

**UNIVERSIDADE DO VALE DO RIO DOS SINOS - UNISINOS  
UNIDADE ACADÊMICA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL  
NÍVEL MESTRADO**

**JÉSSICA FRÖHLICH**

**USO DE RESÍDUO CERÂMICO EM CIMENTOS TERNÁRIOS TIPO LC<sup>3</sup>: ESTUDO  
DOS PRODUTOS DA HIDRATAÇÃO**

**São Leopoldo**

**2019**

JÉSSICA FRÖHLICH

USO DE RESÍDUO CERÂMICO EM CIMENTOS TERNÁRIOS TIPO LC<sup>3</sup>: ESTUDO DOS  
PRODUTOS DA HIDRATAÇÃO

Dissertação apresentada como requisito parcial  
para obtenção do título de Mestre em  
Engenharia Civil, pelo Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia Civil da  
Universidade do Vale do Rio dos Sinos -  
UNISINOS

Orientador(a): Prof.(a). Dra. Marlova Piva Kulakowski

Co-orientador(a): Feliciane Andrade Brehm

São Leopoldo

2019



JÉSSICA FRÖHLICH

USO DE RESÍDUO CERÂMICO EM CIMENTOS TERNÁRIOS TIPO LC<sup>3</sup>: ESTUDO DOS  
PRODUTOS DA HIDRATAÇÃO

Dissertação apresentada como requisito parcial  
para a obtenção do título de Mestre em  
Engenharia Civil, pelo Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia Civil da  
Universidade do Vale do Rio dos Sinos -  
UNISINOS

Aprovado em 23 de Julho de 2019.

BANCA EXAMINADORA

---

Componente da Banca Examinadora – Instituição a que pertence

---

Componente da Banca Examinadora – Instituição a que pertence

---

Componente da Banca Examinadora – Instituição a que pertence

Aos meus pais, Marlene e Aloysio.

A minha filha, Tessa

Ao meu esposo, Carlos.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, aquele que é meu porto seguro e sempre se faz presente nos momentos felizes e difíceis, sem ele não poderia ter chegado tão longe.

Ao meu esposo Carlos, pela paciência e apoio durante essa caminhada. Em especial a minha filha, Tessa, que participou de todo o programa experimental, sendo minha parceira desde tão pequenina.

À professora Prof.<sup>a</sup> Dra. Marlova Piva Kulakowski, pela orientação, conhecimentos compartilhados e por acreditar em mim desde o início da minha jornada na pesquisa científica, a minha imensa gratidão.

À professora Prof.<sup>a</sup> Dra. Feliciane Andrade Brehm, por ter aceitado o convite de coorientação e pelo apoio no desenvolvimento da pesquisa.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação pelos conhecimentos compartilhados, pela seriedade e profissionalismo. Ao professor Atílio Grondona pelo auxílio na análise estatística deste trabalho.

As minhas bolsistas Nadini Oliveira e Marina Schuch. A elas agradeço pelo auxílio na execução do programa experimental e o cuidado dedicado à minha pesquisa.

Ao pessoal do Laboratório de Materiais de Construção Civil – LMC, Ingrid, David Camacho, Júlio Cesar, André, Jerônimo e Igor pela troca de ideias, pelos momentos de descontração e pelo apoio na realização dos ensaios no laboratório.

Às laboratoristas do Laboratório de Valorização e Caracterização de Materiais LCVMat, Alini Diehl e Emanuele Araújo, pela atenção, apoio técnico e a paciência das intermináveis análises realizadas.

Ao pessoal do Laboratório de Análises Ambientais, em especial a Jalir Rabello, pelo apoio técnico e o carinho.

Ao pessoal do Laboratório de Processos de Fabricação, pela concessão do espaço e equipamentos para a retificação dos corpos de prova.

À Michele Goulart, laboratorista do Instituto Micropaleontologia da Unisinos (itt FOSSIL). Agradeço pela sua predisposição, paciência, dedicação nas análises realizadas e pelos ensinamentos compartilhados.

Aos meus colegas Luis Staudt e Guilherme Manfredini, pelas risadas, troca de conhecimentos, angústias e apoio emocional nas horas difíceis. A eles tenho um imenso carinho e agradecimento.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão da bolsa de estudo.

Por fim, agradeço a todos que de alguma forma contribuíram nesta pesquisa, muito obrigada!

“O futuro pertence àqueles que acreditam na beleza de seus sonhos” (desconhecido).



## RESUMO

A substituição parcial de cimento Portland por materiais cimentícios suplementares (MCS) vem se mostrando eficiente para a produção de cimentos de menor impacto ambiental. Esse trabalho propõe utilizar o resíduo de cerâmica vermelha (RCV) como argila calcinada na produção de cimento ternário tipo LC<sup>3</sup>. O objetivo desse trabalho é estudar a formação dos produtos de hidratação entre os três constituintes principais do cimento LC<sup>3</sup>, cimento Portland, argila calcinada e calcário, nas reações de hidratação. Em um primeiro momento foram realizadas as caracterizações físicas, químicas, mineralógicas dos materiais que compõem o cimento LC<sup>3</sup>. Foram realizadas as análises de atividade pozolânica das argilas calcinadas pelos métodos de Fratini, análise térmica, IAP e Chapelle modificado. Os cimentos ternários foram produzidos e analisados quanto a resistência à compressão e a formação de produtos hidratados, por análise térmica e difração de raios X. Os resultados de caracterização química e mineralógica das argilas calcinadas mostrou que elas possuem fase amorfa na sua composição. A caracterização física mostrou que todos os MCS apresentam curvas de distribuição adequada para serem utilizados como adição mineral em cimento. O resíduo cerâmico apresentou atividade pozolânica em todas análises e, embora seja inferior à atividade pozolânica do metacaulim, indicam que o RCV possui potencial a ser utilizado como material pozolânico. Em relação à produção de pastas de cimento LC<sup>3</sup>, os resultados de análise térmica e difração de raios X mostraram que os produtos de hidratação das pastas de cimento LC<sup>3</sup> com RCV são similares aos produtos da pasta com MC. Observou-se a presença de etringita, hemi e monocarboaluminato, hidróxido de cálcio, e hidrogenadas. Os cimentos produzidos com metacaulim levaram o maior consumo de portlandita dentre os cimentos estudados. O calcário mostrou ser mais reativo com o metacaulim do que com o RCV. Em relação ao desempenho mecânico, observou-se mais uma vez que o cimento produzido com metacaulim e calcário resultou no maior resistência mecânica, inclusive superando o cimento CP V. Destaca-se que o cimento produzido com resíduo cerâmico e material carbonático igualou a resistência à compressão do cimento CP V. Diante do estudo realizado, é possível afirmar que o resíduo cerâmico possui potencial a ser utilizado como MCS na produção de cimento ternários comerciais, e assim contribuir para a diminuição da pegada ambiental.

