/cimento da mistura. Quanto menor for a relação água/cimento, menor será a porosidade da pasta e maior será a aderência entre pasta e agregado, o que contribui para aumentar a resistência do concreto. Na pasta ou na argamassa existe uma relação forte entre a resistência e a porosidade, porém no concreto, essa relação não é direta devido à presença de microfissuras na zona de transição (ZT) entre agregado e pasta, sendo que em concretos de baixa porosidade, ou com agregados de elevada resistência, a resistência do concreto é influenciada tanto pela matriz quanto pela ZT.

Outro fator que influencia a resistência do concreto à compressão é a idade do concreto, por estar associada às reações químicas decorrentes do processo de hidratação da pasta. À medida que a hidratação do cimento evolui, vão-se formando compostos sólidos na pasta hidratada, restando alguns vazios que dependem da relação água/cimento inicial. No concreto de cimento Portland esse fenômeno ocorre durante grande parte da vida útil da estrutura, mas é mais acentuado nas primeiras idades, até 28 dias (MEHTA & MONTEIRO, 2014).

2.11.2.3 *Módulo estático de elasticidade*

O módulo de elasticidade pode ser definido como sendo a relação entre a tensão aplicada e a deformação instantânea, que se mantém constante até o limite de proporcionalidade. O módulo estático de elasticidade à compressão é um parâmetro de identificação da rigidez do concreto, que caracteriza a sua capacidade de deformação elástica, quando submetido à compressão, relacionando a tensão aplicada com a deformação instantânea obtida.

A NBR 8522 (ABNT, 2017) define o módulo de deformação estático como módulo de elasticidade tangente inicial, que corresponde ao módulo de elasticidade cordal entre 0,5 MPa e 30% da carga de ruptura.

O fenômeno da microfissuração progressiva que ocorre na interface entre o agregado graúdo e a pasta de cimento, mediante carregamento crescente, aliado às demais características do concreto, introduz uma série de complexidades que levam a um comportamento tensão de formação não linear (ARAÚJO, 2016).

Para PETRUCCI (1987) os concretos de maior resistência têm maior inclinação no trecho inicial da curva tensão-deformação, por serem mais rígidos. Os concretos de menor resistência, por serem menos rígidos, apresentam maiores deformações na ruptura.

2.11.2.4 Durabilidade

Segundo HELENE (1993), a durabilidade é uma propriedade fundamental do concreto endurecido, associada à capacidade do material resistir ao desgaste superficial, à ação de intempéries e ataques químicos e físicos, sem afetar suas propriedades e funcionalidade.

METHA & GERWICK (1982) apud MEHTA & MONTEIRO (2014) constataram que a fissuração devida a gradientes normais de temperatura e umidade são uma das causas de deterioração física do concreto, assim como a exposição a temperaturas extremas, como congelamento ou altas temperaturas. Entre as causas de deterioração química, os autores destacam a hidrólise de componentes da pasta, que contêm cálcio, por água mole e a formação de produtos expansivos, devido ao ataque de sulfatos e à reação álcali-agregado.

HELENE (1993) salienta que o tipo de cimento, a relação água/cimento e o grau de hidratação são os principais parâmetros que influenciam a absorção capilar de água, a permeabilidade, a migração de íons assim como todas as propriedades mecânicas do concreto, entre as quais, o módulo de elasticidade e a resistência à compressão, afetando não só o desempenho mecânico como também a durabilidade do concreto. Na temperatura ambiente, a durabilidade está associada à porosidade e à permeabilidade uma vez que a água é o principal veículo de degradação da durabilidade do concreto, transportando agentes agressivos (íons cloretos, CO₂, entre outros), através da estrutura de poros do material (DIAMOND, 2004). A redução da porosidade e da permeabilidade pode ser feita através da redução da relação água/aglomerante ou através da incorporação de adições minerais e de determinados resíduos na mistura do concreto.

Para ANDRADE et al. (2003), a relação água/cimento e o processo de cura influenciam o desempenho do concreto contra o ataque de agentes agressores e as adições minerais aumentam a resistência aos ataques químicos devido à redução do Ca(OH)₂. Para VIEIRA et al. (2007), a redução da relação água/aglomerante e a adição de sílica ativa melhoram significativamente a resistência do concreto contra a ação de agentes agressores.

3 ARTIGO 1 - CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DO POTENCIAL USO DO RESÍDUO DO BENEFICIAMENTO DO CAULIM PARA USO NA CONSTRUÇÃO CIVIL.

RESUMO

O caulim é uma rocha formada por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita, esse mineral apresenta características especiais que permitem sua utilização na fabricação de papel, cerâmica, tintas etc. Entretanto, durante seu beneficiamento é gerado uma grande quantidade de resíduo que vão parar nas barragens de rejeitos. Aqui, esse resíduo foi caracterizado e o seu potencial para uso na construção civil foi apresentado. Foram avaliados composição química e mineralógica, e o desempenho como material cimentício suplementar. Os resultados indicaram que o resíduo após tratamento térmico, apresenta um imenso potencial para uso como material cimentício suplementar, especialmente do que se trata do resíduo tratado na temperatura de 700°C. O resíduo do caulim apresentou um halo amorfo característico de argilos minerais pozolânicos após calcinação nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C mas os índices de atividade pozolânicas revelaram que a temperatura de 700°C mostrou-se a temperatura mais adequada para usos futuros do resíduo como material cimentício suplementar, devido essa temperatura ter apresentado o melhor desempenho, esses resultados foram complementados pela análise de rietveld que concluiu que as misturas que continham o resíduo do caulim tratado termicamente em 700°C foram que apresentam o menor teor de hidróxido de cálcio livre.

Palavras-chave: resíduo do caulim. Atividade pozolânica. Material cimentício suplementar.

ABSTRACT

Kaolin is a rock formed by a group of hydrated aluminum silicates, mainly kaolinite, this mineral has special characteristics that allow its use in the manufacture of paper, ceramics, paints, etc. However, during its processing, a large amount of waste is generated, which ends up in the tailings dams. Here, this residue was characterized and its potential for use in civil construction was presented. Chemical and mineralogical composition and performance as a supplementary cementitious material were evaluated. The results indicated that the residue after thermal treatment has an immense potential for use as a supplementary cementitious material, especially when it comes to the residue treated at a temperature of 700°C. The kaolin residue showed an amorphous halo characteristic of pozzolanic mineral clays after calcination at temperatures of 500°C, 700°C and 900°C, but the pozzolanic activity indices revealed that the temperature of 700°C was the most suitable temperature for future uses of the residue as a cementitious material Supplementary, as this temperature had the best performance, these results were complemented by the rietveld analysis, which concluded that the mixtures that contained the kaolin residue heat-treated at 700°C had the lowest free calcium hydroxide content.

Keywords: Kaolin residue. Pozzolanic activity. Supplementary cementitious material.

3.1 INTRODUÇÃO

No Brasil as reservas de caulim são estimadas em 4.144 Mt, desse total e a região amazônica possui 90% dessas reservas em seu território (MME, 2010). Grande parte do caulim é hoje exportado para uso como carga ou pelas indústrias de papel e cerâmica, mas em menor escala, em refratários, tintas, produtos químicos, entre outros (MARTIRES, 2010).

Durante a mineração e processamento do caulim macio para fins comerciais, uma quantidade expressiva de resíduos inorgânicos e não perigosos é gerada (LONGHI et al, 2016). As quantidades mais significativas vêm de estágios de centrifugação, separação magnética, branqueamento químico e processos de filtração (BARATA; ANGÉLICA, 2011). Os materiais rejeitados são dispostos em grandes tanques de sedimentação gerando impactos econômicos e ambientais onde estão localizados. Essas barragens de rejeitos são caras, pois requerem operações de terraplenagem permanentes e monitoramento constante para evitar vazamentos causados por seu rompimento (BARATA, 2007) como acidentes graves envolvendo indústrias de mineração na região amazônica. Outro impacto ambiental da atividade de mineração de caulim é o desmatamento da floresta amazônica para a construção das barragens de rejeitos.

Para que a argila caulinítica possa desenvolver a atividade pozolânica existe a necessidade que a mesma sofra um processo de calcinação, em temperaturas entre 500°C e 900°C, e posteriormente a moagem, visando diminuição da sua granulometria. Quando o processo de moagem reduz o tamanho das partículas a valores inferiores a 5µm, constata-se uma excelente atividade pozolânica, sendo denominado por alguns autores como metacaulim de alta reatividade. Esta capacidade pozolânica faz com que este material possa substituir parte do cimento no concreto com o objetivo de aumentar a sua durabilidade e a sua resistência.

Entretanto, esse resíduo pode ser incorporado na cadeia de produção do cimento como uma alternativa para reduzir o impacto ambiental da indústria do cimento. A redução do fator clínquer por meio da incorporação de materiais cimentícios suplementares (MCSs) tem sido uma prática comum para mover a indústria cimenteira em direção à produção sustentável. Normalmente, os MCS são produtos residuais, pozolanas naturais ou minerais ativados (SKIBSTED; SNELLINGS, 2019). O primeiro grupo inclui subprodutos industriais, como cinzas volantes, escória de alto-forno e sílica ativa. Outros materiais podem ser naturalmente pozolânicos devido à composição química e reatividade em uma solução alcalina, como cinza vulcânica (CELIK et al., 2014) ou diatomita (ZHANG; MONTEIRO, 2019). Já os materiais

ativados podem necessitar de tratamento químico ou de calcinação (FLEGAR et al., 2019) para aumentar sua reatividade.

Por conta disso, o presente trabalho tem como objetivo caracterizar química, mineralógica e fisicamente resíduo do caulim calcinado, bem como avaliar sua atividade pozolânica com a cal e com o cimento, e analisar seu potencial uso na construção civil.

3.2 METODOLOGIA

3.2.1 MATERIAIS UTILIZADOS

- REJEITO DE CAULIM

O resíduo de caulim utilizado no presente trabalho, foi coletado na lagoa de rejeito no estado do Amapá conforme NBR 10007 (ABNT, 2004) que trata da amostragem de resíduos sólidos (Figura 6).

Aproximadamente 100 kg de amostra foram retiradas com permissão do diretor da empresa e enviadas para o Laboratório de Engenharia Civil (LEC) da Universidade Federal do Pará (UFPA), onde foram armazenadas em recipientes plásticos para serem utilizadas nesta pesquisa.

Sua peculiaridade está no resfriamento do resíduo, pois o rejeito precisou passar por um processo de desidratação a uma temperatura de 100°C para perda de total de água para posterior beneficiamento. Após a coleta o material passou por um processo de britagem em um britador de mandíbulas para redução de sua granulometria, em seguida a rejeito passou por um processo de moagem para obtenção de uma granulometria inferior a 75 µm para então ser calcinado nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C.



Figura 6 – Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.

- CIMENTO

Para os ensaios de determinação do índice de atividade pozolânica (NBR 5752, 2014), utilizou-se o cimento CP II-F 32, onde suas propriedades são apresentadas na Tabela 2 fornecida pelo fabricante..

Tabela 2 - Propriedades do cimento CP II-F 32

Ensaio Físicos	Unidade	Média	Máximo	Mínimo	Desvio
Expansão a quente	mm	0,26	0,42	0,10	0,11
Tempo de pega (Início)	Minutos	238	259	215	13
Tempo de pega (Fim)	Minutos	287	314	264	15
Água de consistência normal	%	27,0	27,5	26,7	0,2
Blaine	Cm ² /g	3.378	3.444	3.335	36,34
Peneira # 200	%	1,13	1,48	0,67	0,26
Peneira # 325	%	7,14	9,28	5,39	1,12
Resistência à compressão (1 dia)	Mpa	15,8	17,1	14,8	0,8
Resistência à compressão (3 dias)	Mpa	30,1	32,7	28,1	1,4
Resistência à compressão (7 dias)	Mpa	35,8	37,8	34,4	1,1
Resistência à compressão (28 dias)	Mpa	42,3	43,4	40,9	0,8
Massa específica	g/cm ³	3,06			
Ensaio Químicos	Unidade	Média	Máximo	Mínimo	Desvio
Al ₂ O ₃	%	4,28	4,47	4,13	0,09
SiO ₂	%	18,30	18,75	17,78	0,35
Fe ₂ O ₃	%	2,94	3,08	2,80	0,06
CaO	%	61,35	61,75	60,81	0,31
MgO	%	2,49	3,38	1,80	0,54
SO ₃	%	2,59	2,70	2,51	0,07
Perda ao Fogo	%	6,70	6,94	6,48	0,14
CaO Livre	%	0,85	1,00	0,69	0,08
Resíduo Insolúvel	%	1,38	1,64	1,18	0,15
Equiv. Alcal.	%	0,66	0,69	0,63	0,02

• AGREGADO MIÚDO

A areia utilizada para a o ensaio de índice de pozolanicidade possui característica de agregados comumente encontrados nos leitos dos rios próximos à região metropolitana de Belém do Pará, onde passou por secagem em estufa por 24h em temperatura de $100\pm 5^{\circ}\text{C}$.

Essa areia passou pelo processo de secagem, com o auxílio de estufa por 24h em temperatura de $100\pm 5^{\circ}\text{C}$ e foi armazenada em tonéis. Para efeito de caracterização foi determinada sua massa unitária e índice de vazios NBR 16972 (ABNT, 2021), composição granulométrica NBR NM 248 (ABNT, 2003) e massa específica segundo a NBR 16916 (ABNT, 2021). A tabela 3 mostra a caracterização da areia utilizada.

Tabela 3 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.

Areia				
Abertura das peneiras (mm)	Massa retida (g)	% Retida	% Retida Acumulada	Norma de Ensaio
4,75	0,53	0	0	
2,36	2,06	1	1	
1,18	9,07	3	4	
0,6	25,62	8	12	NBR NM 248
0,3	131,40	44	56	(ABNT, 2003)
0,15	99,30	33	89	
Fundo	31,81	11	100	
	299,79	100		
Massa Específica		2,53 g/cm ³	NBR 16916 (ABNT, 2021)	
Massa Unitária		1,61 g/cm ³	NBR 16972 (ABNT, 2021)	
Módulo de Finura		1,63	NBR NM 248 (ABNT, 2003)	
Dimensão Máxima		1,18 mm	NBR NM 248 (ABNT, 2003)	
Índice de Vazios		41%	NBR 16972 (ABNT, 2021)	
Fator de empacotamento		59%	NBR 16972 (ABNT, 2021)	

Foram utilizados também como material nesse trabalho o hidróxido de cálcio com massa específica de 2560 kg/m³, e água potável com temperatura de 28°C e pH 6,0 oriunda da Universidade Federal do Pará que atualmente produz sua água. Portanto, o abastecimento hídrico da universidade oferece água válida para a produção de concretos.

3.2.2 – MÉTODOS

Antes de cada ensaio, as amostras de lodo de caulim calcinada após sua moagem eram armazenadas em estufa em temperatura de 100°C até obter constância de massa. Após alcançar constância de massa eram expostas em ambiente de laboratório em temperatura de 28°C por um período de 24 horas.

O primeiro experimento, foi para verificação da finura do resíduo de caulim calcinado conforme a NBR 11579 (ABNT, 2012), isso foi realizado para verificar a necessidade do tempo de moagem necessário para obter a finura necessária para os experimentos a serem realizados no presente estudo. O experimento de finura mostrou que o resíduo de caulim em 1 hora de moagem apresentava um índice de finura (IF) de 9,56% para todas as amostras testadas. Por isso foi realizado um ensaio de massa específica e massa unitária de acordo com a NBR 16972 (ABNT, 2021).

ANÁLISE TÉRMICA

- *Análise termogravimétrica (TGA)*

A caracterização térmica avalia o comportamento da amostra durante o aquecimento, sendo ligada a uma balança de precisão, que permite o registro das variações de massa em função da temperatura. O sistema de controle atmosférico é de grande importância, pois os gases presentes no momento da análise podem ou não reagir com a amostra, tendo efeitos diretos nas variações de massa. A análise termogravimétrica (TG/DTG) foi realizada em equipamento da TA Instruments modelo SDT 2960, em atmosfera dinâmica de nitrogênio (N₂) com fluxo de 100 mL/min., utilizando cadinho de alumina como porta-amostra. A taxa de aquecimento foi de 10 °C/min., aplicada até 1200 °C.

Segundo MACKENZIE (1979), análises térmicas são um grupo de técnicas nas quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura, enquanto a substância é submetida a uma variação de temperatura controlada. Diversas são as propriedades possíveis de serem avaliadas (físicas, termodinâmicas, mecânicas, óticas, magnéticas, elétricas, acústicas), mas as análises principais são as associadas à avaliação de variação de massa, temperatura, entalpia e dimensões (MANSUR, 2002). Trata-se de uma

série de técnicas tais como análise termogravimétrica (TGA – Thermogravimetric Analysis), análise térmica diferencial (DTA – Differential Thermal Analysis), análise calorimétrica diferencial (DSC – Differential Scanning Calorimetry), análise dilatométrica (TD – Thermodilatometry), entre outras. Segundo HANDOO (1999), uma combinação de DTA e TGA tem se mostrado eficiente no estudo de materiais cimentícios. Essas técnicas são utilizadas tanto para caracterizar as matérias-primas da fabricação do cimento quanto para estudar suas propriedades tais como a taxa e extensão de hidratação de seus compostos.

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA

- *Difração de raios X (DRX).*

A caracterização mineralógica do rejeito de caulim calcinado foi obtida por meio da Difração de Raios X (DRX), pelo método do pó, realizado no Laboratório de Análises Químicas do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará.

A difração de raios X é o principal método usado para identificar composição de fases de materiais cristalinos e, em alguns casos, fazer identificação qualitativa de constituintes. Pode ser aplicada a materiais na forma de pó ou materiais densificados.

Os ângulos através dos quais os raios X são espalhados são uma característica da estrutura cristalina. A intensidade da radiação espalhada é característica da composição atômica e do empacotamento atômico dos planos de difração dos átomos. Estes valores foram coletados e analisados por um *software* que utiliza as fichas difratográficas do *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* – JCPDS, onde são apresentadas as características dos espectros de difração de fases cristalinas em termos de espaçamento interatômico (d), das intensidades relativas dos picos de difração (I / I_0) e dos índices de Miller (hkl).

Para realizar este ensaio, as amostras foram cominuídas em moinho planetário revestido de alumina durante 60 minutos, utilizou-se corpos moedores de alumina, até todo o material ser passante através da peneira de abertura # 200. Utilizou-se um difratômetro da marca Philips, modelo X'PERT MDP com radiação CuK, operando com uma tensão de 40 kV e corrente de 40 mA, velocidade de $0.05^\circ/s$ em uma faixa de 20 a 80° . Foi utilizada uma janela de 15mm e fendas de divergência e anti-espalhamento de 1° .

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

- *Florescência de raios X (FRX).*

Para validar a caracterização química da amostra do rejeito de caulim foi utilizada a análise por Fluorescência de Raios X (FRX), realizado no Laboratório de Análises Químicas do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará. A técnica de fluorescência de raios X permite a determinação dos elementos químicos que compõe a amostra.

As amostras (areia moída, cimento e caulim) foram analisadas utilizando-se pastilhas de 30 mm de diâmetro. As pastilhas foram confeccionadas através de prensagem uniaxial de uma mistura da amostra em pó (passante na peneira #200) e ácido bórico em partes iguais. Foi utilizado o equipamento da marca SHIMADZU, modelo XRF-1800, no método qualitativo.

CARATERIZAÇÃO DE REATIVIDADE

- *Índice de atividade pozolânica com cal*

Este ensaio foi conduzido seguindo a NBR 5751 (ABNT, 2015) que descreve o método de ensaio de atividade pozolânica através do índice de atividade com cal.

Tabela 4 - Proporção de mistura para IAP com cal, relação água/finos e relação hidróxido de cálcio/adição mineral.

Argamassas	Massa dos Materiais (g)				Relação água finos ² (g/g)	Relação CH/Adição ³ (g/g)
	Hidróxido de cálcio	Areia normal ¹	Adição mineral	Água		
Fíler calcário			250,7	180,0	0,51	0,41
Fíle quartzoso			241,4	200,0	0,58	0,43
Cinza de casca de arroz			196,9	200,0	0,66	0,53
Metacaulim			232,1	185,0	0,55	0,45
Sílica ativa			202,4	340,0	1,11	0,51
Material cerâmico 0,5 h			243,6	150,0	0,43	0,43
Material cerâmico 1,0 h			246,4	150,0	0,43	0,42

Material cerâmico 1,5 h	104,0	936,0	248,3	150,0	0,43	0,42
Material cerâmico 0,5 h 700 RR			240,8	150,0	0,44	0,43
Material cerâmico 1,0 h 700 RR			244,5	150,0	0,43	0,43
Material cerâmico a,5 h 700 RR			243,6	150,0	0,43	0,43

¹ Areia normal brasileira (NBR 7214): 234 gramas de cada fração granulométrica.

² Relação água/fino: quociente entre a massa de água e a soma das massas de hidróxido de cálcio e adição mineral contidas na argamassas – água/(hidróxido de sódio + adição mineral).

³ Relação hidróxido de cálcio/adicação: quociente entre as massas de hidróxido de cálcio e adições minerais contidas na argamassa.

A mistura e moldagem seguiram as prescrições da NBR 7215 (2019), após os corpos de prova foram curados nos próprios moldes durante 24 h a temperatura de 23 °C e durante seis dias a temperatura de 55 ± 4 °C. A ruptura foi realizada aos 7 dias com o corpo de prova a temperatura de 23 °C. Para que fosse evidenciada a pozolanicidade do material foi necessário alcançar resistência à compressão superior a 6 MPa conforme preconiza a NBR 12653(2015).

- *Índice de atividade pozolânica com cimento*

Este ensaio foi conduzido de acordo com a NBR 5752 (2012), que prescreve o método de ensaio de atividade pozolânica através do índice de atividade com cimento.

Tabela 5 - Proporção de mistura para IAP com cimento e relação água/finos.

Argamassas	Massa dos Materiais (g)				Relação água finos ² (g/g)	Relação CH/Adição ³ (g/g)
	Hidróxido de cálcio	Areia normal ¹	Adição mineral	Água		
Cimento CP V-ARI	312,0		0,0	150,0	0,48	0,48
Fíler calcário			94,2	159,0	0,54	0,78
Fíle quartzoso			90,7	171,0	0,58	0,84
Cinza de casca de arroz			74,0	181,9	0,66	0,90
Metacaulim			87,2	117,0	0,40	0,58
Sílica ativa			76,1	210,0	0,75	1,04
Material cerâmico 0,5 h			90,7	115,2	0,39	0,57
Material cerâmico 1,0 h			91,8	112,1	0,38	0,55

Material cerâmico 1,5 h	202,8	936,0	92,5	110,9	0,38	0,55
Material cerâmico 0,5 h 700						
RR			89,7	115,2	0,39	0,57
Material cerâmico 1,0 h 700						
RR			91,1	115,2	0,39	0,57
Material cerâmico a,5 h 700						
RR			90,7	115,2	0,39	0,57

¹ Areia normal brasileira (NBR 7214): 234 gramas de cada fração granulométrica.

² Relação água/fino: quociente entre a massa de água e a soma das massas de hidróxido de cálcio e adição mineral contidas na argamassas – água/(hidróxido de sódio + adição mineral).

³ Relação hidróxido de cálcio/adição: quociente entre as massas de hidróxido de cálcio e adições minerais contidas na argamassa.

- *Refinamento Rietveld - Drx*

O difratograma de um material cristalino em pó é construído através de uma coleção de perfis de reflexões individuais, cada qual com uma posição e largura de pico, bordas com decaimento gradual com a distância da posição de pico máximo e uma área integrada proporcional à intensidade de Bragg (I_k), onde k representa os índices de Miller h , k , e l (CARVALHO, 1996; FERRI, 2007; NETO, 2001).

3.3 ANÁLISE DOS RESULTADOS

3.3.1 ANÁLISE TÉRMICA

3.3.1.1 *Análise termogravimétrica*

A figura 7 representa a análise termogravimétrica da amostra de caulim, onde os resultados apresentam uma perda de massa e uma grande mudança de fase na temperatura de 548 °C que corresponde a desidroxilação da caulinita.

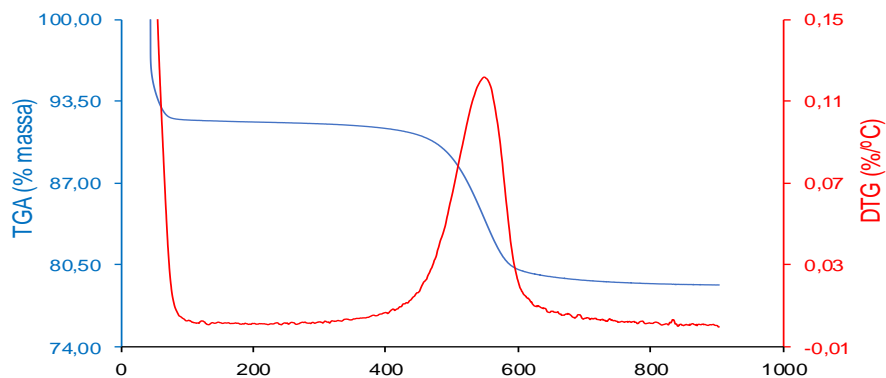


Figura 7 - Análise de termogravimétrica das amostras de rejeito de Caulim

A caulinita estudada, apresenta uma quantidade de defeitos, que necessita de uma temperatura maior para iniciar a desidroxilação. As caulinitas com alto grau de defeitos, que proporcionam as maiores taxas de desidroxilação e as maiores reatividades. Isso significa que as caulinitas com maior quantidade de defeitos, podem produzir pozolanas de alta reatividade a um menor custo energético.

3.3.2 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA

3.3.2.1 Difração de raios X

A figura 8 diz que o aumento da temperatura ocasionou a decomposição da caulinita que provavelmente se transformou em metacaulinita, isso é evidenciado pela TGA que apresenta uma perda de massa e uma grande mudança de fase na temperatura de 548 °C que corresponde a desidroxilação da caulinita.

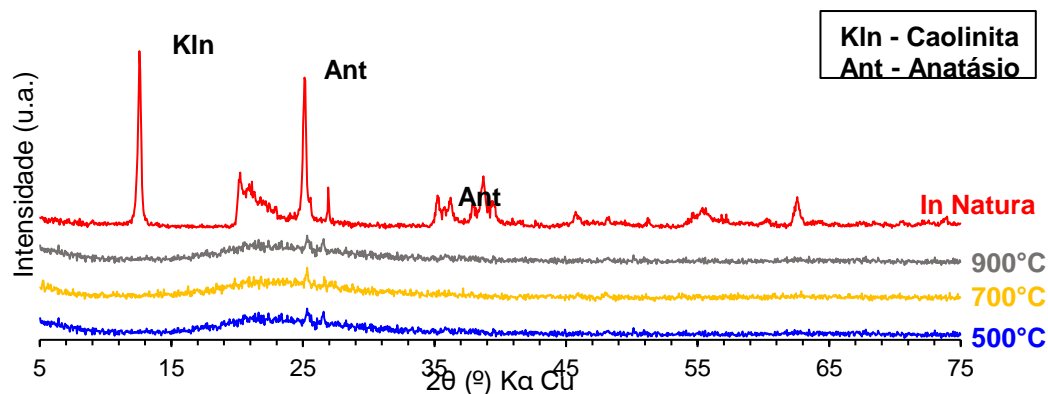


Figura 8 - Análise do DRX das amostras do rejeito de caulim in natura e calcinados

Nas amostras do mineral in natura acessórios encontrados foram o quartzo, caulinita e anatásio. Duarte (1996) identificou nos caulins do Morro do Felipe (Rio Jari) picos de hematita em proporções ínfimas e anatásio em quantidades abundantes, com reflexões bem desenvolvidas, além da mica nas amostras do nível inferior.

3.3.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

3.3.3.1 Fluorescência de raios FRX

A tabela 6 apresenta os resultados das análises de FRX do Caulim utilizado na pesquisa. O referido material é composto por 38,97% de Al_2O_3 e 43,89% de SiO_2 , o que a caracteriza como fonte predominante de alumínio na proporção. (TCHAKOUTE et al, 2015).

Tabela 6- Resultados das análises de FRX.

Material	SiO_2	Al_2O_3	CaO	Fe_2O_3	Na_2O	TiO_2	P_2O_5	PF
Caulim	43.89	38.97	0.01	1,38	0.13	1,29	<0.001	14.46

A análise química da amostra do resíduo do caulim revela que esse material é rico em óxidos de silício e alumínio (>80%) e apresenta um teor insignificante de cálcio (Tabela 1). A perda ao fogo do material foi de cerca de 14,46%, o elevado teor de alumínio e silício está associado a presença de caulinita, já a perda ao fogo pode estar associada a desidroxilação da caulinita durante o ensaio.

A NBR 12653 (ABNT 2014) estabelece que o somatório dos compostos SiO_2 , Al_2O_3 , e Fe_2O_3 , para os materiais da classe N (argila calcinada), deve ser maior ou igual à 70%. Considerando os resultados diagnosticados, têm-se para estes compostos, um somatório de 89,48%, valor superior ao mínimo estabelecido por norma.

3.3.4 CARACTERIZAÇÃO DE REATIVIDADE

3.3.4.1 Índice de atividade pozolânica com cal

A figura 9 apresenta os resultados obtidos de resistência a compressão no ensaio de índice de atividade pozolânica com cal.

Como critério de análise estatística, para eliminação dos espúrios, utilizou-se a maior resistência obtida na amostra, sendo mantidos os maiores valores dos resultados à compressão.

Ao avaliar o desempenho das amostras calcinadas, a temperatura de 500°C não apresentou o desempenho mínimo quanto à atividade pozolânica com a cal (6 MPa), indicando que a calcinação a essa temperatura possa não ter sido eficiente. Já as temperaturas de 700°C e 900°C apresentaram desempenho similares quanto a esse ensaio (Figura 9).

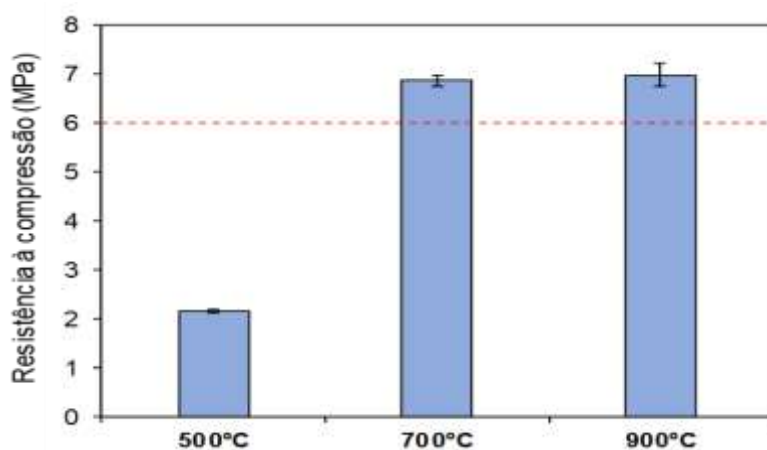


Figura 9 – Desempenho das amostras calcinadas quanto ao índice de atividade pozolânica com a cal.

3.3.4.2 Índice de atividade pozolânica com cimento

Em relação ao índice de atividade pozolânica com o cimento, as amostras tratadas termicamente em 500°C e 900°C apresentaram desempenho similares quando comparadas com a amostra de referência (Figura 10). Já a amostra tratada termicamente em 700°C apresentou um índice de atividade pozolânica de 120%, esse valor está 33% a mais que o mínimo recomendado para utilização comercial do material aqui estudado como material pozolânico ou material cimentício suplementar. com temperatura à 900°C apresentou resultado abaixo da amostra referência com 88%.

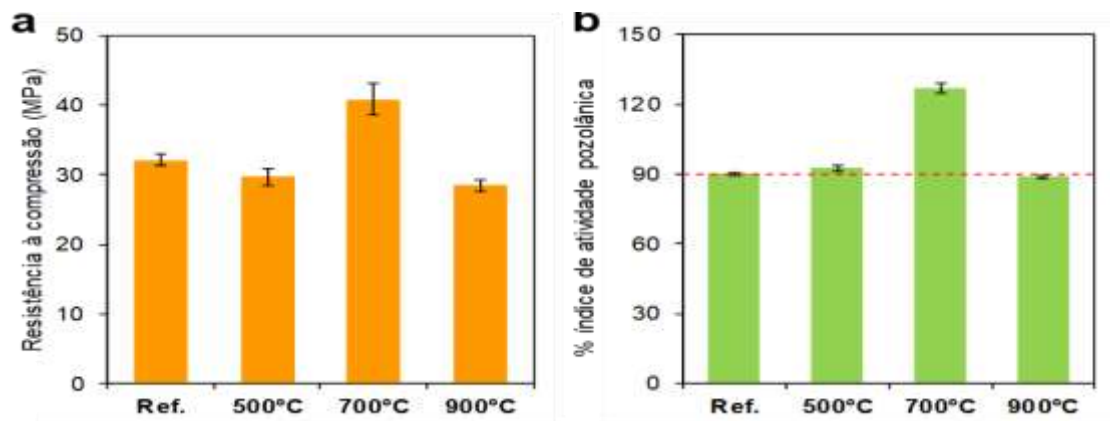


Figura 10 – Índice de atividade pozolânica com o cimento das amostras de resíduo de caulim tratado termicamente.

3.3.4.3 *Análise de Rietveld*

Complementarmente foi realizado uma análise de Rietveld com o intuito de quantificar o conteúdo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em pastas de cimento com substituição parcial do cimento pelo resíduo do caulim tratado termicamente. Os resultados indicam que as amostras testadas com o resíduo calcinado em 900°C e 500°C são as misturas foram inferiores, pois elas apresentaram o consumo de hidróxido de cálcio maiores que as amostras de 700°C (Figura 11). O fato da amostra de 700°C ter apresentado menor teor de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em comparação com as demais amostras, indica que houve um maior consumo desse composto para a produção quantidades adicionais de silicato de cálcio hidratado (C-S-H). Isso complementa os dados de índice de atividade pozolânica com cimento, pois sugere que o maior desempenho dessas amostras está relacionado a esse aumento de C-S-H pozolânico, que é o principal responsável pela resistência de materiais de matriz cimentícia.

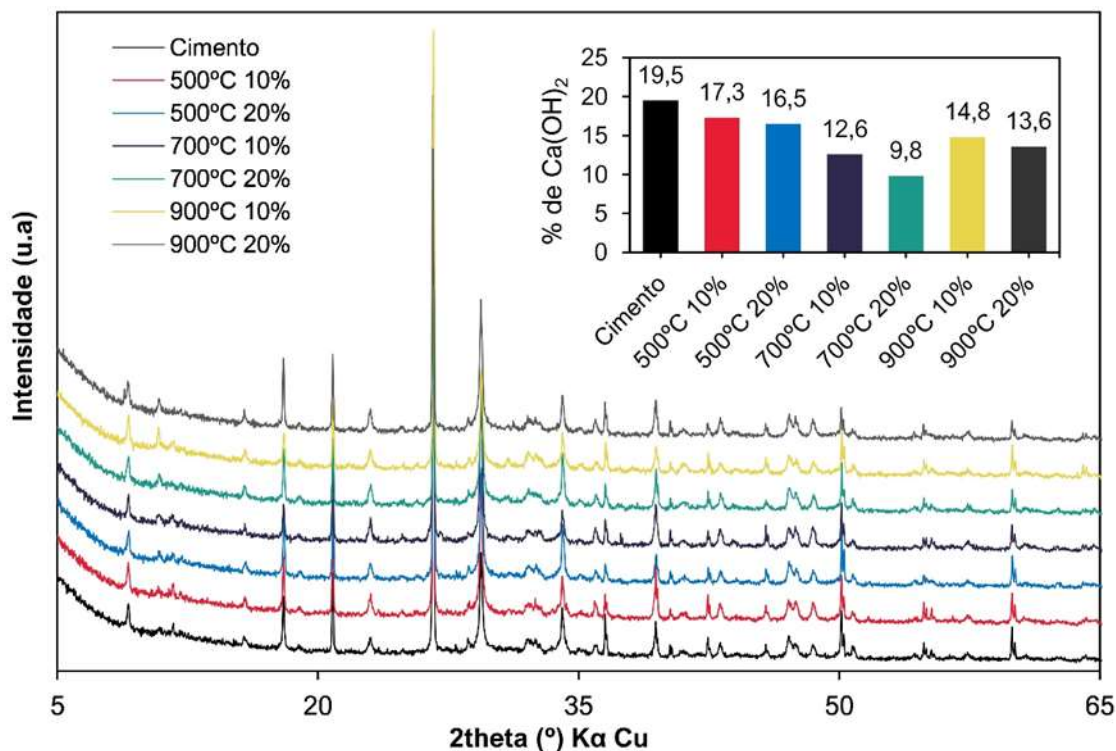


Figura 11 – Análise de difração de raios X de misturas de cimento com o resíduo de caulim tratado termicamente em diferentes temperaturas e quantificação por análise de Rietveld.

3.4 CONCLUSÕES

No presente estudo o resíduo de caulim calcinado termicamente foi caracterizado para verificar a viabilidade do uso desse material como material cimentício suplementar, dessa forma as seguintes conclusões podem ser tiradas da análise e discussão dos resultados:

- O resíduo do caulim apresentou um halo amorfo característico de argilos minerais pozolânicos após calcinação nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C;
- Os índices de atividade pozolânicas revelaram que a temperatura de 700°C é a temperatura mais adequada para usos futuros do resíduo como material cimentício suplementar, devido essa temperatura ter apresentado o melhor desempenho;

- Esses resultados foram complementados pela análise de Rietveld que concluiu que as misturas que continham o resíduo do caulim tratado termicamente em 700°C foram que apresentam o menor teor de hidróxido de cálcio livre.

3.5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR NM 248: **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro. 2003.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5751: **Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias**. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5752: **Materiais pozolânicos — Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias**. Rio de Janeiro, 2014.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7215: **Cimento Portland – determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 10007: **Amostragem de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 11579: **Cimento Portland — Determinação do índice de finura por meio da peneira 75 µm (nº 200)**. Rio de Janeiro, 2013.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 12653: **Materiais pozolânicos - Requisitos**. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT - NBR 16697: **Cimento Portland - Requisitos**. Rio de Janeiro. 2018.

ABNT - NBR 16916: **Agregado miúdo - Determinação da densidade e da absorção de água**. Rio de Janeiro. 2021.

ABNT - NBR 16972: Agregados - **Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. Rio de Janeiro. 2021.

CARVALHO, F. M. DE S. **Refinamento da Estrutura Cristalina de Quartzo, Coríndon e Criptomelana Utilizando o Método de Rietveld**. Dissertação de Mestrado em Mineralogia e Petrologia-São Paulo - SP: Universidade de São Paulo - USP, 1996.

DUARTE, A. L. **Caulim do Morro do Felipe, Baixo Rio Jarí, contexto geológico e gênese. 1996. 132 f. Dissertação (Mestrado em Geologia e Petrologia)** - Curso de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Centro de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém.

FERRI, E. A. V. **Óxidos Magnetoelétricos De Bi^{3+} E Fe^{3+} Preparados Pelo Método Sol-Gel**. Dissertação de Mestrado em Química-Maringá - PR: Universidade Estadual De Maringá - UEM, 2007.

HANDOO, S.K. **Thermoanalytical Techniques**. In: CHOSH, S.; KUMAR, K. **Progress in Cement and Concrete – Modernization and Technology Upgradation in Cement Plants**. 1.ed. New Dehli: Akademia Books International, 1999. v.5, p.126- 153

KÖNIG, H. P. U.; SIMÕES, A. R. **O Refinamento de Rietveld como um método para o controle de qualidade de minérios de ferro**. Rem: Revista Escola de Minas, v. 55, n. 2, 2002.

LEITE, W. C. **Qualidade do Refinamento do Método de Rietveld em Amostras de Solo**. Dissertação de Mestrado em Ciência-Ponta Grossa - PR: Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG, 2012.

NETO, S. M. **Caracterização Cristaloquímica da Incorporação de Íons Cobre (II) e Goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) Sintética**. Tese de Doutorado em Ciências-Campinas - SP: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, 2001

J. Skibsted, R. Snellings. **Reactivity of supplementary cementitious materials (SCMs) in cement blends.** *Cem. Concr. Res.*, 124 (2019), Article 105799, 10.1016/j.cemconres.2019.105799

K. Celik, M. D. Jackson, M. Mancio, C. Meral, A. H. Emwas, P. K. Mehta, P. J. M. Monteiro. **High-volume natural volcanic pozzolan and limestone powder as partial replacements for portland cement in self-compacting and sustainable concrete.** *Cem. Concr. Compos.*, 45 (2014), pp. 136-147, 10.1016/j.cemconcomp.2013.09.003

J. Li, W. Zhang, C. Li, P.J.M. Monteiro. **Green concrete containing diatomaceous earth and limestone: workability, mechanical properties, and life-cycle assessment.** *J. Clean. Prod.*, 223 (2019), pp. 662-679, 10.1016/j.jclepro.2019.03.077

M. Flegar, M. Serdar, D. Londono-Zuluaga, K. Scrivener, Overview of clay as supplementary cementitious material, (2019) pp. 163–174. <https://doi.org/10.5592/co/phdsym.2019.14>. M. of M. and Energy, **Brazilian Mineral Yearbook 2010**, (2010)

MACKENZIE, R. C.; **Termochim. Acta** **1979**, 28, 1.

MANSUR, A.P.M. **Avaliação da Expansão por Umidade em Placas Cerâmicas de Revestimento.** Belo Horizonte: UFMG, 2002. 131 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

R.A.C. Mártires, **Caulim - Departamento Nacional de Produção Mineral do Brasil**, (2010).
M.A. Longhi, E.D. Rodríguez, S.A. Bernal, J.L. Provis, A.P. Kirchheim. **Valorisation of a kaolin mining waste for the production of geopolymers.** *J. Clean. Prod.*, 115 (2016), pp. 265-272, 10.1016/j.jclepro.2015.12.011

M.S. Barata, R.S. Angélica **Atividade pozolânica dos resíduos caulínicos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia.** *Matéria*, 16 (2011), pp. 797-810, 10.1590/S1517-70762011000300007.

M.S. Barata. **Aproveitamento dos Resíduos Cauliníticos das Indústrias de Beneficiamento de Caulim da região Amazônica Como Matéria Prima Para Fabricação de um Material de Construção (Pozolanas)**. Universidade Federal do Pará, Belém, Brasil (2007).

RIETVELD, H. M. **Research Report RCN-104**. Reactor Centrum Nederland, 1969a.

RIETVELD, H. M. **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures**. Journal of Applied Crystallography, v. 2, n. Reactor Centrum Nederland, Petten (NH.), The Netherlands, p. 65-71, 1969b.

YOUNG, R. A.; LARSON, A. C.; PAIVA-SANTOS, C. O. **Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns**. Publicação do Atlanta: School of Physics, Georgia Institute of Technology, 1998.

4. ARTIGO 2 - AVALIAÇÃO DO RESÍDUO DA MINERAÇÃO DO CAULIM TRATADO TERMICAMENTE PARA A PRODUÇÃO DE ARGAMASSAS.

RESUMO

A geração de resíduos urbanos e industriais é um problema ambiental, pois eles podem ocupar grandes espaços, tanto no meio urbano como também no meio rural, prejudicando o meio ambiente. O descarte desse material em local inadequado ocasiona um forte impacto ambiental, que poderia ser minimizado com a utilização desse resíduo como matéria prima para uso em construção civil. O presente estudo, investigou os efeitos da substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado nas propriedades de argamassas. Logo, confeccionou-se uma argamassa de referência de traço 1:3 (em massa), e relação água para aglomerante de 0,5. Em seguida, substituiu-se o cimento nos teores de 0%, 10%, 15% e 20% por RCC (em massa). Às argamassas foram ensaiadas no estado fresco e endurecido, nas idades de 28, 91 e 650 dias. Os resultados mostraram que a substituição do cimento por RCC contrabalanceou as respostas nas propriedades das argamassas na idade de 650 dias, que para a idade de 28 dias, às argamassas que tiveram a redução do consumo de cimento, para ser compensado por RCC apresentaram níveis de respostas diferentes quando comparadas com a argamassa referência.

Palavras-chave: Argamassa ecológica. Resíduo do caulim calcinado. Argila caulínica. Cimento ecológico.

ABSTRACT

The generation of urban and industrial waste is an environmental problem, as it can occupy large spaces, both in urban and rural areas, harming the environment. Disposing of this material in an inappropriate location causes a strong environmental impact, which could be minimized by using this waste as a raw material for use in civil construction. The present study investigated the effects of replacing cement with calcined kaolin residue on the properties of mortars. Then, a reference mortar with a mix of 1:3 (by mass) and a water to binder ratio of 0.5 was made. Afterwards, the cement was replaced in the contents of 0%, 10%, 15% and 20% by RCC (by mass). The mortars were tested in the fresh and hardened state, at the ages of 28, 91 and 650 days. The results showed that the replacement of cement by RCC counterbalanced the responses in the properties of mortars at the age of 650 days, which at the age of 28 days, the mortars that had a reduction in cement consumption, to be compensated by RCC, presented levels of different responses when compared to the reference mortar.

Keywords: Ecological mortar. Residue from calcined kaolin. Kaolinitic clay. Ecological cement.

4.1. INTRODUÇÃO

Ao longo da história, o homem vem explorando de forma inadequada, os recursos naturais para produzir os mais diversos tipos de materiais. Essa exploração vem aumentando cada vez mais devido ao grande crescimento populacional e o elevado déficit habitacional, a intensa industrialização e o aumento do poder aquisitivo da população em geral. Devido a estes fatores, estão ocorrendo grandes alterações no meio ambiente, as quais vêm comprometendo negativamente a qualidade do solo, ar e os recursos hídricos (PIOVEZAN JR., 2007).

A grande proporção do resíduo gerado no beneficiamento de caulim indica uma ineficiência nesse processo, pois no processo de beneficiamento do caulim são gerados dois tipos de resíduos que são lançados em lagoas de sedimentação. O primeiro resíduo é constituído basicamente por quartzo, proveniente da etapa de separação da areia. O segundo é proveniente das etapas de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtragem originando um resíduo fino na forma de lama. Em razão da quantidade resultante ser significativa, superior a 20% da produção bruta, tal resíduo se configura como um problema para a indústria e para o meio ambiente. (DOS ANJOS, et al 2011) e (CAMPOS, L. F. A., et al 2007).

O uso de materiais cimentícios suplementares (MCS) tem um enorme potencial para reduzir as emissões de dióxido de carbono e o consumo de recursos naturais na produção de cimento, especialmente para países em desenvolvimento. No entanto, o fornecimento limitado de MCS em muitos países ou regiões é um obstáculo para um uso mais amplo. Hoje, mais de 80% dos MCS usados para reduzir o fator de clínquer no cimento são calcários, cinza volante ou escória (SABIR; WILD, 2001). O resíduo do caulim tratado termicamente tem um enorme potencial para aumentar o uso de materiais cimentícios suplementares, esse resíduo é gerado durante a mineração e processamento do caulim macio para fins comerciais (LONGHI et al, 2016).

Existem vários materiais cimentícios suplementares (MCS), principalmente aqueles que são altamente ricos em minerais de sílica, que tem sido pesquisado por anos (SATHANANDAM et al., 2017). Esses materiais que possuem alto teor de sílica são potencialmente reativos com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) resultante da hidratação do cimento Portland nas argamassas (FERREIRO et al., 2019). Como resultado, ocorre a ativação de sua capacidade de ligação. Exemplos de tais materiais são cinzas volantes, escórias, pó de vidro e muitos etc.

A argila calcinada, geralmente obtida após a queima da argila in natura a uma temperatura de aproximadamente 750°C, é um dos MCSs potencialmente estáveis. No processo de aquecimento, o teor de sílica da argila bruta é aumentado e ativado. Vários estudos experimentais (SELVARAJ et al., 2018), trataram do uso de argila calcinada como substituto parcial do cimento Portland para a fabricação de argamassa e concreto.

No geral, foi demonstrado pelos dados disponíveis na literatura que a argila calcinada é um MCS muito eficaz (SPOSITO et al., 2020), por conta disso, no presente estudo, foi avaliado os efeitos do resíduo do caulim calcinado, uma argila de alta pureza, como substituição parcial do cimento Portland, nas propriedades de argamassas, foram avaliadas as respostas mecânicas e de durabilidade.

Caulim é o termo que denomina a rocha, de granulometria fina, constituída de material argiloso, com baixo teor de ferro, de cor branca ou quase branca que contém a caulinita e o também denomina o produto (LUZ, et al 2005). Possui ampla aplicação industrial e, constantemente, são descobertos novos usos. As principais aplicações do caulim são carga de papel e das pastas cerâmicas. A região do Sul do Amapá, possui uma mina de caulim, onde o

beneficiamento do caulim é realizado pela empresa Cadam S/A (Caulim da Amazônia). Aproximadamente 75% do caulim extraído, ou seja 1,215 Mt, de certa forma, desperdiçados, o que gera pilhas de resíduos finos e grosseiros, que são depositados nos pátios das empresas onde ocupam grande espaço e causam impactos ao meio ambiente pela emissão de particulados quando secos (CASTRO, 2010).

Atualmente a substituição em parte do cimento pelo uso de adição mineral como pozolanas vêm crescendo em virtude dos conhecimentos técnico-científicos cada vez mais sistematizados, consolidando as características e propriedades destes materiais para uso nos mais diversos setores industriais em especial, o da construção civil.

O uso deste resíduo com propriedades pozolânicas em substituição parcial ao cimento vem a ser uma alternativa para reduzir custos promovendo melhorias significativas nas propriedades mecânicas de argamassas e concreto (REZENDE, 2008). Pesquisas recentes avaliam esta incorporação e os seus resultados reagem positivamente quanto a este uso.

As pozolanas freqüentemente são mais baratas do que o cimento Portland que elas substituem, possuem a característica de uma hidratação lenta, e uma baixa taxa de desenvolvimento de calor: isto é de grande importância na construção em massa, e é por isso que o cimento Portland-pozolana ou uma substituição parcial do cimento Portland pela pozolana é vista como promissora (SABIR, et al., 2001; COIMBRA, et al., 2002).

Com base no exposto, observa-se a constante necessidade de estudos que permitam um aproveitamento racional do resíduo proveniente das indústrias beneficiadoras, para uso como material de construção. Portanto, este trabalho tem o propósito de estudar a potencialidade destes resíduos para serem utilizados em argamassas e concretos.