**Palavras-chave:** cimentos ternários; materiais cimentícios suplementares; resíduo de cerâmica vermelha; pegada ambiental.

## ABSTRACT

The partial replacement of Portland cement by supplementary cementitious materials (SCM) has been shown to be efficient to produce environmentally friendly cements. This study aims to use red ceramic waste (RCW) as calcined clay, instead of metakaolin, in the production of ternary cement as LC<sup>3</sup>. The objective of this work is to study the hydration products of LC<sup>3</sup> cement containing Portland cement, calcined clay and limestone. At first, the physical, chemical and mineral characterization of the materials that make up the LC<sup>3</sup> cement were carried out. Pozzolanic activity analyzes of the calcined clays were analyzed by Frattini, thermal analysis, SAI and modified Chapelle methods. Ternary cements were produced and analyzed for compressive strength and hydrated product formation by thermal analysis and X-ray diffraction. The results of chemical and mineralogical characterization of calcined clays showed that they have amorphous phase in their composition. The physical characterization shown in all SCM shows particle size suitable for use as mineral addition in cement. The ceramic waste presented pozzolanic activity in all types of analyzes. Although its performance was inferior than metakaolin, the results of pozzolanic activity show that RCW has potential to be used as pozzolanic material in cements. In relation to LC<sup>3</sup> cement pastes production, thermal analysis and X-ray diffraction results showed that LC<sup>3</sup> cement hydration products with RCW are like MK paste. It was possible to identify the presence of ettringite, hemi and monocarboaluminate, calcium hydroxide and hydrogens. Cements produced with metakaolin resulted in the highest consumption of portlandite among the cements studied. The limestone proved to be more reactive with metakaolin than with RCW. Regarding to the mechanical performance, once again LC<sup>3</sup> pastes with metakaolin and limestone resulted in the greatest mechanical strength, even surpassing CP V cement. It is noteworthy that cement produced with ceramic waste and limestone equal the compressive strength of the cement CP V. After all, it is possible to state that RCW can be used as MCS in the production of commercial ternary cements, thus contributing to an environmental impact.

**Key-words:** ternary cements; supplementary cementitious materials; red ceramic waste; environmental footprint.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Composição do cimento LC <sup>3</sup> .....	24
Figura 2 – Estrutura cristalina típica dos argilominerais (a) ilita (b) montmorilonita e (c) caulinita. ....	30
Figura 3 - Análise Térmica Diferencial (DTA) de argilas.....	31
Figura 4 – Transformações químicas e físicas durante o aquecimento do caulim. ....	32
Figura 5 – Fluxograma do sistema produtivo genérico da cerâmica vermelha da indústria brasileira. ....	37
Figura 6 – Estrutura cristalina da etringita. ....	49
Figura 7 – Estrutura cristalina da fase AFm. ....	50
Figura 8 – Estrutura cristalina do monossulfato, hemicarbonato e monocarbonato. ....	51
Figura 9 – Curva DTG de pastas de cimento com 50% de resíduo cerâmico ao longo do tempo .....	61
Figura 10 – Análise das curvas DTG em pastas de cimento em a) 1 dia, b) 2 dias e c) 180 dias. ....	62
Figura 11 – Análise térmica a) das pastas de cimento LC <sup>3</sup> , DC <sup>3</sup> e QC <sup>3</sup> aos 28 dias (Kirshnan e Bishnoi, 2018) e b) pastas de cimento B15, B30, B45 e B60 aos 90 dias (Antoni et al., 2012). ....	63
Figura 12 – Evolução do teor de Ca(OH) <sub>2</sub> normalizado para o teor de cimento Portland na pasta.....	64
Figura 13 – Comparação de difratogramas de pastas hidratadas contendo diferentes teores de resíduo cerâmico aos 7 dias.....	67
Figura 14 – Comparação de difratogramas de raios X ao longo da idade de pastas hidratadas contendo calcita .....	67
Figura 15 – Comparação de difratograma de raios X das pastas de cimento OPC, MK30, LS15 e MK-B45 ao longo da idade .....	68
Figura 16 – Fluxograma esquemático do programa experimental .....	71
Figura 17 – Esquema de produção de pastas para análise térmica.....	74
Figura 18 – a) Confeção das pastas em mixer e b) medição da consistência .....	80
Figura 19 – a) Moldes de PVC, b) adensamento e c) armazenamento dos corpos de prova....	81
Figura 20 – Esquema de determinação da perda de massa pelo método da integral.....	84
Figura 21 – a) Curva e b) Histograma de distribuição granulométrica .....	96

Figura 22 – Imagem MEV a) resíduo de cerâmica vermelha (aumento de 10.000 x) e b) Pó de quartzo (aumento de 10.000 x).....	97
Figura 23 – Difratoograma do resíduo cerâmico.....	97
Figura 24 – Difratoograma do metacaulim.....	98
Figura 25 – Difratoograma do pó de quartzo .....	99
Figura 26 – Difratoograma do calcário.....	100
Figura 27 – Resultados de Fratini nas amostras dos MCS aos 7, 28 e 91 dias.....	101
Figura 28 - Consumo de $\text{Ca(OH)}_2$ ao longo do tempo .....	102
Figura 29 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 7 dias.....	103
Figura 30 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 28 dias.....	104
Figura 31 - Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 91 dias .....	105
Figura 32 – Teor de $\text{Ca(OH)}_2$ presente na pasta ao longo do tempo.....	107
Figura 33 – Resistência à compressão de pastas ao longo da idade.....	108
Figura 34 – IAP-P em relação a pasta padrão cimento CP V.....	109
Figura 35 – IAP-P em relação a pasta PQ .....	110
Figura 36 - Teor de hidróxido de cálcio fixado pela atividade pozolânica .....	111
Figura 37 – Correlação entre resistência à compressão e fac .....	112
Figura 38 - Curvas TG/DTG das pastas de cimento $\text{LC}^3$ a 1 dia.....	113
Figura 39 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento $\text{LC}^3$ aos 7 dias.....	114
Figura 40 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento $\text{LC}^3$ aos 28 dias.....	115
Figura 41 – Teor de $\text{Ca(OH)}_2$ nas pastas de cimento $\text{LC}^3$ ao longo do tempo .....	117
Figura 42 – Teor de $\text{CaCO}_3$ nas pastas de cimento $\text{LC}^3$ ao longo do tempo .....	118
Figura 43 - Difratoogramas de raios X dos cimentos referência e cimentos ternários com RCV ao longo do tempo .....	119
Figura 44 – Difratoogramas de raios X dos cimentos referência e cimentos ternários com MC ao longo do tempo .....	122
Figura 45 – Resultados de resistência à compressão dos cimentos ao longo da idade.....	124
Figura 46 – Relação entre resistência à compressão, a/c e a) CH remanescente e b) $\text{CaCO}_3$ remanescente .....	127
Figura 47 – Correlação entre a resistência à compressão e a fração de água combinada .....	129
Figura 48 – Processo de moagem a) Britador de mandíbulas, b) Moinho de Rolos e c) Moinho de Bolas de Alumina. ....	146
Figura 49 - a) Curva de distribuição granulométrica e b) histograma da distribuição granulométrica do metacaulim original e beneficiado .....	147