4.2 MATERIAIS UTILIZADOS

- **CIMENTO PORTLAND**

Nesta pesquisa foi adotado o Cimento Portland de alta resistência inicial (CP V ARI) devido sua pureza e possuir apenas de 0 a 10% de material carbonático e assim poder analisar os efeitos da substituição parcial do cimento por rejeito de caulim calcinado. Para caracterização deste cimento utilizou-se a norma NBR 16697 (ABNT 2018) e determinou-se sua massa específica de 3140 kg/m³.

Cimento CP V ARI são obtidos a partir de dosagens e moagens diferentes de clínquer, adquirem maiores resistências iniciais, são muito utilizados em concretos para fabricação de pré-moldados, inclusive em elementos protendidos, o que resulta em uma rápida reutilização dos moldes e maior produtividade. Os detalhes da composição química do cimento foram fornecidos pelo fabricante conforme tabela 7.

Tabela 7: Composição química do cimento (CP V ARI). PF: perda do fogo.

Materiais	SiO₂	CaO	MgO	Fe₂O₃	Al₂O₃	SO₃	K₂O	Na₂O	P₂O₅	PF
CP V	18,43	60,74	4,23	2,88	4,17	2,71	-	-	-	4,57

- **AGREGADO MIÚDO**

A areia utilizada para a o ensaio de índice de pozolanicidade possui característica de agregados comumente encontrados nos leitos dos rios próximos à região metropolitana de Belém do Pará, onde passou por secagem em estufa por 24h em temperatura de 100±5°C.

Essa areia passou pelo processo de secagem, com o auxílio de estufa por 24h em temperatura de 100±5°C e foi armazenada em tonéis. Para efeito de caracterização foi determinada sua massa unitária e índice de vazios NBR 16972 (ABNT, 2021), composição granulométrica NBR NM 248 (ABNT, 2003) e massa específica segundo a NBR 16916 (ABNT, 2021). A tabela 8 mostra a caracterização da areia utilizada.

Tabela 8 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.

Areia				
Abertura das peneiras (mm)	Massa retida (g)	% Retida	% Retida Acumulada	Norma de Ensaio
4,75	0,53	0	0	
2,36	2,06	1	1	
1,18	9,07	3	4	
0,6	25,62	8	12	NBR NM 248 (ABNT, 2003)
0,3	131,40	44	56	
0,15	99,30	33	89	
Fundo	31,81	11	100	
	299,79	100		
Massa Específica		2,53 g/cm ³		NBR 16916 (ABNT, 2021)
Massa Unitária		1,61 g/cm ³		NBR 16972 (ABNT, 2021)
Módulo de Finura		1,29		NBR NM 248 (ABNT, 2003)
Dimensão Máxima		1,18 mm		NBR NM 248 (ABNT, 2003)
Índice de Vazios		41%		NBR 16972 (ABNT, 2021)
Fator de empacotamento		59%		NBR 16972 (ABNT, 2021)

Foram utilizados também como material nesse trabalho, aditivo superplastificante 3ª geração com massa específica de 1090 kg/m³ e água potável com temperatura de 28°C e pH 6,0 oriunda da Universidade Federal do Pará que atualmente produz sua água. Portanto, o abastecimento hídrico da universidade oferece água válida para a produção de argamassas e concretos.

- REJEITO DE CAULIM

O resíduo de caulim utilizado no presente trabalho, foi coletado na lagoa de rejeito no estado do Amapá conforme NBR 10007 (ABNT, 2004) que trata da amostragem de resíduos sólidos (Figura 12).

Sua peculiaridade está no resfriamento do resíduo, pois o rejeito precisou passar por um processo de desidratação para posterior beneficiamento. Após a coleta o material passou por um processo de britagem em um britador de mandíbulas para redução de sua granulometria, em seguida a rejeito passou por um processo de moagem para obtenção de uma granulometria inferior a 75 µm para então ser calcinado nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C.



Figura 12 – Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.

Os detalhes da composição química do resíduo do caulim calcinado utilizada nesse estudo são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9: Composição química do resíduo de caulim calcinado.

Materiais	SiO₂	CaO	MgO	Fe₂O₃	Al₂O₃	SO₃	K₂O	Na₂O	P₂O₅	PF
RCC	43,89	0,01	-	1,38	38,97	-	-	0,13	-0,0001	14,46

4.3 – METODOLOGIA

Para avaliar os efeitos da substituição parcial do cimento pelo resíduo do caulim calcinado nas propriedades de argamassas, preparou-se uma argamassa controle sem substituição do cimento por RCC, de traço 1:3, que será referida no presente estudo como argamassa referência, e argamassas substituindo em massa o cimento nos teores de 10% (A10), 15% (A15) e 20% (A20) por RCC. As amostras foram preparadas utilizando uma relação água para aglomerante de 0,5, adicionalmente utilizou-se aditivo superplastificante quando necessário, para manter a mesma consistência para todas as argamassas, a saber: 220 ± 20 mm. Os detalhes do consumo dos materiais utilizados estão apresentados na tabela 10.

As argamassas foram fabricadas em um misturador mecânico, com velocidade de rotação da pá de 140 ± 5 Rr/min, e velocidade do movimento planetário de 62 ± 5 Rr/min. Adicionou-se à água pré-misturada com o aditivo, agregado miúdo, cimento e RCC respectivamente no misturador mecânico, misturando-se completamente em um intervalo de tempo de 5 minutos. Após a mistura, às argamassas foram analisadas quanto à consistência. Finalmente às argamassas foram adicionadas em moldes metálicos, e mantidas 24h à temperatura ambiente (28 ± 2 °C). Às amostras foram então removidas dos moldes metálicos, e deixadas à cura imersa em água saturada de hidróxido de cálcio até as idades de ensaio: 28 e 91 dias respectivamente. A temperatura e a umidade relativa do ambiente de laboratório foram de 28 ± 2 °C e $94\% \pm 1\%$ respectivamente, para todos os ensaios.

Tabela 10 - Consumo dos materiais em kg/m³ para todas as argamassas.

Argamassas	Cimento	Agregado miúdo	RCC	Aditivo	Água
Referência	472,39	1417,17	0,00	0,00	236,20
A10	425,15	1417,17	47,24	3,91	236,20
A15	401,53	1417,17	70,86	4,03	236,20
A120	377,91	1417,17	94,48	4,27	236,20

No presente estudo foram comparadas as diferentes propriedades mecânicas, permeabilidade à água e índice de vazios da argamassa controle (Referência) com as argamassas

substituindo o cimento por RCC (A10, A15 e A20). A resistência à compressão foi realizada de acordo com a NBR 13279 (ABNT, 1995), o módulo de elasticidade estático foi realizado conforme a NBR 8522 (ABNT, 2008) e às leituras das respostas à absorção de água e retração por secagem foram realizados conforme procedência da NBR 9779 (ABNT, 2012) e NBR 15261 (ABNT, 2005), respectivamente.

4.3.1 *Ensaio mecânicos*

- Resistência à compressão axial

Os ensaios de resistência à compressão nas argamassas foram realizados para as idades de 28 e 650 dias, devido a limitações laboratoriais e também devido ao período pandêmico, de acordo com as prescrições da NBR 5738 (ABNT, 2016) e 5739 (ABNT, 2018). Foram utilizados corpos-de-prova cilíndricos de dimensões 5cm x 10cm para análises de argamassas, curados em tanques de água saturada com cal hidratada, sendo que nas primeiras vinte e quatro horas após a moldagem, os corpos-de-prova foram mantidos nos moldes nas condições laboratoriais (ao ar). Em seguida, desmoldados e colocados no tanque, no qual foram permanecidos submersos até o dia da execução do ensaio. A remoção do tanque foi realizada 08 (oito) horas antes da execução do ensaio, quando foram secos ao ar para eliminação da água em excesso. Para cada idade foram moldados 16 exemplares, o que perfaz um total de 32 (Trinta e dois) espécimes de resistência à compressão para cada mistura. Os ensaios de resistência à compressão foram executados em uma prensa servohidráulica de acionamento elétrico, da marca EMIC, com capacidade para 200 toneladas e taxa de carregamento controlada.

- Ensaio de módulo de elasticidade

De acordo com a ABNT NBR 8522 (2021), antes da realização do ensaio, o diâmetro e a altura dos corpos de prova foi determinado com precisão de 0,1 mm.

Para determinação do módulo de deformação secante, após o posicionamento do corpo de prova foi feita uma compatibilização da deformação das bases de medida, aplicou-se uma carga até, no máximo, 20 % da carga prevista para ruptura do concreto e verificou-se as deformações registradas pelos medidores. Caso a diferença entre as deformações lidas nesses não seja maior

que 20% da maior deformação. Terminada esta etapa de compatibilização das deformações, aplicou-se um carregamento crescente à velocidade $(0,25 \pm 0,05 \text{ Mpa/s})$ com pausa de 60 segundos nas tensões de 0,5 Mpa e σ_n para a leitura das respectivas deformações em, no máximo, 30 segundos.

Após o término das leituras de deformação, o corpo de prova foi carregado até sua ruptura. Se a resistência efetiva à compressão do corpo de prova diferir de f_{cmj} em mais de 20%, os resultados do corpo de prova devem ser descartados.

- Resistência à tração por compressão diametral

O ensaio de tração por compressão diametral é um método indireto para obtenção da resistência à tração do concreto, foi realizado conforme o método NBR 7222 (ABNT, 2011).

A execução do ensaio de resistência à tração por compressão diametral, seguiram as especificações da ABNT NBR 7222 (2011). Os corpos-de-prova permaneceram em câmara úmida até a idade de pré-carregamento e dos ensaios previstos. Para cada idade foram moldados 16 exemplares, o que perfaz um total de 32 (Trinta e dois) espécimes de resistência à compressão para cada mistura. Os ensaios de resistência à tração por compressão diametral foram executados em uma prensa servohidráulica de acionamento elétrico, da marca EMIC, com capacidade para 200 toneladas e taxa de carregamento controlada.

4.3.2 *Ensaio de durabilidade*

- Ensaio de absorção de água por imersão

Os ensaios de absorção por imersão foram realizados conforme as recomendações da ABNT NBR 9778 (2009) utilizou-se 32 (Trinta e dois) corpos-de-prova cilíndricos de 5 cm de diâmetro e 100 cm de altura nas idades de 28 e 91 dias. A Norma divide o procedimento de ensaio em três etapas: secagem dos corpos-de-prova em estufa à temperatura de $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ e saturação da amostra em água em ebulição.

No presente projeto experimental, foram realizadas duas etapas anteriores às citadas pela norma que compreenderam a secagem da amostra em estufa à temperatura de 50°C e posterior

saturação em água à temperatura ambiente. Assim, 91 dias após a moldagem, os corpos-de-prova foram retirados da câmara úmida e dispostos em ambiente de laboratório até os 97 dias, período no qual foi iniciado o ensaio de absorção por imersão.

Nesta ocasião, os corpos-de-prova foram submetidos à secagem em estufa ventilada a 50°C até que a diferença entre as leituras das massas medidas em um intervalo de 24 horas fosse inferior a 0,1%. Em seguida, os corpos-de-prova foram colocados em recipientes hermeticamente fechados até atingirem equilíbrio de temperatura com o ambiente. Atingido o equilíbrio, os corpos-de-prova foram pesados e colocados em contato com a água, de modo que o corpo-de-prova permanecesse com um 1/3 do seu volume imerso nas primeiras 4 h, 2/3 nas 4 h subsequentes e completamente imersos nas 64 h restantes. A leitura das massas foi feita 24 h, 48 h e 72 h depois do primeiro contato com a água. Após a leitura da massa dos corpos-de-prova saturados, estes foram novamente colocados em estufa ventilada, agora com temperatura de 100°C, e os procedimentos já citados foram repetidos.

- Ensaio de absorção de água por capilaridade

O ensaio de absorção de água por capilaridade, conforme NBR 9779 (2012) da ABNT, foram realizados através de 32 corpos-de-prova, por traço, (5 cm de diâmetro por 10 cm de altura) nas idades de 28 e 91 dias.

- Retração por secagem

Foi estudado a retração por secagem em corpos-de-prova prismáticos (25x25x285mm) com idades 6, 8, 10, 12 horas e 1, 7 e 28 dias com o objetivo de caracterizar o seu estado livre. A variação de temperatura foi medida e a deformação causada corrigida dos resultados obtidos.

Para reduzir os efeitos da retração por secagem, optou-se por medidas como a cura e a aplicação de agentes redutores de evaporação.

A norma ASTM C 490 (2017), foi utilizada como referência para a revitalização do experimento. Segundo esta norma, a temperatura do laboratório foi mantida entre 20 e 27,5 °C e a umidade relativa não esteve abaixo de 50%. A temperatura da água de amassamento foi (23 ± 2)°C. Foi aplicada cura em câmara seca (T=24°C, U. R. = 50%) logo após a desmoldagem. A

variação de massa foi medida em balança de precisão aferida com pesos padrão de calibração, sendo adequada ao nível de precisão desejada para o ensaio.

Para nortear o estudo, foi desenvolvido um fluxograma com os planejamentos da pesquisa, o qual é apresentado na Figura 13.

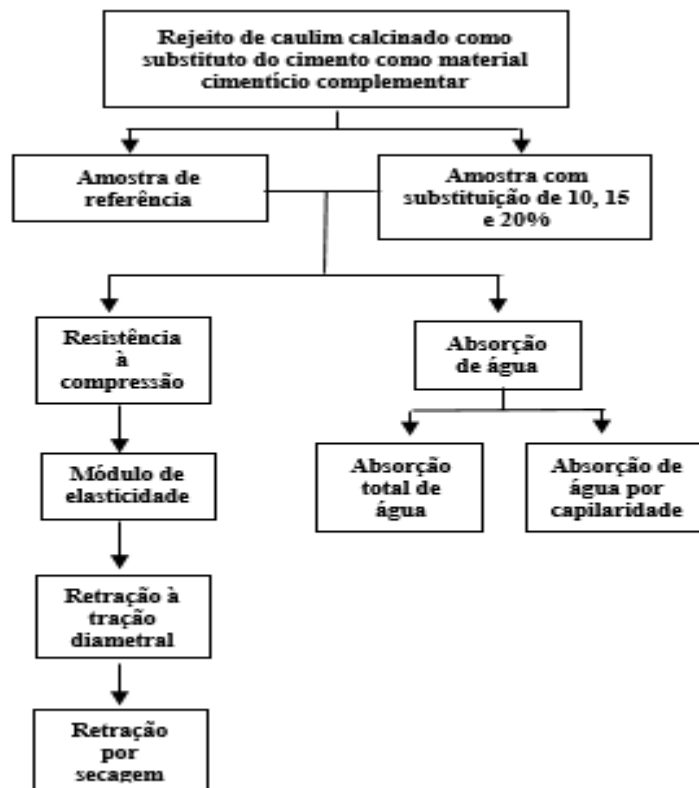


Figura 13 - Fluxograma com os planejamentos da pesquisa.

4.4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Análise dos dados

Os dados foram analisados quanto a sua normalidade e sua homocedasticidade utilizando-se os testes de Shapiro-Wilk e Levene, respectivamente. Confirmando a normalidade e homocedasticidade, esses foram comparados utilizando-se análise de variância de uma via, pois havia mais de duas condições independentes. Caso os dados não apresentassem uma

distribuição homogênea, estes foram comparados utilizando-se análise de variância de Kruskal-Wallis. Não foram detectados dados discrepantes nas amostras. Foram consideradas diferenças estatísticas quando $P < 0,05$.

Anova de uma via complementada por teste de Tukey. Comparações entre idade por teste T de Student. O número de repetição é 4. Valores representados como média \pm desvio padrão. Letras minúsculas distintas representam diferença estatística entre os grupos para a mesma variável.

4.4.1 ENSAIOS MECÂNICOS

4.4.1.1 Resistência à compressão axial

Os resultados de resistência mostraram que o aumento do consumo de resíduo do caulim calcinado aumento as respostas de resistência à compressão das amostras de argamassas na idade de 28 dias e 650 dias (Figura 14). Na idade de 28 dias, as amostras que possuíam resíduo do caulim calcinado em sua composição aumentaram de forma significativa as respostas de resistência à compressão quando comparadas com as amostras de referências, sendo as argamassas A10 e A15 as que apresentaram melhor performance nesta propriedade. Já na idade de 650 dias, as argamassas A10, A15 e A20 apresentaram respostas similares em relação a essa propriedade quando comparadas com a argamassa de referência, mas todas apresentaram resistência à compressão maiores do que as amostras de referência.

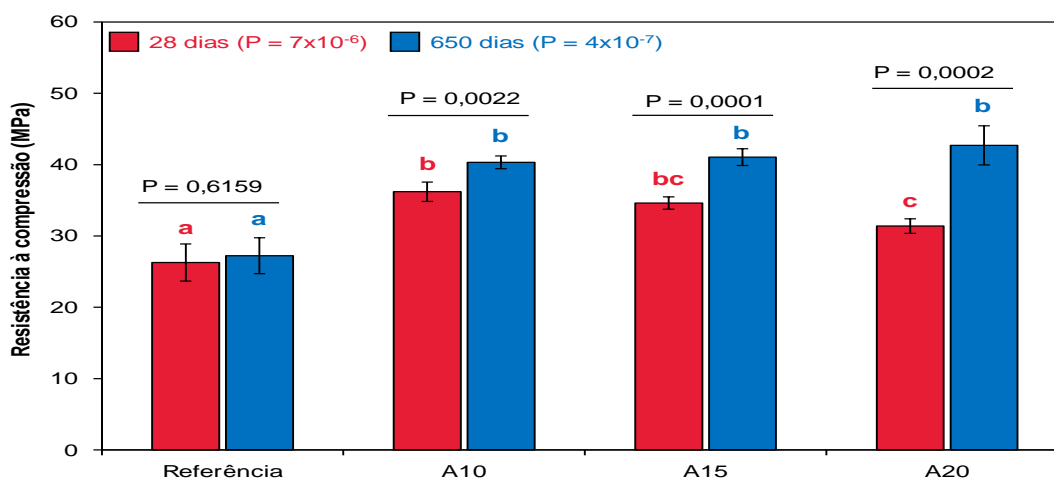


Figura 14 - Resistência à compressão das amostras.

4.4.1.2 Ensaio de módulo de elasticidade

Em relação ao módulo de elasticidade, o uso do resíduo de caulim calcinado não alterou as respostas no que se diz respeito a deformação do material. Todas as famílias de argamassas se comportaram de forma similares (Figura 15). Isso sugere que a presença de material cimentício suplementar pouco influencia nessa propriedade. Além disso, o aumento da idade também não alterou as respostas nessa propriedade quando as amostras de argamassas são comparadas entre si.

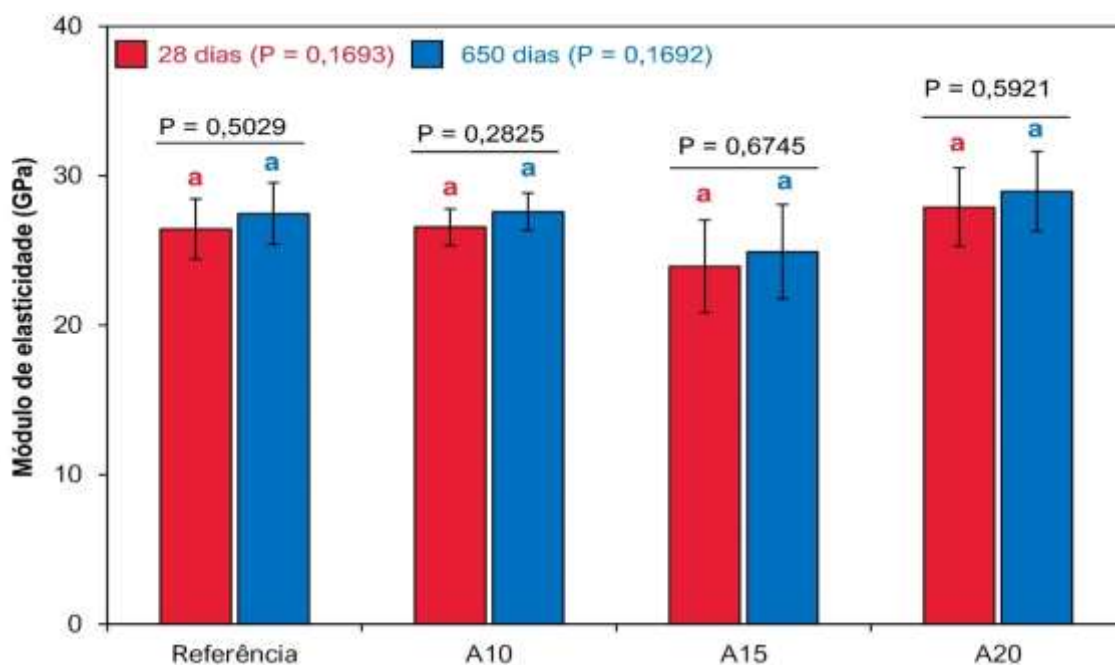


Figura 15 – Avaliação do módulo de elasticidade das amostras de argamassas na idade de 28 dias e 650 dias.

4.4.1.3 Resistência à tração na flexão

Os resultados de resistência à tração na de acordo com a porcentagem de substituição do cimento por resíduo de caulim calcinado foram obtidos com base na normativa NBR 13279 (ABNT, 2005).

Para a resistência à tração na flexão das amostras de argamassas, também não houve diferença significativa entre as amostras com resíduo do caulim calcinado, tanto para a idade de 28 dias quanto para a idade de 650 dias (Figura 16). Ou seja, não houve efeito causado pela substituição parcial do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado nessa propriedade.

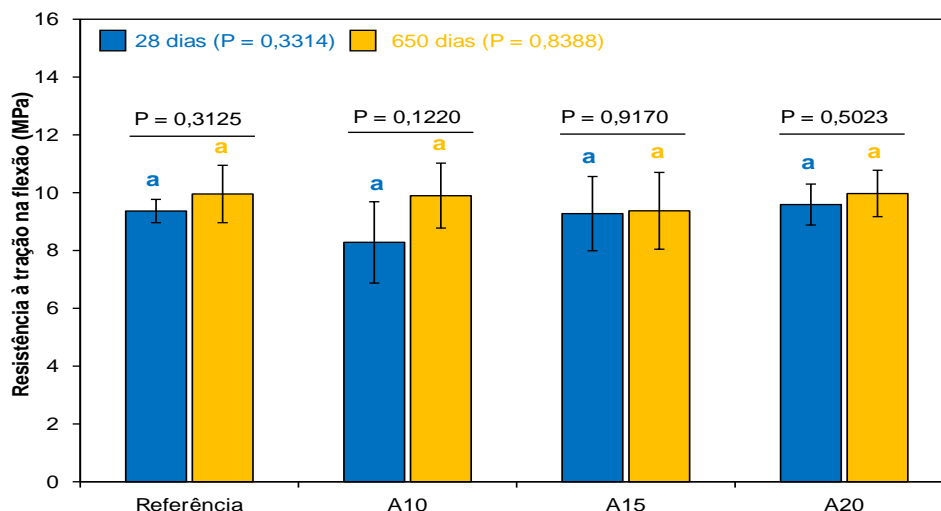


Figura 16 - Resistência à tração na flexão.

4.4.2 ENSAIOS DE DURABILIDADE

4.4.2.1 *Ensaio de absorção de água por imersão*

A absorção de água por imersão (AAI) é um teste que de maneira indireta mede a porosidade acessível à água (KURDA; DE BRITO; SIRBESTRE, 2019). Nesse estudo a absorção de água por imersão foi determinada em 28 e 91 dias, sendo seus valores médios foram expressos na Figura 19.

Em relação a absorção de água, não houve diferença das respostas na idade de 28 dias quando as amostras foram comparadas com a amostra controle (argamassa de referência), mas na idade de 91 dias houve um aumento significativo somente para a amostra de argamassa A15 quando comparada com a amostra de referência (Figura 17). Embora tenha acontecido uma redução na absorção de água total das amostras com o aumento da idade, essa redução aconteceu de forma diferente para os diferentes grupos de argamassa, por exemplo, o grupo da argamassa de referência não reduziu a absorção de água das amostras com o aumento da idade, mas isso aconteceu para todas as amostras de argamassa que continham em sua composição o resíduo do caulim calcinado.

Isso sugere que o RCC pode ter participado de forma altamente reativa na interação com os produtos de hidratação do cimento Portland. Especialmente no que diz respeito as reações do RCC com o hidróxido de cálcio.