Figura 50 – a) Curva de distribuição granulométrica e b) histograma da distribuição granulométrica do calcário original e beneficiado .....	148
Figura 51 – Curvas TG/DTG do cimento CPV anidro.....	149
Figura 52 - Curva TG/DTG do calcário .....	153
Figura 53 – Picos endotérmicos da curva TG/DTG do cimento CP V anidro. ....	155
Figura 54 – Pasta de cimento CP a 1 dia .....	158

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Levantamento bibliográfico de estudos de atividade pozolânica de RCVs de diferentes origens.....	40
---	----

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química dos óxidos principais dos argilominerais caulinita, illita e montmorilonita. ....	29
Tabela 2 – Parâmetros de calcinação de caulim de diferentes autores. ....	34
Tabela 3 – Principais compostos do Cimento Portland. ....	46
Tabela 4 – Parâmetros de ensaio de AT para pastas de cimento. ....	61
Tabela 5 – Parâmetro de ensaio para DRX. ....	65
Tabela 6 - Combinações de cimento de referência e cimentos compostos com MCS. ....	72
Tabela 7 - Composições do cimento referência e do cimento ternário com MCS. ....	74
Tabela 8 - Propriedades físico/químicas do aditivo superplastificante. ....	77
Tabela 9 – Amostragem do ensaio de Fratini. ....	82
Tabela 10 – Consumo de materiais para o ensaio de Fratini. ....	83
Tabela 11 – Consumo de materiais para os traços de pasta. ....	86
Tabela 12 – Consumo de materiais para o ensaio de Chappelle modificado. ....	86
Tabela 13 – Consumo de materiais para a produção das pastas de cimento LC <sup>3</sup> . ....	89
Tabela 14 – Composição química dos materiais cimentícios suplementares. ....	91
Tabela 15 – Equivalente alcalino dos MCS. ....	93
Tabela 16 – Caracterização física dos MCS e do cimento CP V. ....	95
Tabela 17 – Resultados do ensaio de Fratini recalculados com a remoção de CaO. ....	102
Tabela 18 – Ca(OH) <sub>2</sub> medido nas pastas de cimento ao longo do tempo. ....	105
Tabela 19 – Resultados de resistência à compressão do IAP-P. ....	107
Tabela 20 – Teor de Ca(OH) <sub>2</sub> medido nas pastas de cimento. ....	116
Tabela 21 - Teor de CaCO <sub>3</sub> medido nas pastas de cimento LC <sup>3</sup> . ....	118
Tabela 22 – Resultados da resistência à compressão ao longo da idade. ....	123
Tabela 23 – Resistência à compressão normalizado com a resistência da pasta referência (CP) .....	125
Tabela 24 – Dados para a determinação do teor de CaCO <sub>3</sub> no cimento anidro. ....	150
Tabela 25 - Composição do cimento tipo LC <sup>3</sup> pelos métodos tangencial e da integral. ....	152
Tabela 26 – Dados para a quantificação do teor de CaCO <sub>3</sub> no calcário. ....	153
Tabela 27 – Resultados do ensaio de Fratini aos 7 dias. ....	156
Tabela 28 – Resultados do ensaio de Fratini aos 28 dias. ....	156
Tabela 29 – Resultados do ensaio de Fratini aos 91 dias. ....	157
Tabela 30 - Valores de Ca(OH) <sub>2</sub> para as pastas de cimento IAP-P. ....	159

Tabela 31 - Valores de $\text{Ca(OH)}_2$ para as pastas de cimento tipo LC <sup>3</sup> .....	160
Tabela 32 - Valores de $\text{CaCO}_3$ para as pastas de cimento LC <sup>3</sup> .....	161
Tabela 33 – Resultados do ensaio de resistência à compressão para o Índice de Atividade Pozolânica aos 7 dias .....	163
Tabela 34 - Resultados do ensaio de resistência à compressão para o Índice de Atividade Pozolânica aos 28 dias .....	164
Tabela 35 – Base de dados utilizado para a interpretação dos difratogramas .....	166
Tabela 36 – Teste de normalidade dos resultados de resistência à compressão do IAP-P.....	167
Tabela 37 – ANOVA dos resultados de resistência à compressão do IAP-P.....	167
Tabela 38 – Teste Tukey dos resultados de resistência à compressão do IAP-P .....	168
Tabela 39 – Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários a 1 dia	170
Tabela 40 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 3 dias .....	172
Tabela 41 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 7 dias .....	174
Tabela 42 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 28 dias.....	176
Tabela 43 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 56 dias.....	178
Tabela 44 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 91 dias.....	180
Tabela 45 – Teste de normalidade dos resultados de resistência à compressão dos cimentos ternários .....	182
Tabela 46 – ANOVA dos resultados da resistência à compressão dos cimentos ternários....	183
Tabela 47 – Teste Tukey dos resultados de resistência à compressão dos cimentos ternários .....	184



## LISTA DE SIGLAS

ABCERAM	Associação Brasileira de Cerâmica
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AC	Argila Calcinada
ACI	American Concrete Institute
AFt	aluminato ferrite tri
AFm	aluminato ferrite mono
ANICER	Associação Nacional da Indústria Cerâmica
ASTM	American Society for Testing and Materials
AT	Análise Térmica
BET	Brunauer, Emmett e Teller
C <sub>2</sub> S	Silicato dicálcico ou belita
C <sub>3</sub> A	Aluminato tricálcico
CC	Carbonato de Cálcio
C <sub>3</sub> S	Silicato tricálcico ou alita
C <sub>4</sub> AF	Ferroaluminato tetracálcico
CH	Hidróxido de cálcio ou portlandita
COP 21	21ª Conferência das Partes
CP	Cimento Portland
CP I	Cimento Portland Comum – sem adição mineral
CP II-F	Cimento Portland Composto – com fíler calcário entre 6 e 10%
CP V-ARI	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial–com teor de fíler calcário de até 5%
CSI	Cement Sustainability Initiative
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
DP	Desvio Padrão
DRM	Desvio relativo máximo
DTA	Análise Térmica Diferencial
DTG	Termogravimetria derivada
DRX	Difração de raios X
Etr	Etringita
fac	Fração de água combinada

FRX	Fluorescência de raios X
GL	Granulometria a Laser
GNR	Getting the Number Right
H	Água
Hc	Hemicarboaluminato
LC <sup>3</sup>	Limestone Calcined Clay Cement
LCVMAT	Laboratório de Caracterização e Valorização de Materiais
LMC	Laboratório de Materiais de Construção
MC	Metacaulim
Mc	Monocarboaluminato
MCS	Material Cimentício Suplementar
MPa	Megapascal
Mt	Megatonelada
NBR	Normas Brasileiras de Regulação
O	Estrutura Octaédrica
PQ	Pó de quartzo
PM	Perda de massa
Q	Quartzo
RAA	Reação Álcali-Agregado
RCV	Resíduo de Cerâmica Vermelha
RS	Rio Grande do Sul
SNIC	Sindicato Nacional da Indústria do Cimento
Str	<i>Stratlingite</i>
T	Estrutura Tetraédrica
TG	Termogravimetria
UNFCC	United Nations Framework Conventional on Climate Change
UNISINOS	Universidade do Vale do Rio dos Sinos
UFRGS	Universidade Federal do Rio Grande do Sul
WBCSD	World Business Council for Sustainable Development
a/agl	Relação água/cimento
a/ms	Relação água/materiais sólidos

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>21</b>
1.1	JUSTIFICATIVA.....	24
1.2	OBJETIVOS.....	26
<b>1.2.1</b>	<b>Objetivo Geral.....</b>	<b>26</b>
<b>1.2.2</b>	<b>Objetivos Específicos .....</b>	<b>26</b>
1.3	ESTRUTURA DA PESQUISA .....	26
1.4	DELIMITAÇÃO DO TRABALHO .....	27
<b>2</b>	<b>MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES .....</b>	<b>28</b>
2.1	ARGILAS CALCINADAS.....	28
<b>2.1.1</b>	<b>Metacaulim.....</b>	<b>33</b>
<b>2.1.2</b>	<b>Resíduo de cerâmica vermelha .....</b>	<b>35</b>
2.1.2.1	Produção da cerâmica vermelha.....	36
2.1.2.2	Tratamento térmico: sinterização x calcinação .....	38
2.1.2.3	Estudos prévios do uso de resíduo de cerâmica vermelha como material cimentício suplementar.....	38
2.2	CALCÁRIO .....	42
<b>3</b>	<b>CIMENTO LC<sup>3</sup> .....</b>	<b>46</b>
3.1	REAÇÃO DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND .....	46
<b>3.1.1</b>	<b>Compostos formados pelo C<sub>3</sub>S e C<sub>2</sub>S.....</b>	<b>47</b>
<b>3.1.2</b>	<b>Compostos formados pelo C<sub>3</sub>A e C<sub>4</sub>AF .....</b>	<b>48</b>
3.1.2.1	Fases AFt.....	49
3.1.2.2	Fases AFm.....	49
3.1.2.3	Hidrogranada.....	52
REAÇÃO ENTRE A ARGILA CALCINADA E A PORTLANDITA .....		52
3.3	REAÇÃO ENTRE A ARGILA CALCINADA E O CALCÁRIO .....	55
<b>4</b>	<b>MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DE POZOLANICIDADE E DA HIDRATAÇÃO DE CIMENTOS .....</b>	<b>57</b>
4.1	MÉTODOS DE ANÁLISE DE POZOLANICIDADE.....	57
<b>4.1.1</b>	<b>Método Fratini.....</b>	<b>58</b>
<b>4.1.2</b>	<b>Análise térmica aplicada ao estudo de pozolanicidade.....</b>	<b>59</b>
<b>4.1.3</b>	<b>Índice de Atividade Pozolânica.....</b>	<b>59</b>

4.1.4	<b>Método Chapelle modificado</b> .....	<b>60</b>
4.2	MÉTODOS DE ANÁLISE DA HIDRATAÇÃO DE CIMENTOS .....	60
4.2.1	<b>Análise térmica aplicado ao estudo de hidratação de cimentos</b> .....	<b>60</b>
4.2.2	<b>Difração de raios X</b> .....	<b>65</b>
5	<b>METODOLOGIA</b> .....	<b>70</b>
5.1	PLANEJAMENTO DOS EXPERIMENTOS .....	72
5.2	MATERIAIS .....	75
5.3	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS .....	77
5.4	CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS .....	78
5.5	CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DOS MATERIAIS.....	78
5.6	PREPARO, MOLDAGEM E ARMAZENAMENTO DAS PASTAS .....	79
5.7	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA DAS ARGILAS CALCINADAS .....	82
5.7.1	<b>Método Fratini</b> .....	<b>82</b>
5.7.2	<b>Análise Térmica</b> .....	<b>83</b>
5.7.3	<b>Índice de Atividade Pozolânica em pasta</b> .....	<b>85</b>
5.7.4	<b>Método Chapelle modificado</b> .....	<b>86</b>
5.8	ANÁLISE DOS CIMENTOS .....	87
5.8.1	<b>Análise Termogravimétrica</b> .....	<b>87</b>
5.8.2	<b>Difração de raios X</b> .....	<b>88</b>
5.8.3	<b>Resistência à compressão</b> .....	<b>89</b>
6	<b>ANÁLISE DOS RESULTADOS</b> .....	<b>91</b>
6.1	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS.....	91
6.1.1	<b>Caracterização química dos materiais</b> .....	<b>91</b>
6.1.2	<b>Caracterização física dos materiais</b> .....	<b>94</b>
6.1.3	<b>Caracterização mineralógica dos materiais</b> .....	<b>97</b>
6.2	DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA.....	100
6.2.1	<b>Método Fratini</b> .....	<b>100</b>
6.2.2	<b>Análise Térmica</b> .....	<b>103</b>
6.2.3	<b>Resistência Mecânica e Índice de Atividade Pozolânica em pasta</b> .....	<b>107</b>
6.2.4	<b>Método Chapelle modificado</b> .....	<b>111</b>
6.2.5	<b>Considerações gerais quanto à pozolanicidade</b> .....	<b>112</b>
6.3	CIMENTOS TERNÁRIOS TIPO LC <sup>3</sup> .....	113
6.3.1	<b>Análise Térmica</b> .....	<b>113</b>