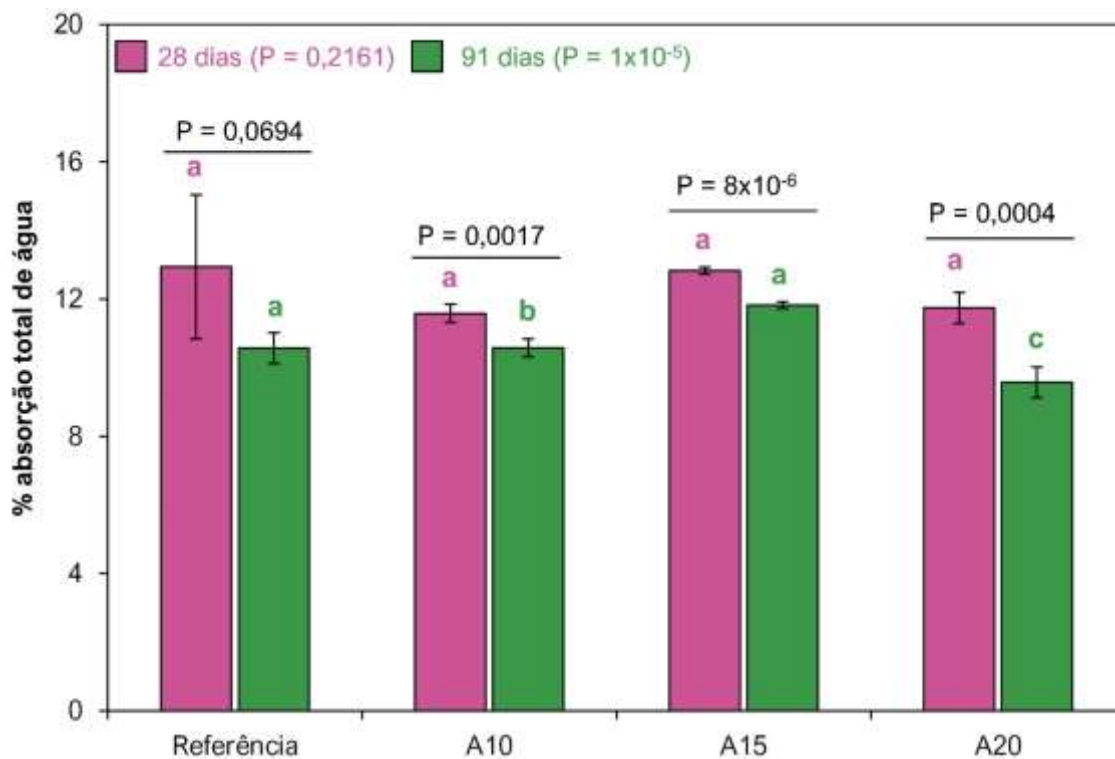


Figura 17 – Absorção de água total das amostras de argamassas.

4.4.2.2 Ensaio de absorção de água por capilaridade

Os resultados estão apresentados pelos valores médios encontrados no ensaio conforme Figura 18.

A taxa de absorção capilar das amostras das argamassas ocorreu de forma similar na idade de 28 dias (Figura 18A), ou seja, não houve diferença da taxa de absorção capilar com o aumento do tempo para todas as argamassas, embora a taxa de absorção capilar tenha aumentado com o tempo, esse aumento se deu de forma gradual e similar para todas as famílias de argamassas, indicando que as famílias de argamassas apresentam microestrutura similares, ou seja, porosidade ou distribuição dos poros de forma similar. Isso está de acordo com as respostas de absorção de água total que revelou que as amostras não apresentaram diferença entre si para essa idade na absorção de água total.

Já na idade de 91 dias, a taxa de absorção de água capilar foi a mesma somente no instante inicial, até o tempo de 3 horas, após esse período já houve diferença na taxa de absorção de água capilar das argamassas quando elas foram comparadas entre si (Figura 18B), e quanto maior o tempo de ensaio maior a diferença entre as argamassas.

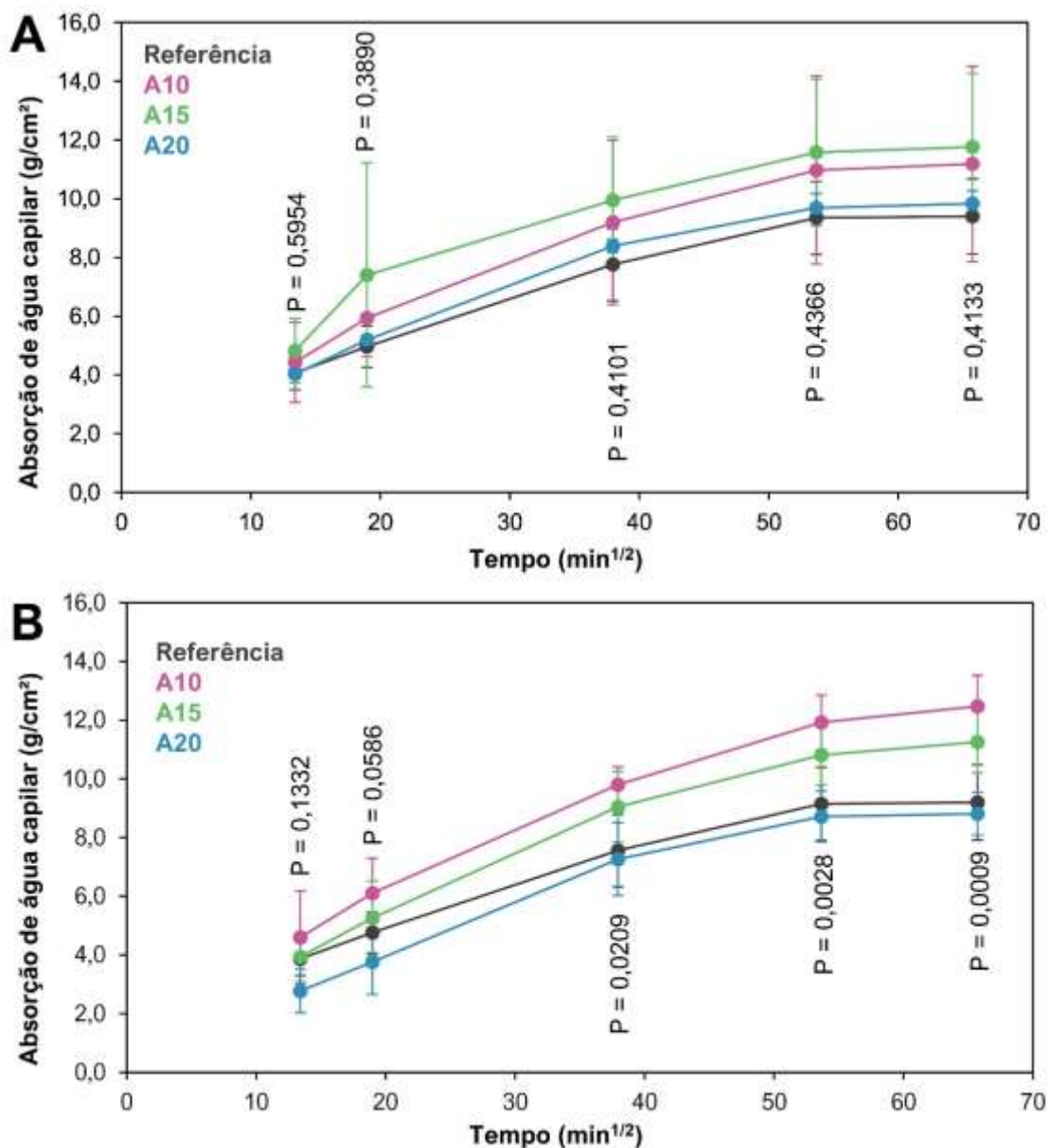


Figura 18 – Absorção de água capilar das argamassas. Em (A) para a idade de 28 dias e em (B) para a idade de 91 dias.

4.4.2.3 Retração por secagem

As respostas de retração por secagem das argamassas foram praticamente as mesmas para todas as argamassas (Figura 19), indicando que não houve qualquer efeito da substituição do resíduo do caulim calcinado nessa propriedade, isso particularmente é interessante porque amostras que apresentam materiais cimentícios suplementares, apresentam maior resposta a retração quando comparados com o cimento puro por conta de um feito de diluição, fazendo com que fique mais água livre na mistura e dessa forma a perda de água livre provoca retração por secagem. No presente estudo, o RCC pode ter tido um papel importante no combate desse fenômeno por conta de sua alta reatividade, por se tratar de uma argila com alta pureza de caulinita dessa forma produzido uma grande quantidade de metacaulinita.

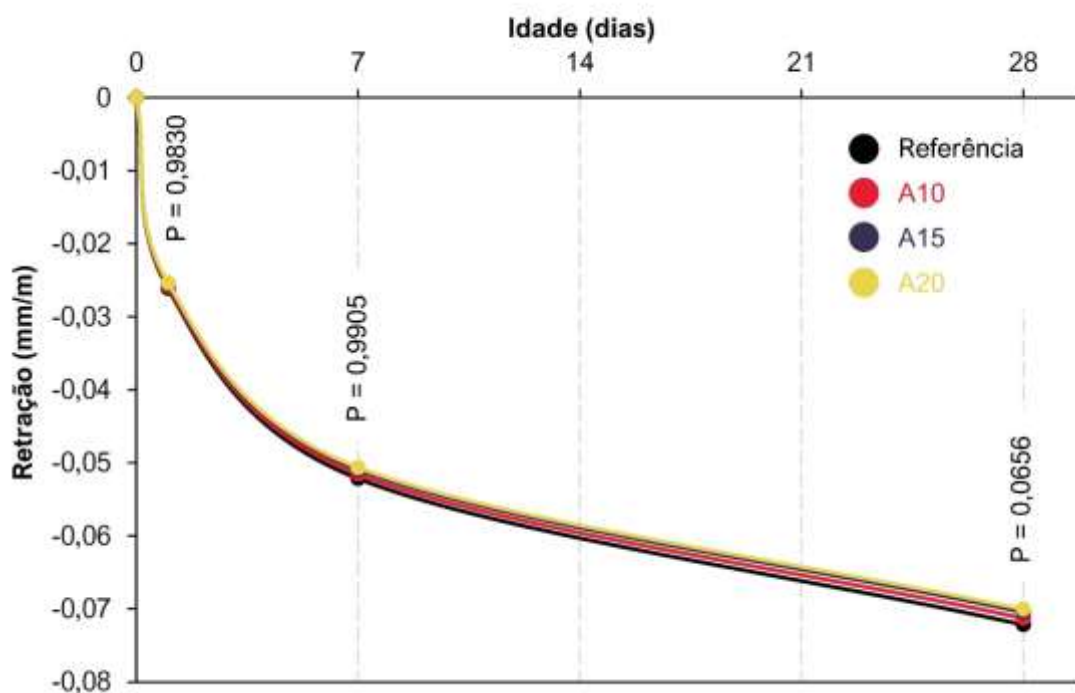


Figura 19 – Análise da retração por secagem nas amostras de argamassas até a idade de 28 dias.

4.5 CONCLUSÕES

No presente estudo foi investigado os efeitos da substituição parcial do cimento Portland por resíduo do caulim tratado termicamente em argamassas. Foram avaliadas as propriedades mecânicas e de durabilidade do material. Dessa forma as seguintes conclusões foram inferidas:

- O resíduo do caulim calcinado teve um importante papel na resistência à compressão das argamassas, aumentando a resistência com o aumento da idade além disso aumentou a resistência com o aumento do consumo da substituição do cimento por RCC;
- O RCC não contribui para qualquer efeito no que diz respeito ao módulo de elasticidade e na resistência à tração na flexão.
- A absorção de água total foi menor para as amostras que continham RCC em sua composição, mas só na idade de 91 dias, na idade de 28 dias elas apresentaram comportamento similar à argamassa de referência.
- A taxa de absorção de água capilar foi alterada com o aumento da idade das amostras.
- Não houve mudança no comportamento a retração por secagem das amostras de argamassas com o aumento do consumo de RCC.

4.6 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR NM 248: **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5738: **Concreto — Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova**. Rio de Janeiro, 2016.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5739: **Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7215: **Cimento Portland – determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7222: **Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2011.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 8522: **Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão**. Rio de Janeiro, 2017.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9779: **Argamassa e concreto endurecidos — Determinação da absorção de água por capilaridade**. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 10007: **Amostragem de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13279: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência à tração na flexão e à compressão**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 15261: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da variação dimensional (retratação ou expansão linear)**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16697: **Cimento Portland – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT - NBR 16916: **Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**. Rio de Janeiro. 2021.

ABNT - NBR 16972: **Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. Rio de Janeiro. 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C490: **Standard Practice for Use of Apparatus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete**. Philadelphia, 2017.

ANJOS, C. M.; NEVES, G. A. **Utilização do resíduo de caulim para a produção de blocos solo-cal**, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.6, p.91-96, 2011.

COIMBRA, M. A, W. N. dos Santos, M. R. MORELLI - **Recuperação de resíduos inorgânicos para a construção civil** *Cerâmica* nº48 Abr/Mai/Jun 2002.

CAMPOS, L. F. A. MENEZES, R.R., LISBOA, D., SANTANA, L.N.L., NEVES, G.A., FERREIRA H.C. **Planejamento experimental no estudo da maximização do teor 22° CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil** 488 de resíduos em blocos e revestimentos cerâmicos. *Revista Cerâmica* v.53, n. 328 (2007).

CASTRO, W. (2010). **Incorporação de resíduos de caulim em argamassas de assentamento e revestimento para uso em construção civil.** (Incorporation of kaolin waste into laying and coating mortars for use in civil construction).

FURNAS, Equipe de. Concretos Massa, **Estrutural, Projetado e Compactado com Rolo – Ensaios e Propriedades.** São Paulo – SP, Editora PINI, 1997.

ITIM, A.; EZZIANE, H.; KADRI, E.H. **Compressive strength and shrinkage of mortar containing various amounts of mineral additions.** Construction and Building Materials, v. 25, p. 3603-3609, 2011.

LUZ A.B., DAMASCENO E.C 2005. **Caulim: Um Mineral Industrial Importante.** In: **Série tecnologia Mineral.** Nº 65. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq.29p.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M., **Concreto: Estrutura, Propriedades, Materiais,** São Paulo, Pini, 1994.

MIER, J. G. M. and VLIET, M. R. A. **Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete: state of the art.** Engineering Fracture Mechanics 69, páginas 235-247, 2002.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto** / A. M. Neville, J. J. Brooks: tradução: Ruy Alberto Cremonini. 5. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2016.

PIOVEZAN JÚNIOR, G. T. A. **Avaliação dos Resíduos da Construção Civil (RCC) Gerados no Município de Santa Maria.** Dissertação de Mestrado, Santa Maria-RS, 2007.

REZENDE, M. L. S. Menezes, R. R. Neves, G. A. Nascimento, J. W. B. LEAL, A. F. **Utilização do resíduo de caulim em blocos de vedação REM:** R. Esc. Minas, Ouro Preto, 61(3): 285-290, jul./set. 2008.

B. B. Sabir, S. Wild, J. Bai **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review.** Cem. Concr. Compos., 23 (2001), pp. 441-454, 10.1016/S0958-9465(00)00092-5

S. Ferreiro, M.M.C. Canut, J. Lund, D. Herfort. **Influence of fineness of raw clay and calcination temperature on the performance of calcined clay-limestone blended cements.** Appl. Clay Sci., 169 (2019), pp. 81-90, 10.1016/j.clay.2018.12.021

SABIR, B.B. Wild, S. Bai, J. **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review.** Cement & Concrete Composites v.23 p.441-454, 2001.

T. Sathanandam, P.O. Awoyera, V. Vijayan, K. Sathishkumar. **Low carbon building: Experimental insight on the use of fly ash and glass fibre for making geopolymers concrete.** Sustain. Environ. Res., 27 (2017), pp. 146-153, 10.1016/j.serj.2017.03.005

K.P. Selvaraj, P. Murthi, R. Gobinath, P.O. Awoyera. **Eco-friendly high strength concrete production using silica mineral waste as fine aggregate** – An ecological approach. *Ecol. Environ. Conserv.*, 24 (2018), pp. 909-915

KURDA, R.; DE BRITO, J.; SILVESTRE, J. D. **Water absorption and electrical resistivity of concrete with recycled concrete aggregates and fly ash**. *Cement and Concrete Composites*, v. 95, n. October 2018, p. 169–182, 2019.

R. Sposito, N. Beuntner, K.-C. Thienel. **Characteristics of components in calcined clays and their influence on the efficiency of superplasticizers**. *Cem. Concr. Compos.*, 110 (2020), Article 103594, 10.1016/j.cemconcomp.2020.103594

5. ARTIGO 3 - USO DO RESÍDUO DO CAULIM TRATADO TERMICAMENTE PARA A PRODUÇÃO DE CONCRETO DE ALTO DESEMPENHO.

RESUMO

Atualmente um dos maiores desafios das empresas é dar destinação correta aos resíduos gerados nos processos de produção industrial. A indústria de extração e beneficiamento do caulim vem sendo citada como fonte de agressão ambiental por gerar milhares de toneladas de resíduos sólidos anualmente, e sua maior parcela é descartada indiscriminadamente no meio ambiente, o que associa o caulim a um enorme passivo ambiental. Argilas calcinadas tem sido usada amplamente para a produção de cimentos ecológicos ou na confecção de concretos de altos desempenhos, mas argilas calcinadas em geral possuem baixo teor de caulinita (40%) permitindo uma restrita performance dos concretos produzidos e baixo teores de substituição (10%). Na presente pesquisa um resíduo do caulim contendo altos teores de caulinita, foi utilizado para avaliar seus efeitos nas propriedades de concretos de alto desempenho. O resíduo do caulim foi tratado termicamente em uma temperatura de 700°C e usado como substituto parcial do cimento Portland. Foram avaliadas as propriedades mecânicas e de durabilidade. Os resultados mostraram que o uso do caulim calcinado aumenta as respostas de propriedades mecânicas e melhora o desempenho de durabilidade dos concretos.

Palavras-chave: Resíduo do caulim tratado termicamente. Metacaulim. Argila calcinada. Cimento ecológico. Concreto de alto desempenho.

ABSTRACT

Currently, one of the biggest challenges for companies is to correctly dispose of waste generated in industrial production processes. The kaolin extraction and processing industry has been cited as a source of environmental aggression for generating thousands of tons of solid waste

annually, and its largest portion is discarded indiscriminately into the environment, which associates kaolin with an enormous environmental liability. Calcined clays have been widely used for the production of ecological cements or in the manufacture of high performance concretes, but calcined clays in general have low kaolinite content (40%) allowing a restricted performance of the produced concrete and low replacement contents (10%). In the present research, a kaolin residue containing high kaolinite contents was used to evaluate its effects on the properties of high-performance concretes. The kaolin residue was heat treated at a temperature of 700°C and used as a partial substitute for Portland cement. Mechanical and durability properties were evaluated. The results showed that the use of calcined kaolin increases the mechanical properties responses and improves the durability performance of concretes

Keywords: Heat-treated kaolin waste. Metakaolin. Calcined clay. Ecological cement. High performance concrete.

5.1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento sustentável, por definição, requer que o mundo consuma os recursos naturais de forma responsável, para que a capacidade das gerações futuras de viverem de forma sustentável não seja diminuída (BOROWY, 2015). À medida que os níveis de dióxido de carbono (CO₂) atmosférico aumentam exponencialmente, levando ao efeito estufa que resulta no aquecimento global e nas mudanças climáticas (BODEN et al., 2017), a demanda por materiais de construção mais eco-eficientes (ou sustentáveis) será cada vez mais importante. A indústria de cimento contribui com 5–8% das emissões globais de gases de efeito estufa (BODEN et al., 2017). Especificamente, o cimento Portland contribui com quase um kg de CO₂ por kg de cimento produzido (MONTEIRO et al., 2017), que é o principal componente do concreto no material de construção mais utilizado no mundo atualmente, perdendo apenas para a água.

A produção de cimento e concreto ecológico pelo uso de Materiais Cimentícios Suplementares (MCSs) (JUENGER et al., 2019) e ligantes alternativos (SHI et al., 2019) tem sido um esforço global por várias décadas. Uma série de MCSs, como cinza volante (HEMALATHA; RAMASWAMY, 2017), escória granulada de alto-forno (GIERGICZNY, 2019), sílica ativa (KADRI et al., 2009), argila calcinada (SABIR et al., 2001), cinzas da casca de arroz (MOSABERPANAH; UMAR, 2020) e cinzas vegetais (MARTIRENA; MONZÓ, 2018) em diferentes combinações, bem como vários ligantes alternativos, como magnésia (WU et al., 2019), têm sido utilizados para este fim, evidenciados por um número crescente de

publicações recentes. No entanto, a quantidade de MCSs comuns, como cinzas volantes e escória disponíveis globalmente representa apenas 10% de todo o cimento fabricado globalmente, revelando que essa disponibilidade não é suficiente para atender a demanda futura (SCRIVENER, 2014). A variabilidade nas características das cinzas volantes também tem sido uma preocupação particular para garantir a qualidade do concreto (THOMAS, 2007).

Nesse contexto, a argila calcinada é o único material MCS conhecido que está adequadamente disponível em toda a crosta terrestre (RUBEN, 2016). As argilas comuns com apenas 40% de caulinita, que é abundante na crosta terrestre, podem ser convertidas em um material pozolânico conhecido como argila calcinada por tratamento térmico relativamente moderado (FERNANDEZ et al., 2011) em uma temperatura que fica em torno de 700°C. O uso de argila calcinada como substituição do cimento tem uma longa história. Nos EUA, foi usado na fabricação de cimento misturado já há 80 anos (RIDING; ZAYED, 2020). Tal aplicação era comum em projetos de grande escala envolvendo concreto em massa, como a famosa Ponte Golden Gate na Califórnia, que foi relatada como estando em excelentes condições, comprovando os benefícios desta abordagem. O uso de argila calcinada diminuiu em meados do século passado com o aumento gradual de usinas elétricas movidas a carvão, tornando as cinzas volantes de baixo custo amplamente disponíveis (SABIR et al., 2001). Já a argila calcinada se transformou em metacaulim de alta reatividade, produto de maior valor agregado utilizado em concretos de alto desempenho. O metacaulim é caracterizado pela argila proveniente de frações muito altas de caulim e purificada cuidadosamente para obter uma excelente brancura, calcinado a uma temperatura mais alta e moído em partículas de tamanho mais fino (ALICE; MARK, 2019) Enquanto o efeito benéfico do metacaulim na durabilidade do concreto foi significativo, apenas uma pequena quantidade foi necessária para ser usada para o alto custo e requisitos de desempenho em aplicações tecnológicas (SIDDIQUE; KLAUS, 2009).

Recentemente, a argila calcinada ressurgiu como uma nova fonte de MCS (TIRONI et al., 2012). Além disso, a argila calcinada sendo um produto manufaturado oferece uma oportunidade muito melhor para o controle de qualidade (CANCIO DÍAZ et al., 2017). Por conta disso, esse estudo avalia as propriedades mecânicas e de durabilidade de um concreto de alto desempenho, usando um resíduo do caulim calcinado, uma argila de alta pureza como substituição parcial do cimento.

O concreto de alto desempenho (CAD) é o concreto projetado para ser mais durável e, se necessário, mais resistente do que o concreto convencional. As misturas de CAD são compostas essencialmente dos mesmos materiais que as misturas de concreto convencionais, mas as proporções são projetadas, para fornecer a resistência e durabilidade necessárias para os requisitos estruturais e ambientais do projeto. O concreto de alta resistência é definido como tendo uma resistência à compressão especificada de 55 MPa ou superior. O valor de 55 MPa foi selecionado porque representava um nível de resistência no qual cuidados especiais são necessários para a produção e teste do concreto e no qual requisitos especiais de projeto estrutural podem ser necessários.

5.2 MATERIAIS UTILIZADOS

- CIMENTO PORTLAND

Nesta pesquisa foi adotado o Cimento Portland de alta resistência inicial (CP V ARI) devido sua pureza e possuir apenas de 0 a 10% de material carbonático e assim poder analisar os efeitos da substituição parcial do cimento por rejeito de caulim calcinado. Para caracterização deste cimento utilizou-se a norma NBR 16697 (ABNT 2018) e determinou-se sua massa específica de 3090 kg/m³.

Cimento CP V ARI são obtidos a partir de dosagens e moagens diferentes de clínquer, adquirem maiores resistências iniciais, são muito utilizados em concretos para fabricação de pré-moldados, inclusive em elementos protendidos, o que resulta em uma rápida reutilização dos moldes e maior produtividade. Os detalhes da composição química do cimento foram fornecidos pelo fabricante conforme tabela 11.

Tabela 11: Composição química do cimento (CP V ARI). PF: perda do fogo.

Materiais	SiO₂	CaO	MgO	Fe₂O₃	Al₂O₃	SO₃	K₂O	Na₂O	P₂O₅	PF
CP V	18,43	60,74	4,23	2,88	4,17	2,71	-	-	-	4,57

- AGREGADO MIÚDO

A areia utilizada para a o ensaio de índice de pozolanicidade possui característica de agregados comumente encontrados nos leitos dos rios próximos à região metropolitana de Belém do Pará, onde passou por secagem em estufa por 24h em temperatura de 100±5°C.

Essa areia passou pelo processo de secagem, com o auxílio de estufa por 24h em temperatura de $100\pm 5^{\circ}\text{C}$ e foi armazenada em tonéis. Para efeito de caracterização foi determinada sua massa unitária e índice de vazios NBR 16972 (ABNT, 2021), composição granulométrica NBR NM 248 (ABNT, 2003) e massa específica segundo a NBR 16916 (ABNT, 2021). A tabela 12 mostra a caracterização do agregado miúdo natural utilizado na pesquisa.

Tabela 12 – Caracterização do Agregado Miúdo Natural.