6.3.1.1	Consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .....	116
6.3.1.2	Consumo de $\text{CaCO}_3$ .....	118
<b>6.3.2</b>	<b>Difração de raios X .....</b>	<b>119</b>
<b>6.3.3</b>	<b>Resistência à compressão .....</b>	<b>123</b>
<b>6.3.4</b>	<b>Relação entre os ensaios aplicados aos cimentos ternários.....</b>	<b>127</b>
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>130</b>
7.1	CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	130
7.2	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	132
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>133</b>
	<b>APÊNDICE A - BENEFICIAMENTO E ARMAZENAGEM DE MATERIAIS .....</b>	<b>146</b>
A.1	RESÍDUO DE CERÂMICA VERMELHA .....	146
A.2	METACAULIM .....	147
A.3	CALCÁRIO.....	147
	<b>APÊNDICE B - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO PRESENTE DO CALCÁRIO E DO CIMENTO ANIDRO.....</b>	<b>149</b>
B.1	CIMENTO ANIDRO.....	149
<b>B.1</b>	<b>.1 Método Tangencial.....</b>	<b>150</b>
<b>B.1.2</b>	<b>Método da Integral.....</b>	<b>151</b>
B.2	CALCÁRIO .....	152
	<b>APÊNDICE C - ESTUDO DA PRÉ-HIDRATAÇÃO DO CIMENTO CP V .....</b>	<b>154</b>
	<b>APÊNDICE D - RESULTADOS DO ENSAIO DE FRATINI .....</b>	<b>156</b>
	<b>APÊNDICE E - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO E CALCÁRIO NAS PASTAS DE CIMENTO.....</b>	<b>158</b>
	<b>APÊNDICE F - RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO PARA IAP-P</b>	<b>162</b>
	<b>APÊNDICE G - BASE DE DADOS PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS X .....</b>	<b>166</b>
	<b>APÊNDICE H - RESULTADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DE IAP-P.....</b>	<b>167</b>
	<b>APÊNDICE I - RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CIMENTOS TERNÁRIOS.....</b>	<b>169</b>
	<b>APÊNDICE J - RESULTADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DA RESISTÊNCIA MECÂNICA</b>	<b>182</b>
	<b>ANEXO A - FICHAS CATALOGRÁFICAS.....</b>	<b>186</b>
A.I	Ficha cristalográfica do $\text{C}_4\text{AF}$ .....	186

<b>A.II</b>	<b>Ficha cristalográfica da calcita.....</b>	<b>189</b>
<b>A.III</b>	<b>Ficha cristalográfica da etringita.....</b>	<b>192</b>
<b>A.IV</b>	<b>Ficha cristalográfica do hemicarboaluminato de cálcio.....</b>	<b>200</b>
<b>A.V</b>	<b>Ficha cristalográfica da portlandita.....</b>	<b>206</b>
<b>A.VI</b>	<b>Ficha cristalográfica do quartzo.....</b>	<b>209</b>
<b>A.VII</b>	<b>Ficha cristalográfica do monocarboaluminato de cálcio.....</b>	<b>213</b>
<b>A.VIII</b>	<b>Ficha cristalográfica da muscovita.....</b>	<b>221</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A preocupação com o aquecimento global, bem como os esforços por parte dos órgãos ambientais ao redor do mundo para diminuir o nível de emissões que contribuem para o incremento do efeito estufa, têm feito com que diversos setores produtivos invistam na melhoria de seus processos.

Na construção civil, grande parte das emissões de dióxido de carbono decorrentes do consumo do concreto é atribuída ao cimento Portland. A geração de dióxido de carbono tem origem em várias fontes vinculadas ao processo de produção do cimento. Calcula-se que as emissões devidas ao consumo energético para o aquecimento do forno de clínquerização, que chega a temperaturas de 1450°C, como sendo a fonte de maior contribuição de emissões na produção de cimento Portland, seguida pela descarbonatação do calcário durante a sinterização da matéria-prima. Nesse processo, ocorre a decomposição do carbonato de cálcio, resultando em óxido de cálcio e a liberação de dióxido de carbono, conforme  $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2 \uparrow$  [Equação 1 (MEHTA e MONTEIRO, 2011)].



A emissão de  $\text{CO}_2$  devida à produção do cimento representa 7% das emissões globais totais (IEA-WBCSD, 2018). Por isso, a produção do cimento Portland vem sendo aperfeiçoada, no intuito de aumentar a sua ecoeficiência e diminuir a geração de  $\text{CO}_2$ , que é intrínseco ao processo produtivo do clínquer (SCHNEIDER et al., 2011; JOHN, 2011).

Pode-se, entre outras soluções, direcionar esforços no sentido de reduzir o teor de cimento na produção de concreto, diminuindo-se a relação entre a massa de cimento consumida (em kg) para a obtenção de cada unidade de resistência à compressão (em MPa), sem comprometimento do desempenho total do concreto, bem como reduzir a relação clínquer/cimento, também conhecido como fator clínquer do cimento (ou do concreto). Para tanto, o clínquer é parcialmente substituído por materiais cimentícios suplementares (MCS), sem comprometer o desempenho mecânico. O teor de substituição varia conforme o tipo de cimento e de adição, e nem sempre é feita pelos limites máximos. Isso se deve parcialmente a questões técnicas, mas principalmente ao fato de que não há material cimentício suplementar suficiente para suprir a demanda existente por cimento, uma vez que os materiais cimentícios com mais tradição de emprego pela indústria cimenteira, em sua grande maioria, vinham sendo os resíduos ou coprodutos de outras indústrias (JOHN, 2011; SCHNEIDER et al., 2011).

O último levantamento de relação clínquer/cimento, realizado pela *International Energy Agency* (IEA) em parceria com o *World Business Council for Sustainable Development* (WBCSD), atesta que o máximo potencial de emprego de MSC ainda não foi atingido. Nesse levantamento, observou-se a estabilização no teor de clínquer substituído dos últimos anos, com uma média mundial de 0,65 em 2014 e uma expectativa de redução até 2050 para 0,60. Para o Brasil, a relação clínquer/cimento para o ano de 2050 é de 0,52. Esses valores são baixos se comparado ao potencial de substituição que o cimento Portland permite (IEA-WBCSD, 2018; SNIC, 2019).