Areia				
Abertura das peneiras (mm)	Massa retida (g)	% Retida	% Retida Acumulada	Norma de Ensaio
4,75	0,53	0	0	
2,36	2,06	1	1	
1,18	9,07	3	4	
0,6	25,62	8	12	NBR NM 248 (ABNT, 2003)
0,3	131,40	44	56	
0,15	99,30	33	89	
Fundo	31,81	11	100	
	299,79	100		
Massa Específica		2,65 g/cm ³	NBR 16916 (ABNT, 2021)	
Massa Unitária		1,61 g/cm ³	NBR 16972 (ABNT, 2021)	
Módulo de Finura		1,29	NBR NM 248 (ABNT, 2003)	
Dimensão Máxima		1,18 mm	NBR NM 248 (ABNT, 2003)	
Índice de Vazios		41%	NBR 16972 (ABNT, 2021)	
Fator de empacotamento		59%	NBR 16972 (ABNT, 2021)	

- **AGREGADO GRAÚDO**

Foi utilizado na confecção dos concretos o agregado graúdo natural de origem basáltica, de massa específica 2600 kg/m³ nomeado de seixo brita e que atende aos requisitos descritos na NBR 7211 (ABNT, 2019) quanto aos parâmetros avaliados de jazidas da região metropolitana de Belém-PA

- **REJEITO DE CAULIM**

O resíduo de caulim utilizado no presente trabalho, foi coletado na lagoa de rejeito no estado do Amapá conforme NBR 10007 (ABNT, 2004) que trata da amostragem de resíduos sólidos (Figura 20).

Aproximadamente 100 kg de amostra foram retiradas com permissão do diretor da empresa e enviadas para o Laboratório de Engenharia Civil (LEC) da Universidade Federal do Pará (UFPA), onde foram armazenadas em recipientes plásticos para serem utilizadas nesta pesquisa.

Sua peculiaridade está no resfriamento do resíduo, pois o rejeito precisou passar por um processo de desidratação para posterior beneficiamento. Após a coleta o material passou por um processo de britagem em um britador de mandíbulas para redução de sua granulometria, em seguida a rejeito passou por um processo de moagem para obtenção de uma granulometria inferior a 75 μm para então ser calcinado nas temperaturas de 500°C, 700°C e 900°C.



Figura 20 – Lagoa de depósito do resíduo do beneficiamento do caulim.

Os detalhes da composição química do resíduo do caulim calcinado utilizada nesse estudo são apresentados na tabela 13.

Tabela 13 - Composição química do resíduo de caulim calcinado.

Materiais	SiO₂	CaO	MgO	Fe₂O₃	Al₂O₃	SO₃	K₂O	Na₂O	P₂O₅	PF
RCC	43,89	0,01	-	1,38	38,97	-	-	0,13	<0,0001	14,46

Foram utilizados também como material nesse trabalho, aditivo superplastificante 3ª geração com massa específica de 1090 kg/m³ e água potável com temperatura de 28°C e pH 6,0 oriunda da Universidade Federal do Pará que atualmente produz sua água. Portanto, o abastecimento hídrico da universidade oferece água válida para a produção de concretos

5.3 – METODOLOGIA

Os concretos foram preparados em ambiente de laboratório na Universidade Federal do Pará (UFPA) em uma betoneira de eixo inclinado, adicionou-se 50% da água mais aditivo superplastificante (3ª geração) na betoneira, com capacidade para 150 litros e rotação 34RPM. Em seguida adicionou-se o lodo de caulim calcinado e o cimento, deixando misturar por 2 min. Após esse período o agregado graúdo foi adicionado. Por fim foi adicionado a areia, o restante da água e misturou-se por mais 2 minutos. O tempo de mistura total foi de 6 minutos (os detalhes do consumo de materiais estão apresentados na Tabela 14).

Tabela 14 – Consumo dos materiais para a produção dos concretos em kg/m³.

Concreto	Cimento	Resíduo do caulim	Agregado miúdo	Agregado graúdo	Água	Aditivo (%)
Referência	468,81	-	703,22	1172,03	140,64	0,02
10% de resíduo do caulim	421,93	46,88	703,22	1172,03	140,64	0,02
15% de resíduo do caulim	398,49	70,32	703,22	1172,03	140,64	0,02
20% de resíduo do caulim	375,05	93,76	703,22	1172,03	140,64	0,02

Após as misturas, os concretos foram ensaiados quanto à consistência de acordo com a NBR NM 67 (ABNT, 1998), esta foi pré-determinada em 100 mm ± 10 mm. Os concretos foram então, adicionados em moldes metálicos (cilíndrico, 100 mm x 200 mm) e deixados em ambiente de laboratório (Temp. 28°C e umidade de 90%) por 24 horas, em seguida, estes foram desmoldados e imersos em água com Ca(OH)₂ até a idade dos ensaios (28 dias e 650 dias). As amostras foram ensaiadas quanto a resistência à compressão de acordo com a NBR 5739 (ABNT, 2018) e ao módulo de elasticidade de acordo com a NBR 8522 (ABNT, 2017). Além disso, os concretos foram ensaiados quanto à absorção de água capilar e absorção de água total conforme procedência da NBR 9779 (ABNT, 2012) e NBR 9778 (ABNT, 2005).

5.3.1 Ensaios mecânicos

- *Resistência à compressão axial no concreto*

Os ensaios de resistência à compressão nos concretos foram realizados para as idades de 28 e 650 dias, de acordo com as prescrições da NBR 5738 (ABNT, 2016) e 5739 (ABNT, 2018). Para cada idade foram moldados 16 exemplares, o que perfaz um total de 32 (Trinta e dois) espécimes de resistência à compressão para cada mistura. Os ensaios de resistência à compressão foram executados em uma prensa servohidráulica de acionamento elétrico, da marca EMIC, com capacidade para 200 toneladas e taxa de carregamento controlada.

- *Ensaio de módulo de deformação do concreto*

De acordo com a ABNT NBR 8522 (2017), antes da realização do ensaio, o diâmetro e a altura dos corpos de prova foram determinadas com precisão de 0,1 mm.

- *Resistência à tração por compressão diametral no concreto*

A grande vantagem de se realizar esse ensaio é a necessidade de somente um equipamento de compressão para obtenção da resistência à tração. Esse tipo de equipamento está disponível em praticamente todos os laboratórios de ensaios de materiais em todo o mundo (MIER e VLIET, 2002). Além disso, apesar do concreto não ser dimensionado para resistir à tração, o conhecimento dessa resistência é fundamental para se definir a carga de início de fissuração. A resistência do concreto à tração é muito menor do que aquela obtida para uma massa homogênea e sem falhas. A existência de descontinuidades na massa de concreto, poros, fissuras ou vazios, interferem de alguma forma na resistência do concreto. Entretanto, o mecanismo dessa influência ainda não foi bem explicado (NEVILLE, 1997; MEHTA & MONTEIRO, 1994).

A execução do ensaio, de resistência à tração por compressão diametral seguiram as especificações da ABNT NBR 7222 (2011). Os corpos-de-prova permaneceram em câmara úmida até a idade de pré-carregamento e dos ensaios previstos. Para cada idade foram moldados 16 exemplares, o que perfaz um total de 32 (Trinta e dois) nas idades de 28 e 650 dias espécimes de resistência à compressão para cada mistura. Os ensaios de resistência à compressão foram executados em uma prensa servohidráulica de acionamento elétrico, da marca EMIC, com capacidade para 200 toneladas e taxa de carregamento controlada.

5.3.2 Ensaio de durabilidade

- *Ensaio de absorção de água por imersão*

Os ensaios de absorção por imersão foram realizados conforme as recomendações da ABNT NBR 9778 (2009) utilizando-se 32 (Trinta e dois) corpos-de-prova cilíndricos de 10 cm de diâmetro e 20 cm de altura nas idades de 28 e 91 dias. A Norma divide o procedimento de ensaio em três etapas.

No presente projeto experimental, foram realizadas duas etapas anteriores às citadas pela Norma que compreenderam a secagem da amostra em estufa à temperatura de 50°C e posterior saturação em água à temperatura ambiente. Assim, 91 dias após a moldagem, os corpos-de-prova foram retirados da câmara úmida e dispostos em ambiente de laboratório até os 97 dias, período no qual foi iniciado o ensaio de absorção por imersão.

- *Ensaio de absorção de água por capilaridade*

O ensaio de absorção de água por capilaridade, seguiu a NBR 9779 (2012) da ABNT, foram realizados através de 32 corpos-de-prova, por traço, (10 cm de diâmetro por 20 cm de altura) nas idades de 28 e 91 dias.

O ensaio de acordo com a ABNT NBR 9779 (2012). Consistiu em submeter umas das faces planas dos corpos-de-prova ao contato com uma lâmina de água de espessura permanente igual a 5 ± 1 mm, por 72 horas e verificou-se o acréscimo de massa.

Concluindo o ensaio, os corpos-de-prova foram rompidos diametralmente para que a conformação e a altura de penetração de água possam ser observadas.

É considerado que o concreto apresenta maior potencial de durabilidade quanto menor for a absorção, pois, na prática, quando em contato com água, estará menos suscetível ao ataque de agentes agressivos nela contidos.

Para nortear o estudo, foi desenvolvido um fluxograma com os planejamentos das etapas da pesquisa, o qual é apresentado na figura 21.

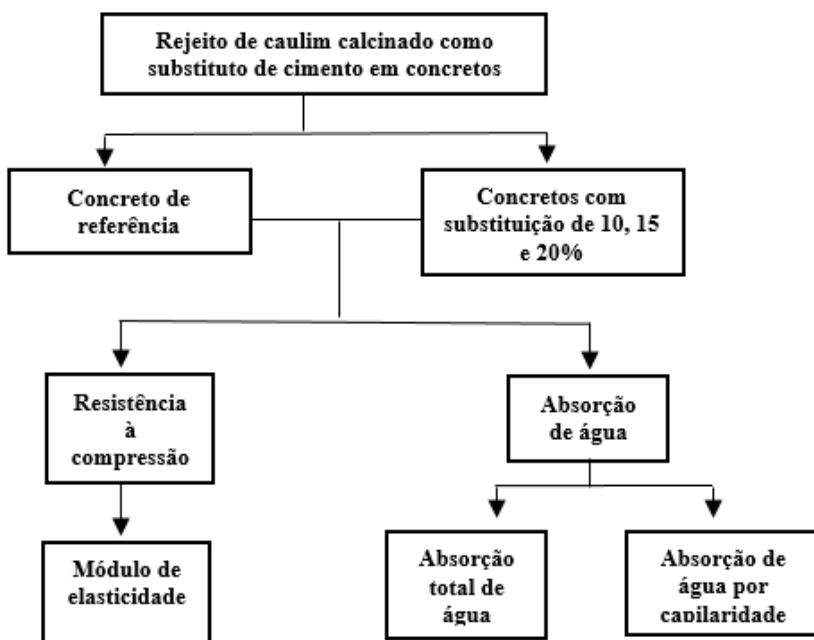


Figura 21 - Fluxograma com os planejamentos das etapas da pesquisa.

5.4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Análise dos dados

Os dados do presente estudo foram analisados quando a normalidade e homocedasticidade. Em virtude da confirmação da distribuição normal dos dados (Teste de Shapiro-Wilk) e da homogeneidade das variâncias (Teste de Levene). Estes foram avaliados por análise de variância de uma via (ANOVA one way) com comparações múltiplas de Tukey. Foram consideradas diferenças estatísticas quando $P < 0,05$. Os resultados são representados com média \pm desvio padrão. E o número de repetições foram 5 para a resistência à compressão por grupo, e 4 para o módulo de elasticidade por grupo.

5.4.1 ENSAIOS MECÂNICOS

5.4.1.1 Resistência à compressão axial no concreto

O aumento no consumo de resíduo de caulim calcinado, aumentou a resistência a compressão das amostras de concreto na idade de 28 dias, houve um aumento significativo na idade de 28 dias para as amostras de concreto que continham a partir de 15% de substituição do cimento por resíduo de caulim calcinado. Já na idade de 650 dias, houve um aumento significativo para as amostras de concreto que possuíam 10% de resíduo do caulim calcinado em sua composição, e esse aumento foi maior para o concreto que tinha a maior quantidade de resíduo do caulim calcinado (C20). A figura 22 revela esses resultados, além disso, quando as amostras foram comparadas entre idades, todos apresentaram aumento de resistência com o aumento da idade, com exceção do concreto de referência que não aumentou de forma significativa a resistência com o passar do tempo.

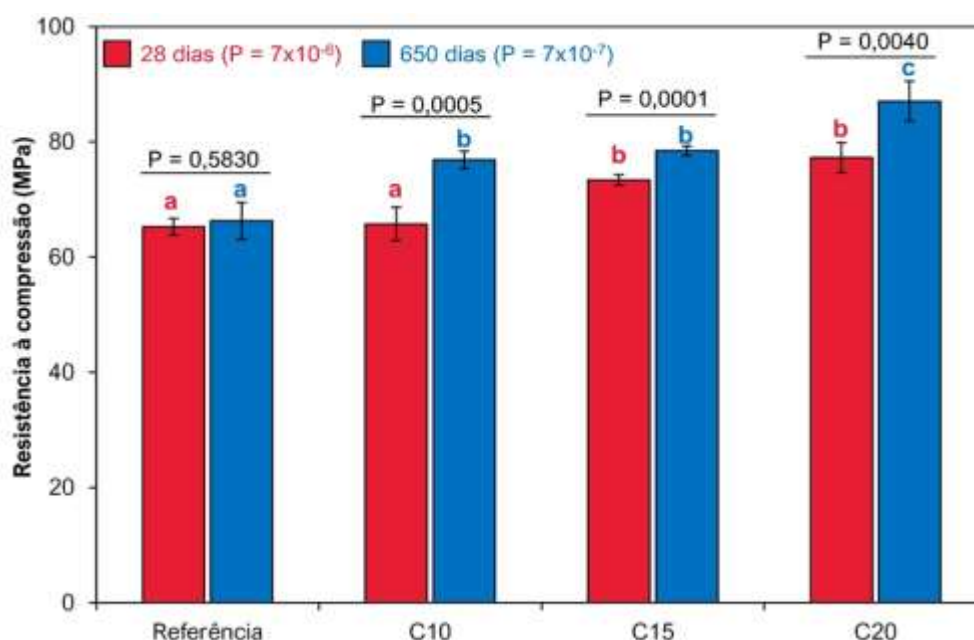


Figura 22- – Resposta à resistência a compressão das amostras de concreto na idade de 28 e 650 dias. Resultados expressos em média mais ou menos desvio padrão. As letras minúsculas distintas representam diferença significativa quando as amostras são comparadas entre grupos para a mesma variável.

5.4.1.2 Ensaios de módulo de elasticidade

Para o módulo de elasticidade o aumento no consumo de resíduo do caulim calcinado, aumentou o módulo de elasticidade para as amostras que continham 15% de substituição do

cimento Portland por resíduo do caulim calcinado, isso na idade de 28 dias (Figura 23). As amostras de concreto que possuíam 10% do resíduo do caulim calcinado responderam de forma similar ao concreto de referência. Para a idade de 650 dias somente o concreto com 20% de substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado aumentou o módulo de elasticidade. Quando as amostras foram comparadas entre idade. Não houve mudança na resposta de módulo de elasticidade com o aumento da idade dos concretos para todas as famílias de concreto.

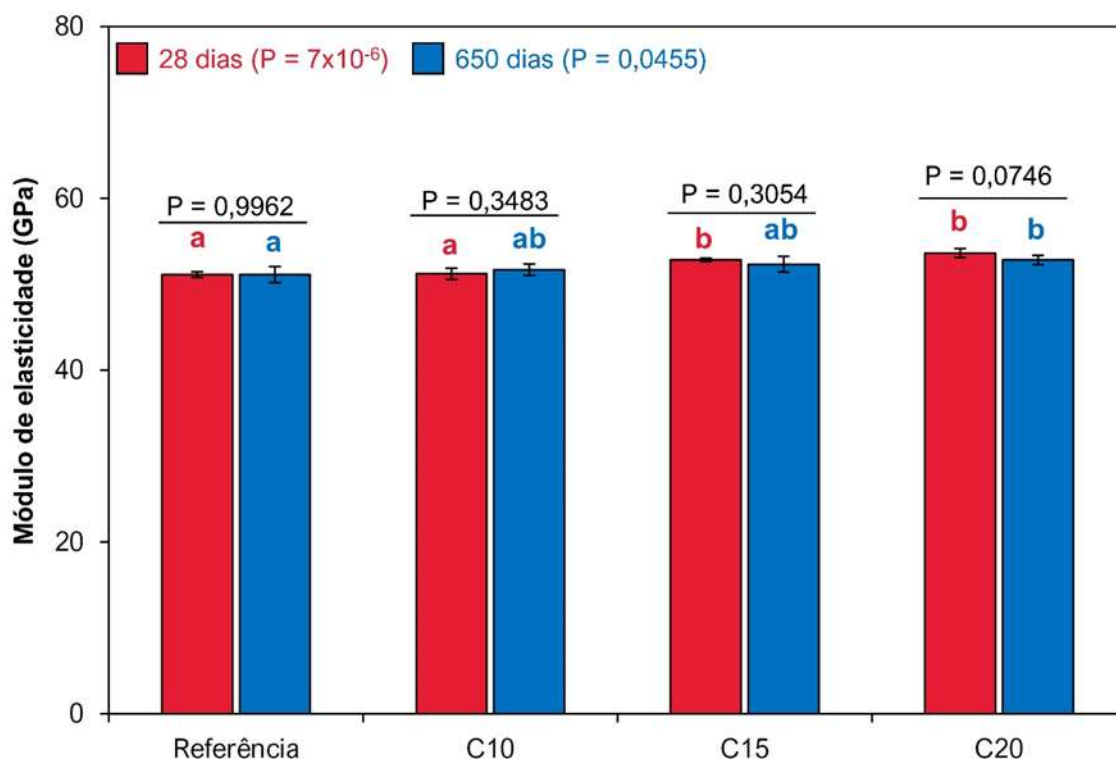


Figura 23 – Análise do módulo de elasticidade dos concretos em diferentes idades.

5.4.1.3 Resistência à tração por compressão diametral no concreto.

Conforme a figura 24, os resultados de resistência à tração por compressão diametral das amostras de concreto revelaram que o aumento a partir de 15% de substituição do cimento Portland por resíduo de caulim calcinado aumentou as respostas de resistência à tração por compressão diametral, tanto para a idade de 28 dias quanto para a idade de 650 dias.

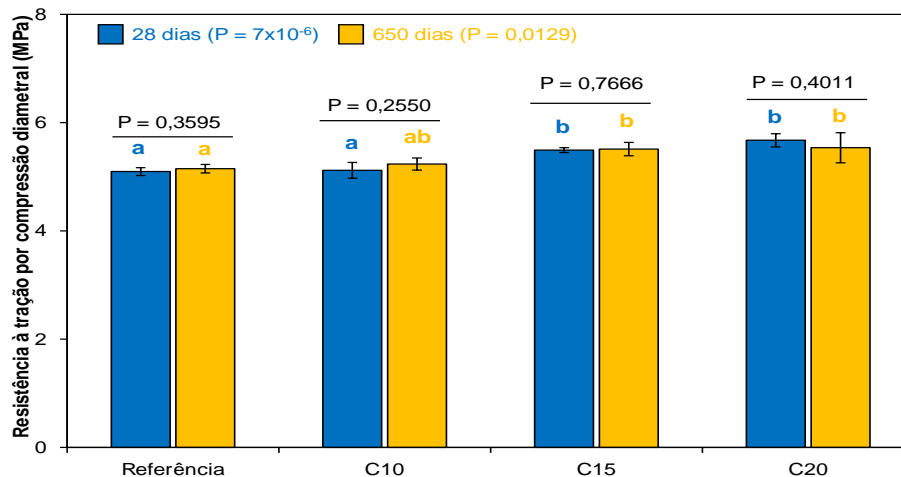


Figura 24 - Resistência a tração por compressão diametral das amostras de concreto.

5.4.2 ENSAIOS DE DURABILIDADE

5.4.2.1 *Ensaio de absorção de água por imersão*

A absorção de água total das amostras de concreto está corroborando com os resultados de absorção de água capilar, primeiro porque a absorção total das amostras reduziu com o aumento do consumo de resíduo do caulim calcinado (Figura 25). Para a mistura a partir de 15% do resíduo do caulim calcinado houve uma redução significativa da absorção total dos concretos. Esse comportamento se repetiu para as amostras de concreto na idade de 91 dias. Sendo o concreto com 20% de substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado apresentando a menor taxa de absorção de água total.

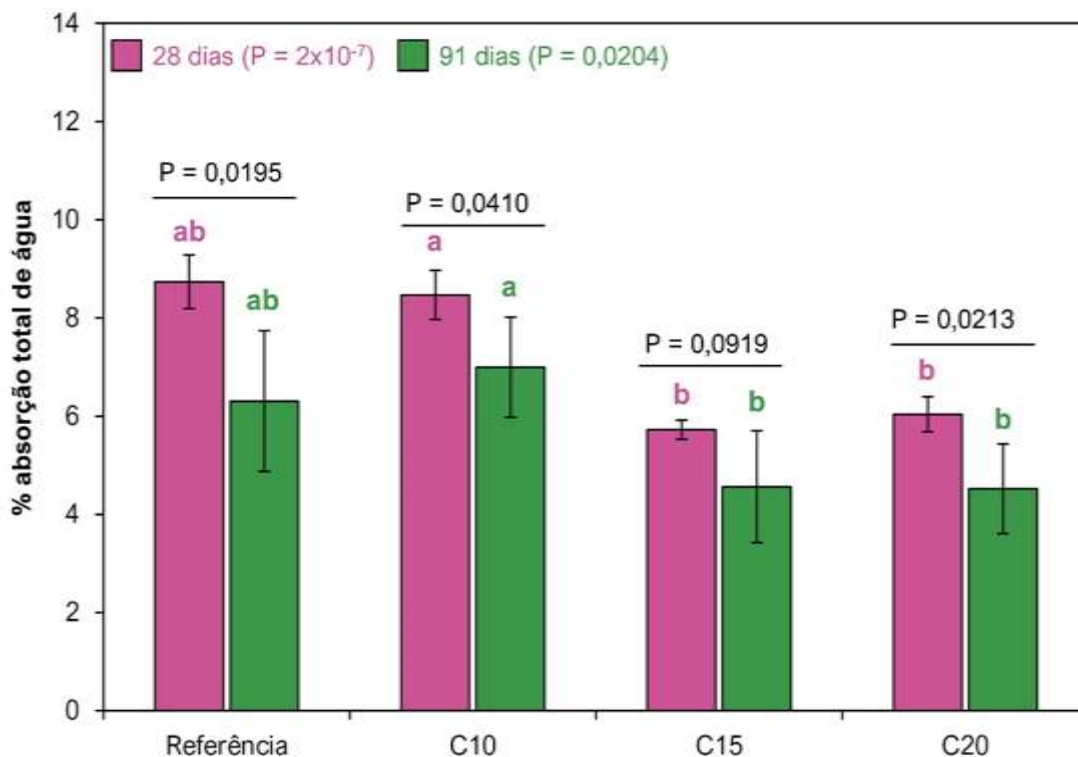


Figura 25 - Absorção de água total das amostras de concreto, na idade de 28 e 91 dias.

5.4.2.2 Ensaio de absorção de água por capilaridade

A absorção de água capilar das amostras de concreto apresentou comportamento diferente nas diferentes idades (Figura 26A). Por exemplo, na idade de 28 dias, as amostras já apresentam diferença na taxa de absorção capilar tanto desde às 3 horas de ensaio, e isso foi observado ao longo de todo o ensaio, ao final do ensaio a amostra que continha 15% de resíduo do caulim calcinado apresentou o maior aumento na taxa de absorção capilar quando comparado com as demais amostras de concreto, incluindo a amostra de referência.

Não está totalmente claro porque a amostra de concreto com 15% de substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado apresentou esse comportamento. Hipóteses como o efeito de diluição da mistura podem ser descartadas pois a amostra de 20% se comportou de forma similar ao concreto de referência, sugerindo que o fenômeno de diluição não foi intensificado nas amostras.

Já na idade de 91 dias, a absorção de água capilar apresentou valores de taxa similares para todas as amostras de concreto, ou seja, até às 3 horas, os concretos absorveram a água por cm^2 de área de forma similar, a partir desse instante a taxa de absorção de água começou a mudar para os diferentes concretos (Figura 26B). As amostras que possuíam 20% de substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado apresentaram a menor taxa de absorção de água capilar, indicando que o resíduo do caulim calcinado provavelmente formou parcela adicional de C-S-H pozolânico, refinando os poros e reduzindo essa taxa de absorção, embora isso não tenha acontecido na idade de 28 dias, isso indica que esse fenômeno é ocasionado com o aumento da idade. De fato, as reações pozolânicas são reações que acontecem na matriz cimentícia de forma secundária, ou seja, posterior a formação dos produtos primários, logo, essas reações que favorecem a formação do C-S-H pozolânico devem ocorrer de forma tardia, o que foi reforçado pelos resultados do presente estudo.

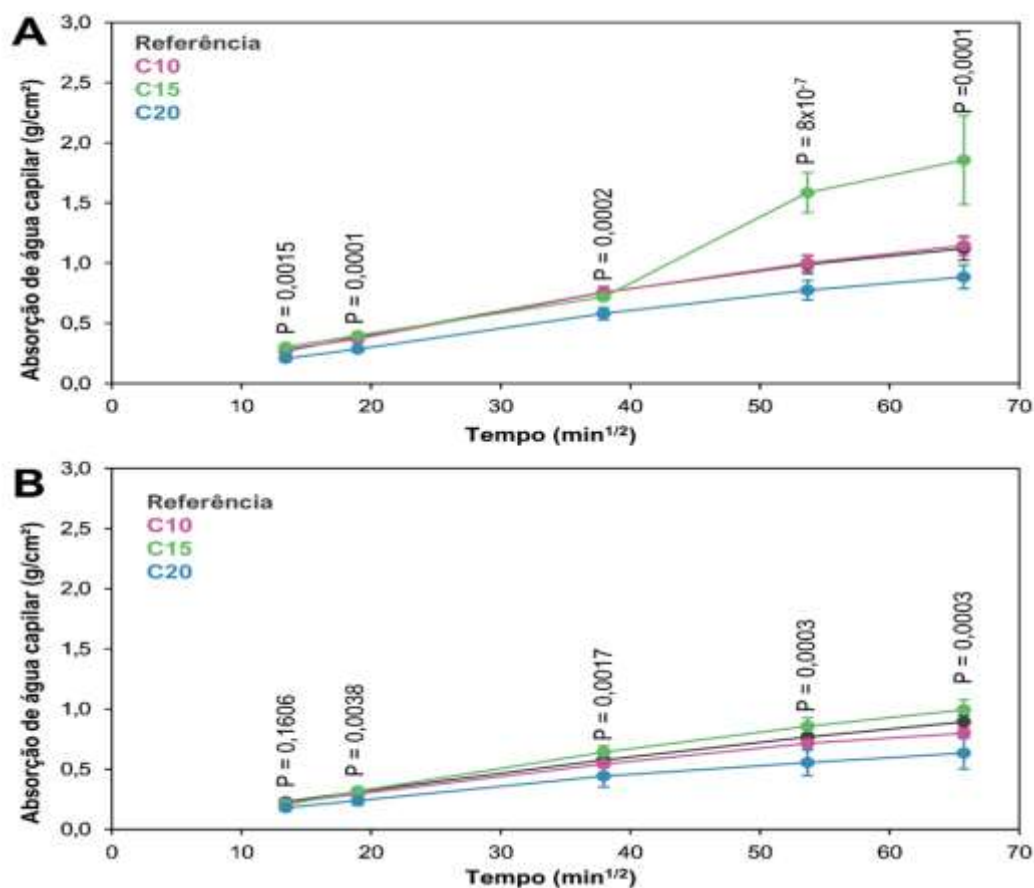


Figura 26 - Absorção de água capilar das amostras de concreto. Em (A) na idade de 28 dias e em (B) na idade de 91 dias.

5.5 CONCLUSÕES

O presente estudo avaliou as respostas nas propriedades de resistência e durabilidade de concretos de alto desempenho com substituição parcial do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado a 700°C, as conclusões gerais do trabalho são:

- O resíduo do caulim calcinado aumenta a resistência à compressão das amostras de concreto tanto na idade de 28 dias quanto na idade de 650 dias, e quanto maior a taxa de substituição do cimento por resíduo do caulim calcinado maior a intensidade de respostas na resistência à compressão das amostras de concreto.
- Em relação a durabilidade do material, inferencialmente, houve um aumento dessa propriedade por conta que com o aumento do consumo do resíduo do caulim calcinado houve redução da absorção de água, isso indica que consequentemente haverá aumento na durabilidade do material.

5.6 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR NM 248: **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro, 2003.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5738: **Concreto — Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova**. Rio de Janeiro, 2016.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5739: **Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7211: **Agregados para concreto - Especificação**. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7222: **Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2011.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 8522: **Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão**. Rio de Janeiro, 2017.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9779: **Argamassa e concreto endurecidos — Determinação da absorção de água por capilaridade**. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 10007: **Amostragem de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16889: **Concreto — Determinação da consistência pelo abatimento do tronco de cone** Rio de Janeiro, 2020.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16697: **Cimento Portland – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT - NBR 16916: **Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**. Rio de Janeiro. 2021.

ABNT - NBR 16972: **Agregados - Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. Rio de Janeiro. 2021.

ALICE; MARK, **Use of metakaolin as supplementary cementitious material in concrete, with focus on durability properties** RILEM Tech. Lett., 4 (2019).

BODEN et al., **Global, regional, and national fossil-fuel CO₂ emissions Carbon Dioxide Information Analysis Center**, Oak Ridge National Laboratory, U.S. Department of Energy, Oak Ridge, Tenn., U.S.A (2017)

BOROWY, 2015. **Defining Sustainable Development for Our Common Future: a History of the World Commission on Environment and Development (Brundtland Commission) (first ed.)**, Routledge, Abingdon, UK (2015)

CANCIO DÍAZ et al., **Limestone calcined clay cement as a low-carbon solution to meet expanding cement demand in emerging economies**. Dev. Eng., 2 (2017), pp. 82-91

FERNANDEZ et al., **The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: a comparison between kaolinite, illite and montmorillonite**. Cement Concr. Res., 41 (2011), pp. 113-122

FURNAS, Equipe de. Concretos Massa, **Estrutural, Projetado e Compactado com Rolo – Ensaios e Propriedades**. São Paulo – SP, Editora PINI, 1997.

GIERGICZNY, **Fly ash and slag**. Cement Concr. Res., 124 (2019), p. 105826

JUENGER et al., **Supplementary cementitious materials: new sources, characterization, and performance insights**. Cement Concr. Res., 122 (2019), pp. 257-273

HEMALATHA; RAMASWAMY., **A review on fly ash characteristics – towards promoting high volume utilization in developing sustainable concrete.** J. Clean. Prod., 147 (2017), pp. 546-559

KADRI et al., **Silica fume effect on hydration heat and compressive strength of high-performance concrete.** ACI Mater. J., 106 (2009), pp. 107-113

MARTIRENA; MONZÓ, **Vegetable ashes as supplementary cementitious materials.** Cement Concr. Res., 114 (2018), pp. 57-64

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M., **Concreto: Estrutura, Propriedades, Materiais,** São Paulo, Pini, 1994.

MIER, J. G. M. and VLIET, M. R. A. **Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete: state of the art.** Engineering Fracture Mechanics 69, páginas 235-247, 2002.

MOSABERPANAH; UMAR, **Utilizing rice husk ash as supplement to cementitious materials on performance of ultra high performance concrete: – a review** Mater. Today Sustain., 7–8 (2020), p. 100030

MONTEIRO et al., **Towards sustainable concrete.** Nat. Mater., 16 (2017), pp. 698-699

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto** / A. M. Neville, J. J. Brooks: tradução: Ruy Alberto Cremonini. 5. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2016.

SHI et al., 2019 C. Shi, B. Qu, J.L. **Provis Recent progress in low-carbon binders** Cement Concr. Res., 122 (2019), pp. 227-250

SABIR, B.B. Wild, S. Bai, J. **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review.** Cement & Concrete Composites v.23 p.441-454, 2001.

WU et al., **Engineering properties of vertical cutoff walls consisting of reactive magnesia-activated slag and bentonite: workability, strength, and hydraulic conductivity.** J. Mater. Civ. Eng., 31 (2019), Article 04019263

RIDING; ZAYED, **What's Old Is New Again: A Vision and Path Forward for Calcined Clay Use in the USA.** Proceedings of the 3rd International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete, Springer Singapore, Singapore (2020), pp. 785-792

RUBEN, **Assessing, understanding and unlocking supplementary cementitious materials.** RILEM Tech. Lett., 1 (2016), pp. 50-55

SABIR et al., **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review** Cement Concr. Compos., 23 (2001), pp. 441-454

SIDDIQUE; KLAUS. **Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: a review.** Appl. Clay Sci., 43 (2009), pp. 392-400

SCRIVENER, **Calcined clay limestone cements (LC3).** Cement Concr. Res., 114 (2018), pp. 49-56.

TIRONI et al., **Kaolinitic calcined clays: factors affecting its performance as pozzolans.** Construct. Build. Mater., 28 (2012), pp. 276-281

THOMAS, **Optimizing the use of fly ash in concrete** Portland Cement Association (2007), pp. 1-24

6. CONCLUSÃO GERAL

No presente estudo, sobre a influência do resíduo do caulim calcinado e seu potencial uso como material suplementar ao cimento Portland, as respostas foram:

- Na avaliação do comportamento das amostras em relação às propriedades mecânicas, constatou-se que a utilização da adição de resíduo de caulim calcinado, substituindo o cimento Portland, melhorou a resistência à compressão simples como material suplementar ao cimento e concretos, apresentou vantagens em relação ao de referência em ambas as idades de 28 e 650 dias, sendo que C15 e C20 apresentaram os melhores valores médios resistência.

- Em módulo de elasticidade nas amostras como material suplementar ao cimento, não houve alteração em relação a adição do resíduo de caulim calcinado e o de referência entre as idades de 28 e 650 dias, em relação ao módulo de elasticidade do concreto houve aumento do módulo para as referidas idade.

- Na resistência à tração por compressão diametral, os resultados não apresentaram diferenças significativas, não houve alteração em relação a adição do resíduo de caulim calcinado e o de referência entre as idades de 28 e 650 dias, em relação a resistência à tração nas amostras como material suplementar ao cimento, e em relação ao concreto houve aumento de resistência à tração em ambas as idades 28 e 650 dias, em todas as amostras com adição de caulim calcinado.

- Se tratando dos parâmetros de durabilidade, foi constatado a redução da absorção de água por imersão nas amostras como material suplementar ao cimento, na idade de 28 dias não houve diferença significativa entre as porcentagens de substituição de cimento Portland por resíduo de caulim calcinado e o de referência, todos apresentaram comportamento semelhante,

já na idade de 91 dias as amostras A10 e A20 apresentaram redução de água quando comparadas a argamassa referência.

- Em relação absorção de água por imersão do concreto, a substituição do cimento Portland por resíduo do caulim alterou a absorção de água total das amostras de concretos para a idade de 28 dias e na idade 650 dias. Quando os grupos foram comparado entre idade há uma redução da absorção de água total das amostras de concreto com o aumento da idade. Exceto para a amostra C15 no qual o aumento da idade não influenciou na absorção de água total.

- Já na absorção capilar das amostras nas amostras como material suplementar ao cimento, com 28 dias, não há diferença entre a taxa de absorção de água das amostras ao longo do tempo. Já em 91 dias a taxa de absorção de água capilar, começa a mudar a partir de 24 horas de exposição das amostras em água.

- Em relação absorção capilar das amostras do concreto, com 28 dias, ocorre alteração nos valores da taxa de absorção a partir do período de 3 horas. Já em 91 dias a taxa de absorção de água capilar, começa a mudar a partir de 6 horas de exposição das amostras em água.

- Na retração nas amostras como material suplementar ao cimento não apresentaram diferenças significativas, não houve alteração em relação a adição do resíduo de caulim calcinado e o de referência entre as idades de 1, 7, e 28 dias.

Os resíduos calcinados, de modo geral, constituem-se em uma excelente matéria-prima para a produção de argamassas e concretos. A alta concentração de caulinita, a baixa contaminação por minerais acessórios que prejudiquem a alvura, a extrema finura das partículas e a estrutura com alto grau de defeitos, apresentou comportamento mecânicos e durabilidade em argamassas e concretos dentro das normas da ABNT, concluímos que existe viabilidade técnica da utilização do resíduo para o uso na construção civil como material suplementar ao cimento, assim como utilização para concretos de altas resistências.

6. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a influência da carbonatação na corrosão das armaduras dos concretos produzidos com o resíduo de caulim calcinado;

- Estudar o comportamento dos concretos com o resíduo de caulim calcinado em situações de ambientes agressivos (reação álcali-agregado);
- Estudar a viabilidade de produção de cimentos de baixo consumo energético e de baixa emissão de CO2 com o emprego dos resíduos de caulim calcinado;
- Fazer um estudo de custo com valores financeiros reais para confirmação da viabilidade ou não da utilização dos resíduos de caulim em concretos.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICAS

ABNT - NBR 16972: Agregados - **Determinação da massa unitária e do volume de vazios**. Rio de Janeiro. 2021.

ABNT - NBR 16916: **Agregado miúdo - Determinação da massa específica e massa específica aparente**. Rio de Janeiro. 2021.

ABNT NBR NM 248: **Agregados - Determinação da composição granulométrica**. Rio de Janeiro. 2003.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5738: **Concreto — Procedimento para moldagem e cura de corpos de prova**. Rio de Janeiro, 2016.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5739: **Concreto - Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2018.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5751: **Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias**. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 5752: **Materiais pozolânicos — Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias**. Rio de Janeiro, 2014.

ABNT - NBR 6118: **Projeto de estruturas de concreto — Procedimento**. Rio de Janeiro, 2014.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7200: **Execução de revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas - Procedimento**. Rio de Janeiro, 1998.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7214: **Areia normal para ensaio de cimento Especificação**. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7215: **Cimento Portland – determinação da resistência à compressão**. Rio de Janeiro, 2019.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7211. **Agregados para concreto - Especificação**. Rio de Janeiro. 2019.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 7222: **Concreto e argamassa — Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos**. Rio de Janeiro, 2011.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 8522: **Concreto - Determinação dos módulos estáticos de elasticidade e de deformação à compressão**. Rio de Janeiro, 2017.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9778: **Argamassa e concreto endurecidos - Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica**. Rio de Janeiro, 2009.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 9779: **Argamassa e concreto endurecidos — Determinação da absorção de água por capilaridade**. Rio de Janeiro, 2012.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 10007: **Amostragem de resíduos sólidos**. Rio de Janeiro, 2004.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 12653: **Materiais pozolânicos - Requisitos**. Rio de Janeiro, 2015.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13276: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do índice de consistência**. Rio de Janeiro, 2016.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13277: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da retenção de água**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13278: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da densidade de massa e do teor de ar incorporado**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13281: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Requisitos**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 13749: **Revestimento de paredes e tetos de argamassas inorgânicas — Especificação**. Rio de Janeiro, 2013.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 15894: **Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta**. Rio de Janeiro, 2010.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 15259: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação da absorção de água por capilaridade e do coeficiente de capilaridade**. Rio de Janeiro, 2005.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16372: **Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine)**. Rio de Janeiro. 2015.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16541: **Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Preparo da mistura para a realização de ensaios**. Rio de Janeiro, 2016.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16605: **Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica**. Rio de Janeiro. 2017.

ABNT – Norma Brasileira. NBR 16697: **Cimento Portland – Requisitos**. Rio de Janeiro, 2018.

ALMEIDA, I. R. **A influência da microssílica e do superplastificante na durabilidade dos concretos**. In: **Seminário O Concreto – A utilização da sílica ativa em sua composição**, 1., Rio de Janeiro, Fevereiro, 1996b.

AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **Committee 363. State-of-the-art report on high-strength concrete, ACI 363R-92 (Reapproved 1997)**. ACI Manual of Concrete Practice 2001. ACI, Detroit (USA), 2001. 55p.

ANJOS, C. M.; NEVES, G. A. **Utilização do resíduo de caulim para a produção de blocos solo-cal**, **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.6, p.91-96, 2011.

ANUÁRIO MINERAL BRASILEIRO, DNPM – **Departamento Nacional de Produção Mineral**, Brasília, 2018.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C490: **Standard Practice for Use of Apparatus for the Determination of Length Change of Hardened Cement Paste, Mortar, and Concrete**. Philadelphia, 2017.

AMBROISE, J.; MARTIN-CALLE, S.; PÉRA, J. **Pozzolanic behavior of thermally activated kaolim**. In: **INTERNATIONAL CONFERENCE ON FLY ASH, SILICA FUME, SLAG AND NATURAL POZOLANS IN CONCRETE**, 1992, Istanbul, Turkey. Proceedings... Detroit: American Concrete Institute. V2. April 1992. P 731- 748 (ACI Special publication, 132).

AÍTCINA, P. **Concreto de alto desempenho**. São Paulo: PINI,2000. 667p.

ANDRADE, J. J. O.; TISBIEREK, F. T.; RATHER, L. P. R.; NOBRE, T. R. S. **Avaliação das características do concreto quando submetido à degradação de origem química**. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE CONCRETO**, 45., 2003, Vitória. Anais... São Paulo: Ibracon, 2003. p. 1 - 12. 1 CD-ROM.

ANDRADE, JAIRO JOSÉ DE OLIVEIRA; TUTIKIAN, BERNARDO F. **Resistência mecânica do concreto**. ISAIA, Geraldo Cechella (org.). **Concreto: Ciência e Tecnologia**. São Paulo: IBRACON, 2011, 1v, p. 615-672.

ANDRIOLO, F.R.; DE VASCONCELOS, G.R.L.; GAMA, H.R. **Use of roller compacted concrete in Brazil.** *Concrete International*, v. 6, n.5, may 1984.

ARAÚJO, C. R.; SANTANA, V. L.; VIERA, E. V. **Aproveitamento de resíduo de caulim para a formulação de argamassas colantes.** IV Simpósio de minerais industriais do nordeste. Anais, 2016, p. 267-276.

BAÍA, L. L. M.; SABBATINI, F. H. **Projeto e Execução de Revestimento de Argamassa.** 4 ed. São Paulo: Nome da Rosa, 2008.

BALAN, E., FRITSCH, E., ALLARD, T., CALAS G. 2007. **Inheritance vs. neoformation of kaolinite during lateritic soil formation: a case study in the middle Amazon basin.** *Clays and Clay Minerals* Vol. 55, No. 3, 253-259.

BARATA, M.S. **Concreto de Alto desempenho no Pará: estuda da viabilidade técnica e econômica de produção de concreto de alto desempenho com os materias disponíveis em Belém através do emprego de adições de sílica ativa e metacaulim.** 1998, 164 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

BARATA, M.S., **Aproveitamento dos resíduos caulínicos das indústrias de beneficiamento de caulim da região Amazônica como matéria-prima para fabricação de um material de construção (pozolanas),** Tese de D.Sc., CPGG/IG/UFPa, Belém, PA, Brasil, 2007.

BADANOURI, A.; GEORGESCU, M; PURU, A. **Binding systems by termogravimetry and differential thermal analysis.** *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 74, p. 65-75. 2003.

BARATA, M. S. E ANGÉLICA, R. S. **Caracterização dos resíduos caulínicos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade.** 2012. *Revista Cerâmica*, Brasil, v.58, p. 36-42.

BARATA, M. S. E DAL MOLIN, D. C. **Avaliação preliminar do resíduo caulínico das indústrias de beneficiamento de caulim como matéria-prima na produção de uma metacaulinita altamente reativa.** In: *REVISTA AMBIENTE CONSTRUÍDO*. Volume 2. Número 1. ANTAC. Porto Alegre, 2002. Disponível on-line: . Acesso em: 10 dez. 2002.

BARONIO, G.; BINDA, L. **Study of the pozzolanicity of some bricks and clays.** *Construction and Building Materials*, UK, v.11, n.1, p.41-46, 1997.

BARROS, M. M. S. B.; JOHN, V. M.; PILEGGI, R. G.; SILVA, R. P. **Avaliação do Comportamento da Argamassa no Estado Fresco Através dos Métodos de Mesa de Consistência, Dropping Ball e Squeeze Flow.** In: *Simpósio Brasileiro de Tecnologia das Argamassas*, 6, Florianópolis. Anais Eletrônicos... Florianópolis: ANTAC, 2005. Não

Paginado. Disponível em: < <http://www.gtargamassas.org.br/eventos/file/240>>. Acesso em: 08 out. 2018.

BAUER, L. A. F. **Materiais da construção**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008. 538 p.
CALLEJA, J. **Escórias y cementos siderúrgicos**. In: Materiales de construcccion. Madrid, 1982.

CALLISTER, W. D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Abordagem Integrada**. / William D. Callister, Jr. ; Tradução: Sérgio Murilo Stamile Soares. 4. Ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014.

C. M. DOS ANJOS, G. A. NEVES. **Utilização do resíduo de caulim para a produção de blocos solo-cal**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.6.2 (2011) 91-96. 2011.

CAMPOS, L. F. A. MENEZES, R.R., LISBOA, D., SANTANA, L.N.L., NEVES, G.A., FERREIRA H.C. **Planejamento experimental no estudo da maximização do teor 22° CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil 488 de resíduos em blocos e revestimentos cerâmicos**. Revista Cerâmica v.53, n. 328 (2007).

CARASEK, H. Argamassas. In: ISAIA, G. C. (Org.) **Materiais da Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais**. São Paulo: IBRACON, 2007. v. 2.

CARNEIRO Arnaldo Manoel Pereira; CINCOTTO, Maria Alba. **Requisitos e critérios de desempenho para revestimento de camada única em argamassa de cimento e cal**. Goiânia: ANTAC, 1995.

CARVALHO, F. M. DE S. **Refinamento da Estrutura Cristalina de Quartzo, Coríndon e Criptomelana Utilizando o Método de Rietveld**. Dissertação de Mestrado em Mineralogia e Petrologia-São Paulo - SP: Universidade de São Paulo - USP, 1996.

CARVALHO, ROBERTO CHUST; FILHO, JASSON RODRIGUES DE FIGUEIREDO. **Cálculo e detalhamento de estruturas usuais de concreto armado**. São Paulo: PINI, 2009. 589p.

Castro, W.A.M. **Incorporação de resíduos de caulim em argamassa para uso na construção civil**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2008.

CASTRO, W. (2010). **Incorporação de resíduos de caulim em argamassas de assentamento e revestimento para uso em construção civil**. (Incorporation of kaolin waste into laying and coating mortars for use in civil construction).

CASTRO SOBRINHO, J. F. **Pozolana como Material de Construção – Sua fabricação especial em Urubupungá**, Centrais Elétricas de São Paulo, São Paulo, 1970.

CHAKCHOUK A, SAMET B, MNIF T. **Study on the potential use of Tunisian clay as pozzolanic material.** Appl Clay Sci 2006;33(2):79–88.

COIMBRA, M. A, W. N. dos Santos, M. R. MORELLI - **Recuperação de resíduos inorgânicos para a construção civil** Cerâmica n°48 Abr/Mai/Jun 2002.

COOK, D. J. Calcined clay, shale and other solis. In: SWAMY, R. N. (ed). Cement replacement materials. **Concrete Technology and Design**; v.3, London, Surrey University Press, 1986.

COLEMAN, N.J.; PAGE, C.L. **Aspects of the pore solution chemistry of hydrated cement pastes containing metakaolin.** Cement and Concrete Research, v.27, n.1, p.147-154, 1997.

C. R. MONTES, A. J. MELFI, A. CARVALHO, A. C. V. M. L. L. FORMOSO, **Clays and Clay Minerals** 50 (2002) 494- 503.

CYR, M.; LAWRENCE, P.; RINGOT, E. **Efficiency of mineral admixtures in mortars: Quantification of the physical and chemical effects of fine admixtures in relation with compressive strength.** Cement and Concrete Research, vol. 36, p. 264–277, 2006.

DAL MOLIN, D.C.C. **Adições Mineraias para Concreto Estrutural. In: Concreto: Ensino, Pesquisa e Realizações.** São Paulo: IBRACON, 2005. p. 345-379.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL,
http://www.dnpm.gov.br/assets/galeriaDocumento/AMB2006/I_2006.pdf, Acessado em Agosto de 2019.

DIAMOND, S. **The microstructure of cement paste and concrete - a visual primer.** Cement and Concrete Composites, v. 26, n. 8, p. 919–933, 2004.

DIETEL, J., WARR, L.N., BERTMER, M., STEUDEL, A., GRATHOFF, G.H., EMMERICH, K., 2017. **The importance of specific surface area in the geopolymerization of heated illitic clay.** Appl. Clay Sci. 139, 99–107. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.01.001>

DINA, M. S. **Effect of cooling technique of blast furnace slag on the termal behavior of solid cement bricks.** Journal of Cleaner Production, v. 79, p. 134-141, 2014.

DUARTE, A. L. **Caulim do Morro do Felipe, Baixo Rio Jarí, contexto geológico e gênese. 1996. 132 f. Dissertação (Mestrado em Geologia e Petrologia) - Curso de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Centro de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém.**

FARIAS FILHO, J. **Estudo de durabilidade de argamassas alternativas produzidas de resíduos de construção e granito,** Tese de Doutorado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande – PB, Brasil, 2007.

FERRI, E. A. V. **Óxidos Magnetoelétricos De Bi³⁺ E Fe³⁺ Preparados Pelo Método Sol-Gel**. Dissertação de Mestrado em Química-Maringá - PR: Universidade Estadual De Maringá - UEM, 2007.

FIORITO, ANTÔNIO J. S. I. **Manual de Argamassas e Revestimentos**. 1ª Ed. São Paulo, PINI, 2003.

FONSECA, GUSTAVO CELSO DA. **Adições minerais e as disposições normativas relativas à produção de concreto no Brasil: Uma abordagem epistêmica**. Dissertação de Pós-graduação. Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Departamento de Engenharia de Materiais e Construção. Minas Gerais/2010.

FLORES, S. M. P. **Aproveitamento do rejeito de caulim na produção de alumina para cerâmica e sílica de baixa granulometria**. 2003. 191 f. Tese (Doutorado em Geologia e Petrologia) - Curso de Pós-Graduação em Geologia e Geoquímica, Centro de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém.

FURNAS, Equipe de. **Concretos Massa, Estrutural, Projetado e Compactado com Rolo – Ensaios e Propriedades**. São Paulo – SP, Editora PINI, 1997.

FUSCO, PB. **Tecnologia do Concreto Estrutural: tópicos aplicados**. São Paulo: Pini, 2008. 179p.

GIACCIO, G.; ZERBINO, R. **Effect of aggregate type on the behavior of high strength concrete**. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON HIGH-PERFORMANCE CONCRETE, AND PERFORMANCE AND QUALITY OF CONCRETE STRUCTURES, 1996, Florianópolis. Proceedings... Florianópolis, SC, Jun. 1996. P. 52-60.