Há uma necessidade de encontrar materiais alternativos que possam substituir o clínquer no cimento, em qualidade e em quantidade compatível com a demanda para amenizar o impacto ambiental causado pelo setor. Essa demanda ocorre em função da expectativa de redução do fator clínquer associado com a perspectiva de aumento na demanda do cimento Portland e a menor disponibilidade de materiais substitutos tradicionais, como escória de alto forno e cinza volante da queima do carvão para os próximos anos.

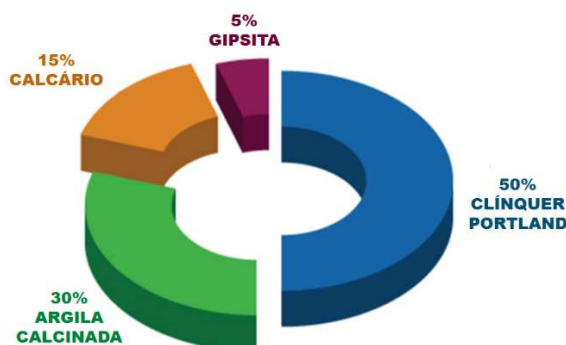
Além disso, há também pressões de organizações internacionais como a *United Nations Framework Conventional on Climate Change* (UNFCCC) através da 21ª Conferência das Partes (COP-21) em 2015 onde foi firmado o *Acordo de Paris* para a redução das emissões dos gases de efeito estufa, sendo uma das metas a eliminação de fontes de energia baseadas na queima de carvão mineral (IEA-WBCSD, 2018; SNIC, 2019).

Vários grupos de pesquisa e desenvolvimento, em parceria com a indústria cimenteira, têm dirigido esforços nesse sentido. Dentre as várias iniciativas, destaca-se o cimento LC<sup>3</sup>, apresentado como uma alternativa viável para suprir a demanda por cimentos de menor impacto ambiental.

O cimento LC<sup>3</sup> ou *Limestone Calcined Clay Cement*, é um sistema ternário composto por 50% de clínquer e o restante por materiais cimentícios suplementares, como gesso, calcário e argila calcinada (



Figura 1) (LC<sup>3</sup>, 2014a). Este cimento foi desenvolvido pela Escola Politécnica Federal de Lausana (Suíça) em parceria com instituições de pesquisa de Cuba e Índia. Os MCS utilizados neste cimento estão disponíveis em grande quantidade, principalmente em países em desenvolvimento, locais cujo a demanda por cimento será maior nos próximos anos (LC<sup>3</sup>, 2014a).

Figura 1 – Composição do cimento LC<sup>3</sup>.

Fonte: Traduzido de LC<sup>3</sup> (LC<sup>3</sup>, 2014b).

O cimento LC<sup>3</sup> utiliza a argila calcinada do tipo caulínica (metacaulim) de segunda categoria<sup>1</sup> presente em grande quantidade na crosta terrestre (LC<sup>3</sup>, 2014a). No entanto, outras fontes alternativas de argilominerais podem ser investigadas, como o resíduo de cerâmica vermelha (RCV), resíduo gerado na produção de blocos cerâmicos e telhas. A cerâmica vermelha é a sinterização de uma mistura de diferentes tipos de argilas com adição de outras matérias primas em menor quantidade (ABCERAM, 2016). Como a argila passa por um processo de queima, se torna interessante o estudo do resíduo da cerâmica como material pozolânico.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

As argilas, que são compostas por aluminossilicatos, quando submetidas a temperaturas próximas a 800°C sofrem uma transformação em sua estrutura cristalina, tornando-se reativas e com potencial pozolânico. No cimento LC<sup>3</sup>, a argila calcinada é combinada com o calcário, pois a alumina oriunda da argila permite que parte do calcário participe das reações de hidratação do cimento (ANTONI et al., 2012; SNELLINGS, MERTENS e ELSSEN, 2012).

Embora as emissões devidas à decarbonatação do CaCO<sub>3</sub> sejam evitadas durante a calcinação das argilas e tenham emissões associados à queima de combustíveis fósseis em menor escala do que as originadas nos fornos de clínquerização, elas ainda demandam aproximadamente 70% da energia requerida para a calcinação do clínquer (cerca de 2,5 MJ/t) (SNIC, 2019). Deste ponto de vista, o uso do resíduo cerâmico se torna interessante já que ele

---

<sup>1</sup> Caulim de segunda categoria refere-se a argilas caulínicas com teores menores de caulinita na composição, ou seja argilas caulínicas de menor pureza.

já é um material calcinado, não necessitando passar pelo processo de calcinação e evitando as emissões de CO<sub>2</sub> devido à queima de combustíveis fósseis ou mesmo de biomassa.

Além disso, o resíduo cerâmico é encontrado em diversas regiões do Brasil, já que há olarias espalhadas por todo o país, diferente das adições tradicionalmente empregadas nos cimentos brasileiros que são limitadas por região. Por exemplo, a disponibilidade de escória de alto forno é limitada à região sudeste, graças a grande quantidade de plantas com altos fornos nos quais são obtidos o ferro gusa. Outro exemplo, é o uso da cinza volante na região sul, em função das extensas reservas de carvão mineral e as termoelétricas típicas dessa região (SNIC, 2019).

A utilização de resíduo de cerâmica vermelha como material cimentício complementar na produção de cimentos também contribui com a diminuição da pegada ambiental, já que esse material deixa de ser descartado. O Brasil produz cerâmica vermelha extensivamente, com indústrias presentes no país inteiro que geram quantidades massivas desse produto, apesar de grande parte das indústrias não possuírem um bom controle sobre a produção, em termos de controle tecnológico dos materiais, processo de fabricação e quantificação de resíduos gerados (ANICER, [2015?]).

Na literatura é possível encontrar diversas alternativas para a reciclagem do resíduo de cerâmica vermelha, como a sua incorporação em misturas com solo para camadas de pavimentação, utilização como agregado graúdo e/ou miúdo na produção de concreto e até mesmo a sua reinserção na produção de blocos e tijolos cerâmicos (MONTEIRO, VIEIRA e CARVALHO, 2005; CABRAL et al., 2009; REDIVO, 2011).

Na literatura nacional é possível encontrar estudos sobre o uso do RCV como pozolana para incorporação no cimento Portland. Diversos estudos revelaram o potencial pozolânico deste resíduo (TOLEDO FILHO et al., 2007; SEBASTIANY, 2014; GARCIA et al. 2015; HANSEN, 2016; GUILLANTE et al., 2019). O uso do resíduo cerâmico contribui com o ganho de resistência mecânica quando comparado aos cimentos de referência, devido à reação pozolânica. Além disso, a nível internacional, estudos mostram que outros benefícios são conferidos a argamassas e concretos através do uso de RCV, como a redução de vazios e a melhoria na durabilidade de argamassas (BEKTAS, 2007; NACERI e HAMINA, 2009). Schackow et al. (2015) observaram que argamassas contendo adição de RCV apresentaram profundidade de carbonatação menor do que as argamassas de referência. Esses resultados justificam a continuidade de pesquisas relacionadas ao uso de RCV como material cimentício complementar em cimentos Portland.

## 1.2 OBJETIVOS

Os objetivos do trabalho são divididos em objetivo geral e objetivos específicos, apresentados na sequência.

### 1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é investigar o efeito do emprego de um resíduo de cerâmica vermelha na hidratação de cimento ternário com filler calcário.

### 1.2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos são:

- a) Analisar as características físicas, químicas, mineralógicas e reatividade dos materiais cimentícios suplementares;
- b) Avaliar a formação de produtos hidratados pelo uso de argilas calcinadas comerciais e oriundas de resíduo em cimento;
- c) Investigar a formação dos produtos hidratados pelo uso do calcário combinado com resíduo cerâmico e argilas calcinadas comerciais em cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>;
- d) Estudar a influência do tipo de argila calcinada e do calcário no desempenho mecânico de cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>.

## 1.3 ESTRUTURA DA PESQUISA

O presente trabalho está dividido em seis capítulos:

Capítulo 1: apresenta uma breve introdução ao tema da dissertação e a sua importância, seguido pela justificativa da proposta de estudo e os objetivos.

Capítulo 2: é definido o termo material cimentício suplementar e apresentada uma breve revisão bibliográfica sobre os materiais que serão utilizados no programa experimental: metacaulim, resíduo de cerâmica vermelha e calcário. É realizada uma discussão sobre as características das argilas calcinadas que levam a atividade pozolânica. E, também, o estudo de sua composição química e propriedades conferidas em argamassas e concretos.

Capítulo 3: é discutido as reações químicas principais que envolvem a formação de produtos hidratados no cimento LC<sup>3</sup>, salientando o mecanismo de hidratação e as características dos principais produtos formados.

Capítulo 4: retrata a revisão bibliográfica da metodologia comumente utilizada na literatura para estudo de reações de hidratação do cimento, que será a base para elaboração do programa experimental.

Capítulo 5: aborda o método experimental a ser utilizado para responder os objetivos da pesquisa, incluindo cada etapa a ser desenvolvida.

Capítulo 6: apresentação do cronograma de atividades que será desenvolvido no decorrer do programa experimental.

#### 1.4 DELIMITAÇÃO DO TRABALHO

Nesta pesquisa há algumas delimitações que podem interferir no resultado das análises. O tipo de cimento escolhido foi o CP V-ARI, por apresentar baixa adição de material carbonático, embora tenha área superficial maior que os outros tipos de cimentos comerciais. Essa escolha se fez necessária, pela dificuldade de encontrar cimento Portland do tipo CP I, que à época da proposição desta pesquisa (2017) era composto apenas por clínquer e gesso moído. Além disso, será empregado como argila calcinada apenas um tipo de resíduo de cerâmica vermelha, caracterizado e estudado por Cachepa (2017), e um tipo de metacaulim comercial utilizado como material parâmetro de desempenho.

Em função de restrições adotadas pela coordenação de laboratório desta instituição, para a realização dos ensaios de Análise Térmica (AT) e difração de raios X (DRX), o número de combinações de cimentos foram limitados a seis.

No tocante à relação água/materiais sólidos ( $a/ms$ ) foi adotado o valor de 0,45 para todas pastas e análises. Esta relação foi definida a partir de um teste piloto com o cimento referência, onde foram testadas diversas relações até obter uma pasta com viscosidade e consistência adequada. A consistência das demais pastas foram ajustadas com aditivo superplastificante. A relação  $a/ms$  foi fixada para correlacionar os resultados dos três métodos de análise: resistência mecânica, análise térmica e difração de raios X. Neste estudo não será aprofundado o efeito fíler do calcário nas pastas de cimento LC<sup>3</sup>, uma vez que objetivo principal do trabalho é analisar os produtos da hidratação.

## 2 MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES

O uso de materiais cimentícios suplementares na produção de cimentos Portland é uma técnica utilizada há bastante tempo. Em 1950 foi reportado o uso desses materiais para produção de cimento. O uso dessa técnica vem ganhando atenção especial nas últimas décadas, já que seu uso é capaz de mitigar a geração de CO<sub>2</sub> atrelado ao cimento. O uso desses materiais não requer processos de clínquerização adicional, assim permite uma redução significativa da emissão de dióxido de carbono por tonelada de materiais cimentícios. Os MCS mesmo precisando de processos como moagem, mistura e transporte requerem muito menos energia do que o processo de clínquerização (LOTHENBACH, SCRIVENER e HOOTON, 2011).

Neste estudo serão discutidas as principais características e propriedades conferidos a argamassas e concretos, a partir do uso de argilas calcinadas e calcário de forma individual.

### 2.1 ARGILAS CALCINADAS

Conforme Grim (1968), argila pode ser considerado um termo para designar rochas e para definir tamanho de partícula na mecânica dos solos, dependendo da área de conhecimento. Na geologia são utilizadas para definir materiais de finura menor que 4µm. Como termo de rocha, argila é definida como um material natural, terroso e de partículas finas que adquire a propriedade de plasticidade quando misturadas com determinada quantidade de água.

As argilas como encontradas na natureza são constituídas essencialmente por pequenos grupos de partículas finas, de um ou mais membros de grupos de minerais, que são denominados de argilominerais. Argilominerais são silicatos de alumínio hidratado, havendo diversos grupos de argilominerais, por exemplo as caulinitas, as esmectitas, as ilitas, as montmorilonitas, as cloritas etc. Em alguns casos o ferro e o magnésio substituem o alumínio, e em outros há elementos alcalinos e alcalinos terrosos presentes como constituintes principais (GRIM, 1968; SOUZA, 1989).

Os argilominerais são compostos quimicamente por sílica (SiO<sub>2</sub>) e alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) em grande quantidade, e outros compostos químicos em teores menores como Fe<sup>3+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, entre outros. Por isso, as argilas calcinadas são denominadas nesse trabalho como materiais aluminossilicosos. O que difere os tipos de argilominerais é justamente a presença ou não de certos compostos químicos e a estrutura cristalina da argila. A Tabela 1 apresenta a composição química dos principais óxidos presentes nos argilominerais da caulinita, montmorilonita e ilita,

argilas estudadas pelos autores: A e B. Os dois estudos apresentam composições muito parecidas para os tipos de argilominerais.