GRIM, R. E. **Propriedades de argilas**. *Cerâmica*, v. 9, n. 35, 1963.

GUMIERI, A. G. **Estudo da viabilidade técnica da utilização de escórias de aciaria do processo ld como adição em cimentos**. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Pós Graduação em Engenharia Civil, 2002. 226 p. (Tese de Doutorado em Engenharia).

HANDOO, S.K. **Thermoanalytical Techniques**. In: CHOSH, S.; KUMAR, K. **Progress in Cement and Concrete – Modernization and Technology Upgradation in Cement Plants**. 1.ed. New Dehli: Akademia Books International, 1999. v.5, p.126- 153.

HELENE, P.R.L. TERZIAN, P. **Manual de dosagem e controle do concreto**. São Paulo: PINI, 1993.

HELENE, P. R. L. **Contribuição ao estudo da corrosão em armaduras de concreto armado**. Tese (Professor Livre Docente), Departamento de Engenharia Civil, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.

HELENE, P.R.L., MEDEIROS, M.H.F. **Estudo da influência do Metacaulim HP como adição de alta eficiência em concretos de cimento Portland** (Relatório Técnico). São Paulo:

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2004, 65 p. Disponível em: <<http://www.metacaulim.com.br/tecnica/tecnica.htm>> Acesso em 29 fev. 2020.

HOANG, V. V. **Cooling rate effects on structure and properties of supercooled and amorphous Al₂O₃.** In: **New developments in condensed matter physics.** Editor John V. Chang. New York: Nova Science Publishers Inc., 2006. p. 275-292.

HOFFMAN, G. K. **Pozzolans and supplementary cementitious materials.** In: **Industrial minerals and rocks: commodities, markets, and uses.** Editores Jessica Elzea Kogel, Nikhil C. Trivedi, James M. Barker, Stanley T. Krukowski. Colorado: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration Inc, 2006. p. 1161-1172.

IONASHIRO, M. GIOLITO. **Fundamentos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial e Calorimetria Exploratória Diferencial.** Giz Editorial: São Paulo, 2005.

ISAIA, G. C. **Efeito de misturas binárias e ternárias de pozolanas em concreto de elevado desempenho: um estudo de durabilidade com vistas à corrosão da armadura.** Tese (Doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

ILIC', B., RADONJANIN, V., MALEŠEV, M., ZDUJÍČ, M., & MITROVIĆ, A. (2017). **Study on the addition effect of metakaolin and mechanically activated kaolin on cement strength and microstructure under different curing conditions.** Construction and Building Materials, 133, 243-252.

ITIM, A.; EZZIANE, H.; KADRI, E.H. **Compressive strength and shrinkage of mortar containing various amounts of mineral additions.** Construction and Building Materials, v. 25, p. 3603-3609, 2011.

JOHN, V. M. **Cimentos de escória ativada com silicatos de sódio.** 112p. São Paulo, 1995. Tese (Doutorado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

JONES, T.R. **Metakaolin as a pozzolanic addition to concrete.** In: BENSTED, J.; BARNES, P. (ed.). Structure and Performance of Cements, 2nd ed. London and New York: Spon Press, 2002. p. 372-398.

KHATIB, J.M.; SABIR, B.B.; WILD, S. **Some Properties of metakaolin paste and mortar.** In: DHIR, R.K.; DYER, T.D. Concrete for environment enhancement and protection. London: E&FN SPON, 1996. p.637-643.

KIHARA, Y; CENTURIONE, S. L. **O Cimento Portland.** In: **CONCRETO: Ensino, pesquisa e realizações.** São Paulo: IBRACON, 2005.

KIM, H.S.; LEE, S.H.; MOON, H.Y. **Strength properties and durability aspects of high strength concrete using Korean metakaolin.** Construction and Building Materials, v. 21, p. 1229-1237, 2007.

KÖNIG, H. P. U.; SIMÕES, A. R. **O Refinamento de Rietveld como um método para o controle de qualidade de minérios de ferro.** Rem: Revista Escola de Minas, v. 55, n. 2, 2002.

KURDA, R.; DE BRITO, J.; SILVESTRE, J. D. **Water absorption and electrical resistivity of concrete with recycled concrete aggregates and fly ash.** Cement and Concrete Composites, v. 95, n. October 2018, p. 169–182, 2019.

KURTOĞLU, S.F., SOYER-UZUN, S., UZUN, A., 2016. **Tuning structural characteristics of red mud by simple treatments.** Ceram. Int. 42, 17581–17593. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.08.072>

LARA P. L. O.; SOUZA, J. G. G. **Reologia e Trabalhabilidade das Argamassas.** In: **BAUER, E. (Ed) Revestimentos de Argamassas: Características e Peculiaridades.** Brasília: LEM-UnB; Sinduscon, 2005.

LEITE, W. C. **Qualidade do Refinamento do Método de Rietveld em Amostras de Solo.** Dissertação de Mestrado em Ciência-Ponta Grossa - PR: Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG, 2012.

LIMA, M. S. **Utilização do Resíduo de Caulim para uso em Blocos de Concreto sem Função Estrutural.** 2005. 79f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental)- Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande, PB, 2005.

LIMA, et al. **Utilização de resíduo de caulim para uso em blocos de concreto sem função estrutural.** In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 51, 2006. Anais do 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Blumenau, SC, pp. 1-12, 2006.

LUZ A.B., DAMASCENO E.C 2005. **Caulim: Um Mineral Industrial Importante.** In: **Série tecnologia Mineral.** Nº 65. Rio de Janeiro: CETEM/CNPq.29p.

MAIA A.A.B 2007. **Síntese da zeólita A utilizando como precursor utilizando um rejeito de beneficiamento de caulim da Amazônia: aplicação como absorvente.** Dissertação de mestrado, Instituto Tecnológico, Universidade Federal do Pará, Belém, 93 P.

MAIA A.A.B., SALDANHA E., ANGÉLICA R.S., SOUZA C.A.G., NEVES R.F 2007. **Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese de zeólita A.** Cerâmica, 53: 319-324.

MAIA A.A.B., SALDANHA E., ANGÉLICA R.S., NEVES R.F 2008. **Estabilidade térmica da zeólita A.** Cerâmica, 54: 345-350.

MAIA A. A. B, **“Desenvolvimento do processo de síntese da zeólita A e sodalita a partir de rejeito de caulim da Amazônia com aplicação em adsorção”**, Tese Dr. Geoquímica, Universidade Federal do Pará, Belém, PA (2011) 148 p.

MACKENZIE, R. C.; **Termochim. Acta** **1979**, 28, 1.

MALHOTRA, V.M; MEHTA, P.K. **Pozzolanic and cementitious materials. Advances in concrete technology**. Volume 1, Canadá, 1996.

MANNING, D.A.C. **Introduction to Industrial Minerals**, Cambridge: CHAPMAN & HALL, 1995.

MANSUR, A.P.M. **Avaliação da Expansão por Umidade em Placas Cerâmicas de Revestimento**. Belo Horizonte: UFMG, 2002. 131 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

MANSUERO, A. B. **Estabilização da escória de aciaria elétrica com vistas a sua utilização como substituição ao cimento**. Tese de D.Sc. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 2001.

MARTELLI, MARLICE CRUZ. **Transformações térmicas e propriedades cerâmicas de resíduos de caulins das regiões do Rio Capim e do Rio Jarí** – Brasil 2006. 148 f. Tese (Doutorado) – Universidade Federal do Pará, Centro de Geociências, Belém, 2006, Programa de Pós-Graduação em geologia e Geoquímica.

MEDEIROS, M. H. F.; HOPPE FILHO, J.; RAISDORFER. J.W. **Influência da sílica ativa e do metacaulim na velocidade de carbonatação do concreto: relação com resistência, absorção e relação a/c**, Ambient. constr. vol.17 no.4 Porto Alegre Oct./Dec. 2017.

MEDINA, E. A. **Pozolanicidade do Metacaulim em Sistemas Binário Com Cimento Portland e Hidróxido de Cálcio**. São Paulo, 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

MEUNIER, A. **Crystal Structure – Species – Crystallisation**. XIV, 472 p. 262 illus., Clays. Springer, Berlin. 2005.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M., **Concreto: Estrutura, Propriedades, Materiais**, São Paulo, Pini, 1994.

MEHTA, P. K. & MONTEIRO, P. J. M. **Concreto - Estrutura, Propriedades e Materiais**. São Paulo: Pini, 2000.

MEHTA, P. K; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: microestrutura, propriedade e materiais**. 3. ed. São Paulo: IBRACON, 2008. 674p.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto – estrutura, propriedades e materiais**. 4ª edição, Ed. Pini, São Paulo, 2014.

MENEZES, R.R Neves A.G, Souza J, Melo A. M, Heber S. Ferreira & Heber C. Ferreira **Atividade pozolânica dos resíduos do beneficiamento do caulim para uso em argamassas para alvenaria**. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental n.6, v.13, p.795–801, 2009.

MONTANHEIRO, T.J., YAMAMOTO, J.K., KIHARA, Y. “**Características e propriedades pozolânicas de arenitos opalinos da Serra de Itaqueri, SP**”, Revista do Instituto Geológico, v. 23, n. 1, pp. 13-24, Jun. 2002.

MORAES, Cristiane Gomes. **Desenvolvimento De Processo De Zeólita a Utilizando O Caulim Da Amazônia E Aplicação Na Adsorção De Cu +2**. 2014. Universidade Federal do Pará, [s. l.], 2014.

MIER, J. G. M. and VLIET, M. R. A. **Uniaxial tension test for the determination of fracture parameters of concrete: state of the art**. Engineering Fracture Mechanics 69, páginas 235-247, 2002.

MONSHI, A., ASGARANI, M. K. **Producing Portland cement from iron and steel slags and limestone**. In: Cement and concrete research. 1999.

MURRAY, H.H., ALVES, C.A., BASTOS, C.H. 2007. **Mining, processing and applications of the Capim Basin kaolin, Brazil**. Clay minerals 42, 145-151.

NANDI, B.K., GOSWAMI, A., PURKAIT, M., 2009. **Removal of cationic dyes from aqueous solutions by kaolin: kinetic and equilibrium studies**. Appl. Clay Sci. 42, 583–590. <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2008.03.015>.

NETO, S. M. **Caracterização Cristaloquímica da Incorporação de Íons Cobre (II) e Goethita (a-FeOOH) Sintética**. Tese de Doutorado em Ciências-Campinas - SP: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP, 2001.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto**. 2 ed. São Paulo: PINI, 1997. 828p.

NITA, C. **Utilização de pozolanas em compósitos de cimento reforçados com fibras de celulose e PVA**. 2006.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto** / A. M. Neville, J. J. Brooks: tradução: Ruy Alberto Cremonini. 5. Ed. Porto Alegre: Bookman, 2016.

ODLER, I. **The BET-specific surface area of hydrated Portland cement and related materials**. Cement and Concrete Research. v. 33, N° 12, 2049-2056, 2003.

OLLIVIER, J.P.; VICHOT, A. **Durabilidade do Concreto: Bases Científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente**. Tradução: O. Cascudo e H. Carasek. São Paulo, IBRACON, 2014.

OLIVEIRA, M. P. de, BARBOSA, N. P. **Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento portland em argamassas.** *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*. v.10, n.2, p.490–496, 2006. Disponível em <http://www.agriambi.com.br/revista/v10n2/490.pdf> . Acessado em Maio/2021.

ÖZBAY, E.; ERDEMIR, M.; DURMUS, H. I. **Utilization and efficiency of ground granulated blast furnace slag on concrete properties – A review.** *Construction and Building Materials* v. 105, p. 423- 434, 2016.

PAZ S. P. A., ANGÉLICA R.S, NEVES R.F. 2010. **Síntese hidrotermal de sodalita básica a partir de um rejeito de caulim termicamente ativado.** *Qui. Nova*, 33 (3): 579-583.

PETER, R., VIJAY, V.R., RAMAKRISHNAN, S., SUKUMAR, R., MENON, A.R.R., 2015. **Phosphorylated Cashew Nut Shell Liquid prepolymer modified kaolin as a reinforcing filler for natural rubber.** *Appl. Clay Sci.* 105, 186–191. <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2014.12.011>.

P. S. SANTOS. “**Ciência e Tecnologia de Argilas**”, 2a Ed., Ed. Blucher, S. Paulo, SP (1989) v.1.

PAULON, V.; KIRCHHEIM, A. P. **Nanoestrutura e Microestrutura do Concreto Endurecido.** In: ISAIA, G. C. (Org.). *Concreto: ciência e tecnologia*. São Paulo: Ibracon, 2011.

PAYA, J. et al. **Evaluation of the pozzolanic activity of fluid catalytic cracking residue (FC3R), Thermogravimetric analysis studies on FC3R-Portland cement pastes.** *Cement Concrete Research*, v. 33, p. 603-609, 2003.

PETRUCCI, E.G.R. **Concreto de cimento Portland**. 13. ed. São Paulo, 1995.

PETRUCCI, E.G.R. **Concreto de cimento Portland**. Ed. Globo, Rio de Janeiro, 1987.

PIOVEZAN JÚNIOR, G. T. A. **Avaliação dos Resíduos da Construção Civil (RCC) Gerados no Município de Santa Maria.** Dissertação de Mestrado, Santa Maria-RS, 2007.

POUEY, M. T. F. **Beneficiamento da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico.** Tese (Doutorado). Porto Alegre, 2006. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

RECENA F. A. P. **Conhecendo Argamassa**. 2. Ed. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2011.

RIETVELD, H. M. **Research Report RCN-104.** Reactor Centrum Nederland, 1969a.

RIETVELD, H. M. **A Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures.** *Journal of Applied Crystallography*, v. 2, n. Reactor Centrum Nederland, Petten (NH.), The Netherlands, p. 65-71, 1969b.

REZENDE, M. L. S. Menezes, R. R. Neves, G. A. Nascimento, J. W. B. LEAL, A. F. **Utilização do resíduo de caulim em blocos de vedação REM**: R. Esc. Minas, Ouro Preto, 61(3): 285-290, jul./set. 2008.

REZENDE, M. L. S. **Resíduo de caulim primário como material pozolânico em concreto seco: propriedades físico-mecânicas e durabilidade**, Campina Grande-PB, 2013. Tese de doutorado. UFCG.

ROCHA, A.K.A. **Incorporação de resíduo de caulim em argamassa de alvenaria**, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2005.

ROCHA, L; PERES, A. E. C. **Aproveitamento econômico das lamas de ferro**. Revista Escola de Minas. v.62, N° 3, 291-295, 2009.

RODRIGUES, M.S. et al. **Characterization and pozzolanic evaluation of sugar cane bagasse ashes**. IC-NOCMAT 2010, In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON NONCONVENTIONAL MATERIALS AND TECHNOLOGIES. Cairo-Egypt, p. 1-9. Anais..., 2010.

YAZIGI, WALID. **A Técnica de Edificar** - 10ª Ed. PINI, 2009.

SAAD, M. N. A.; ANDRADE, W. P.; PAULON, V. A. **Properties of mass concrete containing an active pozzolan made from clay**. Concrete International, v.4, n.11, p.59-65, July 1982.

SABBATINI, F. H. **O processo construtivo de edifícios de alvenaria estrutural sílicocalcária**. São Paulo. 1984. 298 p. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

SABIR, B.B. Wild, S. Bai, J. **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review**. Cement & Concrete Composites v.23 p.441-454, 2001.

SALVADOR, S. **Pozzolanic properties of flash-calcined kaolinite a comparative study with soak-calcined products**. Cement and Concrete Research, v.25, n.1, p.102-112, 1995.

SANTOS, S. **Produção e Avaliação do uso de pozolana com baixo teor de carbono obtida da cinza de casca de arroz residual para concreto de alto desempenho**. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006, 267p.

S. C. A. DOS SANTOS, C. A. F. ROCHA JUNIOR, L. N. DA SILVA, R. S. ANGÉLICA¹, R. F. NEVES. **Caulins amazônicos: possíveis materiais de referência**. Cerâmica 59 (2013) 431-441.

SCANDIUZZI, L.; ANDRIOLLO, F.R. **Concreto e seus materiais: propriedades e ensaios**. São Paulo: PINI, 1986. 553p.

SCRIVENER, K.L.; NONAT, A. **Hydration of cementitious materials, present and future**. Cement and Concrete Research, v. 41, p. 651-665, 2011.

SENÇO, W. **Manual de Técnicas de Pavimentação**, volume II. Editora Pini. Segunda Edição. São Paulo, SP, 2001.

SIDDIQUE, R., KLAUS, J., 2009. **Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete: a review**. Appl. Clay Sci. 43, 392–400. <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2008.11.007>.

SILVA, F. J.; MOTA, J. M. F.; GALVÃO, S. P. **Ação da pozolana metacaulim em matriz cimentícia**. In: Congresso Brasileiro do Concreto, 55. 2013, Gramado. Anais. Gramado: IBRACON, 2013.

SILVA, I. J. **Contribuição ao estudo dos concretos de elevado desempenho com adição de sílica ativa: propriedades mecânicas, durabilidade e características da microestrutura**. São Paulo, 2000. 266p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo.

SNELLINGS, R.; MERTENS, G.; ELSSEN, J. **Supplementary cementitious materials**. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, v. 74, p. 211-278, 2012.

SOBRINHO, J. F. C. **Pozolanas como material de construção: sua fabricação artificial em Urubupungá**. São Paulo: Centrais elétricas, 1970.

SOUZA, P. S. L. **Verificação do uso do metacaulim de alta reatividade nas propriedades mecânicas do concreto de alta resistência**. Porto Alegre, 2003. 171p. Tese de Doutorado. Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil.

SOUZA SANTOS, Pécisio de. **Ciência e tecnologia de argilas**. 2ª ed. v.2. São Paulo: Edgard Blücher, 1992, 461p.

SUN, S.; JIANHUA, W.; GUILIN, Z.; YOUNGJUN, L. Steel slag cement. In: **Mac Master Symposium Pretreatment and Reclamation of dust, sludge and scales in steel plants**. Canada, 1993.

TÜFEKÇI, M.; DEMIRBAS, A.; GENÇ, H. **Evaluation of steel slags as cement additives**. In. Cement and concrete research. v. 27, p. 1713-1717, 1997.

VIEIRA, F. P.; KULAKOWSKI, M. P.; DAL MOLIN, D. C.C.; VILELA, A. C. F. **Estudos de durabilidade em concretos e argamassas com adição de microssílica**. Disponível em: <<http://www.allquimica.com.br>>. Acesso em: 12 abr. 2007.

YOUNG, R. A.; LARSON, A. C.; PAIVA-SANTOS, C. O. **Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns**. Publicação do Atlanta: School of Physics, Georgia Institute of Technology, 1998.

WEERDT, K. **Hydration mechanisms of ternary Portland cements containing limestone powder and fly ash**. Cement and Concrete Research, v. 41, p. 279-291, 2011.

WU, C.S., LIU, D.Y., 2012. **Mineral phase and physical properties of red mud calcined at different temperatures**. J. Nanomater. 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/628592>

ZEGHICHI, L. **The effect of replacement of natural aggregates by slag products on the strength of concrete**. Asian Journal of Civil Engineering, v. 7, p. 27-35, 2006.

APÊNDICE – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Descrição da análise: Os dados foram analisados quando a sua normalidade por meio do teste de Shapiro-Wilk, e quanto a sua homocedasticidade por meio do teste de Levene, caso os dados apresentassem uma distribuição normal e homogeneidade das variâncias, estes foram comparados utilizando-se Anova de uma via com análise múltipla de Tukey, por haver mais de duas condições experimentais, e representação gráfica de barras representando a média com as barras de erros representando \pm o desvio padrão, caso contrário, os dados foram analisados utilizando-se Anova de Kruskal-Wallis com comparação múltipla de Simes-Hochberg, com representação gráfica de diagrama de caixas. Foram consideradas diferenças estatísticas quando $P < 0,05$.

1. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DAS ARGAMASSAS

1.1 Teste de hipótese para a compressão em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	230,0993624	76,69978746	29,67329155	7,80853E-06

Resíduos	12	31,01770654	2,584808879		
----------	----	-------------	-------------	--	--

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	9,92203125	6,546866675	13,29719583	7,94643E-06
A15-A0	8,33453125	4,959366675	11,70969583	4,67387E-05
A20-A0	5,10953125	1,734366675	8,484695825	0,003533052
A15-A10	-1,5875	-4,962664575	1,787664575	0,524661718
A20-A10	-4,8125	-8,187664575	-1,437335425	0,005520524
A20-A15	-3,225	-6,600164575	0,150164575	0,062739741

1.2 Teste de hipótese para a compressão em 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	610,5771	203,5257	50,54917	4,41E-07
Resíduos	12	48,3155	4,026292		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	13,08	8,867564	17,29244	4,47E-06

A15- A0	13,82	9,607564	18,03244	2,49E-06
A20- A0	15,475	11,26256	19,68744	7,33E-07
A15- A10	0,74	-3,47244	4,952436	0,952265
A20- A10	2,395	-1,81744	6,607436	0,37098
A20- A15	1,655	-2,55744	5,867436	0,657885

1.3 Teste de hipótese para a compressão comparação entre idades

Resultados	A0	A10	A15	A20
Estatística T	- 0,5287166	-5,06525	-8,88468	-7,72398
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,6159801	0,002299	0,000113	0,000247
Média de 28	26,28297	36,205	34,6175	31,3925
Média de 650	27,24	40,32	41,06	42,715
Desvio Padrão de 28	2,594421	1,356724	0,858191	1,015394
Desvio Padrão de 650	2,52485	0,894017	1,169074	2,750327
Desvio Padrão Agrupado	2,559872	1,148905	1,025482	2,07308
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 650	4	4	4	4

Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	-5,386193	-6,10287	-8,21682	-14,9094
Limite Superior	3,47213	-2,12713	-4,66818	-7,7356

2. MÓDULO DE ELASTICIDADE DAS ARGAMASSAS

2.1 Teste de hipótese para o módulo em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	32,85692869	10,95230956	1,990139745	0,169304475
Resíduos	12	66,03944025	5,503286688		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,12775	-4,79708636	5,05258636	0,999826413
A15-A0	-2,5035	-7,42833636	2,42133636	0,462184919
A20-A0	1,4625	-3,46233636	6,38733636	0,814299779
A15-A10	-2,63125	-7,55608636	2,29358636	0,421563153
A20-A10	1,33475	-3,59008636	6,25958636	0,851015413
A20-A15	3,966	-0,95883636	8,89083636	0,131919586

2.2 Teste de hipótese para o módulo em 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	34,1799	11,3933	1,990481	0,169253
Resíduos	12	68,68672	5,723893		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,130597	-4,89198	5,153173	0,999825
A15-A0	-2,5544	-7,57698	2,468175	0,461798
A20-A0	1,490248	-3,53233	6,512823	0,814675
A15-A10	-2,685	-7,70757	2,337578	0,421098
A20-A10	1,359651	-3,66292	6,382226	0,851442
A20-A15	4,044648	-0,97793	9,067224	0,131927

2.3 Teste de hipótese para o módulo comparação entre idades

Resultados	A0	A10	A15	A20

Estatística T	-	0,7123649	-1,18037	-0,44112	-0,56564
Graus de Liberdade	6	6	6	6	6
P-valor	0,502986	0,282525	0,674575	0,592145	0,592145
Média de 28	26,43025	26,558	23,92675	27,89275	27,89275
Média de 650	27,45789	27,58849	24,90349	28,94814	28,94814
Desvio Padrão de 28	2,020269	1,222758	3,099303	2,613587	2,613587
Desvio Padrão de 650	2,059752	1,246408	3,163094	2,663512	2,663512
Desvio Padrão Agrupado	2,040106	1,23464	3,131361	2,638668	2,638668
Tamanho de 28	4	4	4	4	4
Tamanho de 650	4	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	-4,557488	-3,16669	-6,39471	-5,62088	-5,62088
Limite Superior	2,502211	1,105723	4,441231	3,510111	3,510111

3. RESISTÊNCIA À TRAÇÃO DAS ARGAMASSAS

3.1 Teste de hipótese para a tração em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	4,048924731	1,349641577	1,261399051	0,331473728
Resíduos	12	12,8394729	1,069956075		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	-1,0855595	-3,257078883	1,085959883	0,475775752
A15-A0	-0,09042175	-2,261941133	2,081097633	0,999285113
A20-A0	0,226168	-1,945351383	2,397687383	0,989222515
A15-A10	0,99513775	-1,176381633	3,166657133	0,545102228
A20-A10	1,3117275	-0,859791883	3,483246883	0,322713789
A20-A15	0,31658975	-1,854929633	2,488109133	0,971653701

3.2 Teste de hipótese para a tração em 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,97565	0,325217	0,279904	0,838884
Resíduos	12	13,94265	1,161888		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	-0,0575	-2,32039	2,205387	0,999837
A15-A0	-0,58	-2,84289	1,682887	0,870297

A20- A0	0,0175	-2,24539	2,280387	0,999995
A15- A10	- 0,5225	-2,78539	1,740387	0,900637
A20- A10	0,075	-2,18789	2,337887	0,999639
A20- A15	0,5975	-1,66539	2,860387	0,860312

3.3 Teste de hipótese para a tração comparação entre idades

Resultados	A0	A10	A15	A20
Estatística T	-1,102302	-1,79932	-0,10867	-0,71341
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,312571	0,122068	0,91701	0,502385
Média de 28	9,362648	8,277089	9,272227	9,588816
Média de 650	9,9525	9,895	9,3725	9,97
Desvio Padrão de 28	0,4011758	1,404326	1,28252	0,708445
Desvio Padrão de 650	0,9921819	1,123373	1,327061	0,800042
Desvio Padrão Agrupado	0,7567585	1,271632	1,304981	0,755632
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 650	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%

Limite Inferior	-1,899217	-3,81813	-2,35819	-1,6886
Limite Superior	0,7195131	0,582303	2,15764	0,926233

4. ABSORÇÃO DE ÁGUA TOTAL DAS ARGAMASSAS

4.1 Teste de hipótese para a tração em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	6,042887847	2,014295949	1,718576467	0,216196798
Resíduos	12	14,06486813	1,172072344		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	-1,35996202	-3,632744878	0,912820837	0,330153678
A15-A0	-0,117944319	-2,390727177	2,154838539	0,998621673
A20-A0	-1,200103657	-3,472886515	1,0726792	0,431176584
A15-A10	1,242017701	-1,030765157	3,514800559	0,403142506
A20-A10	0,159858363	-2,112924495	2,432641221	0,996599786
A20-A15	-1,082159338	-3,354942196	1,19062352	0,514947751

4.2 Teste de hipótese para a tração em 91 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	10,1839	3,394634	28,2143	1,02E-05
Resíduos	12	1,443793	0,120316		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,008005	-0,72018	0,736191	0,999987
A15-A0	1,250022	0,521836	1,978209	0,001298
A20-A0	-1	-1,72819	-0,27181	0,007227
A15-A10	1,242018	0,513831	1,970204	0,001369
A20-A10	-1,008	-1,73619	-0,27982	0,006831
A20-A15	-2,25002	-2,97821	-1,52184	4,71E-06

4.3 Teste de hipótese para a absorção total entre idades

Resultados	A0	A10	A15	A20
Estatística T	2,206865	5,362987	13,8042	6,819937
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,06944248	0,001723	8,99E-06	0,000488
Média de 28	12,94148	11,58152	12,82354	11,74138
Média de 91	10,57352	10,58152	11,82354	9,573517
Desvio Padrão de 28	2,098739	0,263699	0,102448	0,451169
Desvio Padrão de 91	0,4479016	0,263699	0,102448	0,447902
Desvio Padrão Agrupado	1,517452	0,263699	0,102448	0,449538
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 91	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	-0,2575708	0,543741	0,822742	1,39006
Limite Superior	4,993504	1,456259	1,177258	2,945666

5. ABSORÇÃO DE ÁGUA CAPILAR DAS ARGAMASSAS

5.1 Absorção de água por capilaridade ao longo do tempo na idade de 28 dias

Quadro da Anova (3 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	1,673500105	0,557833368	0,654438592	0,595418422

Resíduos	12	10,22861504	0,852384587		
----------	----	-------------	-------------	--	--

Comparações Múltiplas (3 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,369239468	-1,568960266	2,307439202	0,940405168
A15-A0	0,761397248	-1,176802487	2,699596982	0,657966033
A20-A0	-0,036923947	-1,975123681	1,901275788	0,999931151
A15-A10	0,39215778	-1,546041955	2,330357514	0,929885213
A20-A10	-0,406163415	-2,344363149	1,53203632	0,922994135
A20-A15	-0,798321195	-2,736520929	1,13987854	0,625003087

Quadro da Anova (6 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	14,64639	4,882131	1,094413	0,389062
Resíduos	12	53,5315	4,460958		

Comparações Múltiplas (6 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,702828	-3,73116	5,136819	0,964128

A15- A0	2,4408	-1,99319	6,874791	0,397199
A20- A0	0,22791	-4,20608	4,661901	0,99866
A15- A10	1,737972	-2,69602	6,171963	0,65947
A20- A10	-0,47492	-4,90891	3,959073	0,988308
A20- A15	-2,21289	-6,64688	2,221101	0,477129

Quadro da Anova (24 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	10,93627	3,645424	1,039642	0,410187
Resíduos	12	42,07707	3,506422		

Comparações Múltiplas (24 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10- A0	1,440034	-2,49105	5,371123	0,703338
A15- A0	2,192518	-1,73857	6,123607	0,386537

A20- A0	0,631527	-3,29956	4,562616	0,962756
A15- A10	0,752485	-3,1786	4,683573	0,939627
A20- A10	-0,80851	-4,7396	3,122582	0,926744
A20- A15	-1,56099	-5,49208	2,370097	0,650624

Quadro da Anova (48 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	13,35357	4,451191	0,975131	0,43661
Resíduos	12	54,77651	4,56471		

Comparações Múltiplas (48 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10- A0	1,628473	-2,85678	6,11373	0,708823
A15- A0	2,231989	-2,25327	6,717246	0,479479
A20- A0	0,339955	-4,1453	4,825212	0,995759

A15- A10	0,603516	-3,88174	5,088772	0,977432
A20- A10	-1,28852	-5,77378	3,196738	0,828389
A20- A15	-1,89203	-6,37729	2,593223	0,607768

Quadro da Anova (72 horas)

	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	14,85697	4,952322	1,031695	0,413351
Resíduos	12	57,60218	4,800182		

Comparações Múltiplas (72 horas)

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10- A0	1,785082	-2,81441	6,384571	0,666123
A15- A0	2,365679	-2,23381	6,965168	0,452636
A20- A0	0,435448	-4,16404	5,034937	0,991843
A15- A10	0,580597	-4,01889	5,180086	0,981204

A20- A10	-1,34963	-5,94912	3,249855	0,819489
A20- A15	-1,93023	-6,52972	2,669258	0,611531

5.2 Absorção de água por capilaridade ao longo do tempo na idade de 91 dias

Quadro da Anova (3 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	6,889936676	2,296645559	2,264206358	0,133286194
Resíduos	12	12,17192356	1,014326963		

Comparações Múltiplas (3 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,73680013	-1,377515015	2,851115276	0,733206192
A15-A0	0,075988807	-2,038326339	2,190303953	0,999539488
A20-A0	-1,092421156	-3,206736302	1,02189399	0,448928461
A15-A10	-0,660811324	-2,77512647	1,453503822	0,790783839
A20-A10	-1,829221287	-3,943536432	0,285093859	0,09862521
A20-A15	-1,168409963	-3,282725109	0,945905183	0,394034497

Quadro da Anova (6 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	11,50831	3,836103	3,278843	0,058629
Resíduos	12	14,03948	1,169957		

Comparações Múltiplas (6 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	1,345409	-0,92532	3,616139	0,337945
A15-A0	0,499978	-1,77075	2,770708	0,912232
A20-A0	-0,9982	-3,26893	1,272529	0,57708
A15-A10	-0,84543	-3,11616	1,425299	0,693159
A20-A10	-2,34361	-4,61434	-0,07288	0,042396
A20-A15	-1,49818	-3,76891	0,772552	0,256019

Quadro da Anova (24 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	17,45452	5,818174	4,745594	0,020911

Resíduos	12	14,71219	1,226016		
----------	----	----------	----------	--	--

Comparações Múltiplas (24 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	2,23795	-0,08655	4,562445	0,060468
A15-A0	1,491831	-0,83266	3,816327	0,276331
A20-A0	-0,29155	-2,61605	2,032942	0,981546
A15-A10	-0,74612	-3,07061	1,578377	0,777645
A20-A10	-2,5295	-4,854	-0,20501	0,03172
A20-A15	-1,78338	-4,10788	0,541111	0,15799

Quadro da Anova (48 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	26,5403	8,846767	8,340259	0,00289
Resíduos	12	12,72877	1,06073		

Comparações Múltiplas (48 horas)				
----------------------------------	--	--	--	--

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	2,773983	0,611846	4,936121	0,011522
A15-A0	1,664992	-0,49715	3,827129	0,155893
A20-A0	-0,43034	-2,59247	1,731801	0,932914
A15-A10	-1,10899	-3,27113	1,053146	0,454891
A20-A10	-3,20432	-5,36646	-1,04218	0,004149
A20-A15	-2,09533	-4,25747	0,066809	0,058551

Quadro da Anova (72 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	35,88191	11,96064	10,93999	0,000948
Resíduos	12	13,11953	1,093294		

Comparações Múltiplas (72 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor

A10-A0	3,27182	1,076745	5,466895	0,003974
A15-A0	2,055876	-0,1392	4,250951	0,069048
A20-A0	-0,3845	-2,57957	1,810575	0,952643
A15-A10	-1,21594	-3,41102	0,979131	0,392089
A20-A10	-3,65632	-5,85139	-1,46125	0,001663
A20-A15	-2,44038	-4,63545	-0,2453	0,028069

6. RETRAÇÃO DAS ARGAMASSAS

6.1 Retração na idade de 1 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	1,01617E-06	3,38722E-07	0,052346552	0,983069068
Resíduos	8	5,17661E-05	6,47076E-06		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,000315744	-0,006335473	0,006966961	0,998640222

A15-A0	0,000617257	-0,00603396	0,007268475	0,990172588
A20-A0	0,0007555	-0,005895717	0,007406718	0,982374907
A15-A10	0,000301513	-0,006349704	0,006952731	0,998814678
A20-A10	0,000439756	-0,006211461	0,007090974	0,996366948
A20-A15	0,000138243	-0,006512975	0,00678946	0,999884772

6. 2 Retração na idade de 7 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	4,06E-06	1,35E-06	0,034876	0,990596
Resíduos	8	0,000311	3,88E-05		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,000631	-0,01566	0,016925	0,999258
A15-A0	0,001234	-0,01506	0,017527	0,994575
A20-A0	0,001511	-0,01478	0,017804	0,9902
A15-A10	0,000603	-0,01569	0,016896	0,999353
A20-A10	0,000879	-0,01541	0,017173	0,998009
A20-A15	0,000276	-0,01602	0,01657	0,999937

6.3 Retração na idade de 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	7,78E-06	2,59E-06	3,593768	0,06569
Resíduos	8	5,77E-06	7,21E-07		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
A10-A0	0,000873	-0,00135	0,003094	0,610249
A15-A0	0,001708	-0,00051	0,003928	0,141618
A20-A0	0,00209	-0,00013	0,004311	0,065218
A15-A10	0,000834	-0,00139	0,003055	0,642047
A20-A10	0,001217	-0,001	0,003437	0,359036
A20-A15	0,000382	-0,00184	0,002603	0,943549

7. RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DO CONCRETO

7.1 Teste de hipótese para resistência à compressão em 28 dias

H0: A substituição do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado não alterou a resistência à compressão para a idade de 28 dias.

H1: A substituição do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado alterou a resistência à compressão para a idade de 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	415,0997038	138,3665679	30,00508041	7,37E-06
Resíduos	12	55,33725598	4,611437998		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,464151447	-4,044004415	4,97230731	0,989578415
C15-C0	8,111332827	3,603176965	12,61948869	0,00087357
C20-C0	11,97103162	7,462875753	16,47918748	2,25999E-05
C15-C10	7,64718138	3,139025518	12,15533724	0,001432272
C20-C10	11,50688017	6,998724306	16,01503603	3,36397E-05
C20-C15	3,859698788	-0,648457074	8,367854651	0,103088218

7.2 Teste de hipótese para resistência à compressão em 650 dias

H0: A substituição do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado não alterou a resistência à compressão para a idade de 650 dias.

H1: A substituição do cimento Portland por resíduo do caulim calcinado alterou a resistência à compressão para a idade de 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
.	.				

Fator	3	872,9082688	290,9694229	46,258299	7,19481E-07
Resíduos	12	75,481225	6,290102083		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	10,5975	5,332364133	15,86263587	0,000325337
C15-C0	12,17	6,904864133	17,43513587	8,90996E-05
C20-C0	20,785	15,51986413	26,05013587	3,31838E-07
C15-C10	1,5725	-3,692635867	6,837635867	0,811785231
C20-C10	10,1875	4,922364133	15,45263587	0,000463646
C20-C15	8,615	3,349864133	13,88013587	0,001921102

7.3 Teste de hipótese para resistência à compressão comparação entre idades (28 dias e 650 dias)

Resultados	C0	C10	C15	C20
Estatística T	-0,5785046	-6,74201	-8,28702	-4,51272
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,5839694	0,000519	0,000167	0,004049
Média de 28	65,2714	65,73555	73,38273	77,24243
Média de 650	66,2825	76,88	78,4525	87,0675
Desvio Padrão de 28	1,456413	2,940737	0,930144	2,609887

Desvio Padrão de 650	3,177708	1,510475	0,794916	3,485564
Desvio Padrão Agrupado	2,471737	2,337677	0,865176	3,079015
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 650	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	-5,287768	-15,1892	-6,56672	-15,1525
Limite Superior	3,265568	-7,09973	-3,57282	-4,49767

8. MÓDULO DE ELASTICIDADE DO CONCRETO

8.1 Teste de hipótese para o módulo em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	18,19096038	6,063653461	29,68786057	7,78849E-06
Resíduos	12	2,450962789	0,204246899		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,096993227	-0,851771372	1,045757826	0,98979146
C15-C0	1,719640125	0,770875526	2,668404724	0,000820418
C20-C0	2,496301793	1,547537194	3,445066392	2,48014E-05
C15-C10	1,622646898	0,673882299	2,571411497	0,001338415

C20-C10	2,399308566	1,450543967	3,348073165	3,69041E-05
C20-C15	0,776661668	-0,172102931	1,725426267	0,123755915

8.2 Teste de hipótese para o módulo em 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	6,55648	2,185493	3,617845	0,045505
Resíduos	12	7,249046	0,604087		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,56775	-1,06391	2,199413	0,734073
C15-C0	1,19525	-0,43641	2,826913	0,18547
C20-C0	1,69775	0,066087	3,329413	0,040598
C15-C10	0,6275	-1,00416	2,259163	0,672189
C20-C10	1,13	-0,50166	2,761663	0,22199
C20-C15	0,5025	-1,12916	2,134163	0,797791

8.3 Teste de hipótese para o módulo comparação entre idades (28 dias e 650 dias)

Resultados	C0	C10	C15	C20

Estatística T	-	0,004944666	-1,01701	1,120255	2,154239
Graus de Liberdade	6	6	6	6	6
P-valor	0,996215	0,34839	0,305433	0,074668	
Média de 28	51,11484	51,21183	52,83448	53,61114	
Média de 650	51,11725	51,685	52,3125	52,815	
Desvio Padrão de 28	0,3192034	0,639125	0,19077	0,51983	
Desvio Padrão de 650	0,9224191	0,676289	0,912154	0,525452	
Desvio Padrão Agrupado	0,6901984	0,657969	0,658945	0,522649	
Tamanho de 28	4	4	4	4	
Tamanho de 650	4	4	4	4	
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0	
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%	
Limite Inferior	-1,196614	-1,61161	-0,61815	-0,10816	
Limite Superior	1,191787	0,665267	1,662103	1,70044	

9. RESISTÊNCIA À TRAÇÃO POR COMPRESSÃO DIAMETRAL DOS CONCRETOS

9.1 Teste de hipótese para a tração em 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,970390587	0,323463529	29,83272008	7,59237E-06

Resíduos	12	0,13011091	0,010842576		
----------	----	------------	-------------	--	--

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,02242082	-0,196177575	0,241019216	0,989693595
C15-C0	0,395132465	0,17653407	0,61373086	0,000839799
C20-C0	0,577487526	0,358889131	0,796085921	2,38085E-05
C15-C10	0,372711645	0,154113249	0,59131004	0,001373013
C20-C10	0,555066706	0,33646831	0,773665101	3,54342E-05
C20-C15	0,182355061	-0,036243334	0,400953456	0,114756894

9.2 Teste de hipótese para a tração em 650 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,457925	0,152642	5,516338	0,012925
Resíduos	12	0,33205	0,027671		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,085	-0,26421	0,434214	0,886195

C15- C0	0,3625	0,013286	0,711714	0,041116
C20- C0	0,3875	0,038286	0,736714	0,02838
C15- C10	0,2775	-0,07171	0,626714	0,138808
C20- C10	0,3025	-0,04671	0,651714	0,098106
C20- C15	0,025	-0,32421	0,374214	0,996417

9.3 Teste de hipótese para a tração comparação entre idades

Resultados	C0	C10	C15	C20
Estatística T	-0,9918175	-1,25819	-0,31051	0,903449
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,3595844	0,255069	0,766677	0,401103
Média de 28	5,094719	5,11714	5,489852	5,672207
Média de 650	5,1475	5,2325	5,51	5,535
Desvio Padrão de 28	0,07236084	0,145377	0,044438	0,122576
Desvio Padrão de 650	0,07804913	0,111766	0,121929	0,277909
Desvio Padrão Agrupado	0,07525875	0,129665	0,091764	0,214777
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 650	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0

Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	-0,1829953	-0,33971	-0,17892	-0,23441
Limite Superior	0,07743426	0,108991	0,138625	0,50882

10. ABSORÇÃO TOTAL DE ÁGUA DOS CONCRETOS

10.1 Absorção total de água na idade de 28 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	29,9434142	9,981138066	56,12901061	2,46807E-07
Resíduos	12	2,133899306	0,177824942		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	-0,265698559	-1,150971263	0,619574146	0,809600214
C15-C0	-3,011417058	-3,896689763	-2,126144354	1,68976E-06
C20-C0	-2,695058804	-3,580331508	-1,809786099	5,51048E-06
C15-C10	-2,745718499	-3,630991204	-1,860445795	4,52847E-06
C20-C10	-2,429360245	-3,314632949	-1,54408754	1,61734E-05
C20-C15	0,316358255	-0,56891445	1,201630959	0,718429095

10.2 Absorção total de água na idade de 91 dias

Quadro da Anova					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	18,77447	6,258158	4,782368	0,020419
Resíduos	12	15,70308	1,30859		

Comparações Múltiplas				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,690557	-1,71094	3,092057	0,827997
C15-C0	-1,74404	-4,14554	0,65746	0,190875
C20-C0	-1,78644	-4,18794	0,615061	0,176063
C15-C10	-2,4346	-4,8361	-0,0331	0,046586
C20-C10	-2,477	-4,8785	-0,0755	0,04254
C20-C15	-0,0424	-2,4439	2,3591	0,999945

10.3 Teste de hipótese para a absorção de água comparação entre idades

Resultados	C0	C10	C15	C20
------------	----	-----	-----	-----

Estatística T	3,161236	2,593185	2,003843	3,091123
Graus de Liberdade	6	6	6	6
P-valor	0,0195344	0,041036	0,091936	0,021357
Média de 28	8,733447	8,467749	5,72203	6,038389
Média de 91	6,306915	6,997473	4,562876	4,520476
Desvio Padrão de 28	0,5454651	0,49897	0,198082	0,354345
Desvio Padrão de 91	1,435006	1,018273	1,139848	0,915959
Desvio Padrão Agrupado	1,085536	0,801827	0,818074	0,694457
Tamanho de 28	4	4	4	4
Tamanho de 91	4	4	4	4
Hipótese Alternativa Diferente de	0	0	0	0
Nível de Confiança	95%	95%	95%	95%
Limite Inferior	0,5483078	0,082934	-0,2563	0,316343
Limite Superior	4,304756	2,857619	2,574609	2,719481

11. ABSORÇÃO CAPILAR DOS CONCRETOS

11.1 Absorção de água por capilaridade ao longo do tempo na idade de 28 dias

Quadro da Anova (3 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,019905232	0,006635077	9,797768442	0,001508725
Resíduos	12	0,008126435	0,000677203		

Comparações Múltiplas (3 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	0,010796178	-0,043834947	0,065427304	0,934189817
C15-C0	0,029904459	-0,024726667	0,084535584	0,401779732
C20-C0	-0,064044586	-0,118675712	-0,00941346	0,020484406
C15-C10	0,01910828	-0,035522845	0,073739406	0,731073998
C20-C10	-0,074840764	-0,12947189	-0,020209639	0,007352843
C20-C15	-0,093949045	-0,14858017	-0,039317919	0,001278762

Quadro da Anova (6 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,033196	0,011065	16,4111	0,000152
Resíduos	12	0,008091	0,000674		

Comparações Múltiplas (6 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	-0,00061	-0,05512	0,053907	0,999986
C15-C0	0,016497	-0,03802	0,071009	0,80587

C20- C0	-0,09869	-0,15321	-0,04418	0,000828
C15- C10	0,017102	-0,03741	0,071614	0,788956
C20- C10	-0,09809	-0,1526	-0,04358	0,000873
C20- C15	-0,11519	-0,1697	-0,06068	0,000208

Quadro da Anova (24 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,083285	0,027762	14,18659	0,000299
Resíduos	12	0,023483	0,001957		

Comparações Múltiplas (24 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10- C0	-0,0021	-0,09497	0,090766	0,999885
C15- C0	- 0,03933	-0,1322	0,053537	0,604852
C20- C0	- 0,17646	-0,26933	-0,0836	0,000544

C15- C10	- 0,03723	-0,1301	0,055639	0,644061
C20- C10	- 0,17436	-0,26723	-0,0815	0,000605
C20- C15	- 0,13713	-0,23	-0,04427	0,004264

Quadro da Anova (48 horas)

	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	1,45348	0,484493	44,48146	8,92E-07
Resíduos	12	0,130704	0,010892		

Comparações Múltiplas (48 horas)

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10- C0	0,01207	-0,20703	0,231166	0,998353
C15- C0	0,596752	0,377655	0,815848	1,75E-05
C20- C0	-0,21446	-0,43355	0,004638	0,055717
C15- C10	0,584682	0,365585	0,803778	2,15E-05

C20- C10	-0,22653	-0,44563	-0,00743	0,041999
C20- C15	-0,81121	-1,03031	-0,59211	6,73E-07

Quadro da Anova (72 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	2,106997	0,702332	17,44121	0,000113
Resíduos	12	0,483223	0,040269		

Comparações Múltiplas (72 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10- C0	0,025032	-0,39624	0,446305	0,997938
C15- C0	0,735064	0,313791	1,156337	0,001133
C20- C0	-0,23433	-0,6556	0,186942	0,388715
C15- C10	0,710032	0,288759	1,131305	0,00151
C20- C10	-0,25936	-0,68064	0,16191	0,307901

C20- C15	-0,96939	-1,39067	-0,54812	9,3E-05
-------------	----------	----------	----------	---------

11.2 Absorção de água por capilaridade ao longo do tempo na idade de 91 dias

Quadro da Anova (3 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,005733851	0,001911284	2,04934362	0,160674704
Resíduos	12	0,011191586	0,000932632		

Comparações Múltiplas (3 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	-0,012611465	-0,076722964	0,051500034	0,935002343
C15-C0	-0,025191083	-0,089302581	0,038920416	0,657812861
C20-C0	-0,051178344	-0,115289843	0,012933155	0,136428862
C15-C10	-0,012579618	-0,076691116	0,051531881	0,93544445
C20-C10	-0,038566879	-0,102678378	0,02554462	0,325968222
C20-C15	-0,025987261	-0,09009876	0,038124237	0,636339769

Quadro da Anova (6 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,015747	0,005249	7,747014	0,003845
Resíduos	12	0,008131	0,000678		

Comparações Múltiplas (6 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	-0,01637	-0,07102	0,038277	0,810461
C15-C0	0,005605	-0,04904	0,060251	0,989692
C20-C0	-0,0736	-0,12824	-0,01895	0,008282
C15-C10	0,021975	-0,03267	0,076621	0,641914
C20-C10	-0,05723	-0,11188	-0,00258	0,039203
C20-C15	-0,0792	-0,13385	-0,02456	0,004896

Quadro da Anova (24 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,083647	0,027882	9,433847	0,001763
Resíduos	12	0,035467	0,002956		

Comparações Múltiplas (24 horas)				

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10-C0	-0,03414	-0,14827	0,07999	0,811087
C15-C0	0,066178	-0,04795	0,180309	0,355153
C20-C0	-0,13404	-0,24817	-0,01991	0,020253
C15-C10	0,100318	-0,01381	0,214449	0,092116
C20-C10	-0,0999	-0,21403	0,014226	0,093785
C20-C15	-0,20022	-0,31435	-0,08609	0,001082

Quadro da Anova (48 horas)					
	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,194225	0,064742	13,33088	0,000397
Resíduos	12	0,058278	0,004857		

Comparações Múltiplas (48 horas)				
Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor

C10- C0	-0,05385	-0,20015	0,092446	0,700315
C15- C0	0,088057	-0,05824	0,234357	0,325527
C20- C0	-0,21455	-0,36085	-0,06825	0,004488
C15- C10	0,141911	-0,00439	0,28821	0,058283
C20- C10	-0,1607	-0,307	-0,0144	0,030079
C20- C15	-0,30261	-0,44891	-0,15631	0,000254

Quadro da Anova (72 horas)

	G.L.	Soma.de.Quadrados	Quadrado.Médio	Estat..F	P.valor
Fator	3	0,283246	0,094415	13,34377	0,000395
Resíduos	12	0,084907	0,007076		

Comparações Múltiplas (72 horas)

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C10- C0	-0,09645	-0,27304	0,080139	0,403582

C15-C0	0,100382	-0,07621	0,276971	0,371125
C20-C0	-0,26057	-0,43716	-0,08398	0,004286
C15-C10	0,196831	0,020243	0,37342	0,027652
C20-C10	-0,16412	-0,34071	0,012464	0,071591
C20-C15	-0,36096	-0,53754	-0,18437	0,000283