Tabela 1 – Composição química dos óxidos principais dos argilominerais caulinita, illita e montmorilonita.

Massa (%)	SiO <sub>2</sub>		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		CaO		MgO		Na <sub>2</sub> O		K <sub>2</sub> O	
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
Caulinita	46,6	48	39,5	36,4	-	0,9	-	0,1	-	0,1	-	0,02	-	0,5
Illita	54	58,7	17	19,3	1,9	5,0	1,0	1,3	3,1	2,5	-	0,19	7,3	6,1
Montmorilonita	43,8	63,2	18,6	20	-	-	-	1,2	-	2,3	1,1	2,22	-	0,5

Autor A: SNELLINGS, R.; MERTENS, G.; ELSEEN, J. **Supplementary Cementitious Materials**. Reviews in Mineralogy and Geochemistry. Vol. 74, p 226, 2012;

Autor B: FERNANDEZ, R.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. L. **The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite**. Cement and Concrete Research. V. 41, p. 115, 2011.

Fonte: Fröhlich (2016).

A Tabela 1 mostra que a caulinita possui o maior somatório de SiO<sub>2</sub> e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> entre os argilominerais apresentados. Estes óxidos reagem com os produtos de hidratação dos cimentos para formarem silicatos de cálcio hidratados e aluminossilicato de cálcio hidratados, compostos químicos que contribuem com o ganho de resistência (MASSAZZA, 2004). Analisando a composição química de forma isolada, as argilas caulíníticas possuem o maior potencial reativo dentre os diferentes tipos de argilominerais.

Além disso, é importante observar a presença de álcalis e óxido sulfúrico na composição das argilas, já que o elevado teor desses compostos pode ser prejudicial à durabilidade de argamassas e concretos, ocasionando manifestações patológicas como as geradas pela reação álcali-agregado.

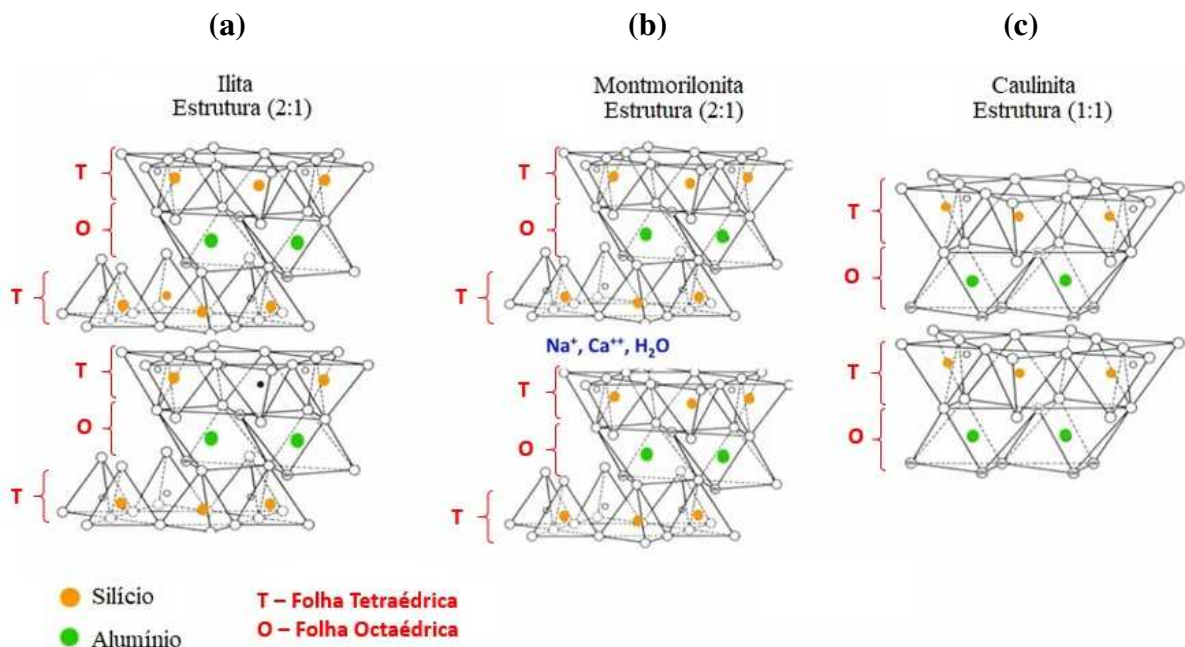
Outro aspecto importante, que necessita ser compreendido, é a mineralogia, ou seja, o arranjo estrutural dos compostos químicos da argila. O grau de reatividade de uma argila calcinada com os produtos hidratados do cimento está relacionado justamente com a sua estrutura atômica. As argilas como encontradas na natureza são materiais com estrutura molecular cristalina. Os átomos que compõem uma estrutura cristalina estão posicionados em um padrão tridimensional em longas distâncias atômicas, ou seja, num modelo repetitivo (VAN VLACK, 1973; CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

A estrutura atômica dos argilominerais compõe unidades básicas de folhas octaédricas e de folhas tetraédricas. As folhas octaédricas (O) são compostas por oxigênios e hidroxilas com empacotamento fechado onde os átomos de alumínio, ferro e/ou magnésio estão arranjados em uma coordenação octaédrica. Na folha tetraédrica de sílica (T), o átomo de sílica está

equidistante dos quatro oxigênios ou possíveis hidroxilas arranjadas que formam um tetraedro, com o átomo de silício localizado no centro da estrutura. O que difere os argilominerais entre si é a forma em que essas folhas octaédricas e tetraédricas estão arranjadas (GOMES, 1988).

Na illita e montmorilonita, essa estrutura está empilhada com sucessivas camadas T-O-T, chamado de estrutura 2:1, ou seja, **duas** folhas tetraédricas e **uma** folha octaédrica (Figura 2a e Figura 2b). Na caulinita essa estrutura é composta por um empilhamento de folhas T-O, denominada de estrutura 1:1, ou seja, **uma** folha tetraédrica e **uma** folha octaédrica (Figura 2c) (SNELLINGS, MERTENS e ELSSEN, 2012).

Figura 2 – Estrutura cristalina típica dos argilominerais (a) illita (b) montmorilonita e (c) caulinita.



Fonte: adaptado de Gomes (1988).

A vantagem do empilhamento do tipo 1:1, típico da caulinita, é que resulta em proporção entre sílica e alumina mais balanceada. É possível perceber uma variação maior na relação Si/Al em estruturas 2:1, como é o caso das illita e montmorilonita, característica que pode ser verificada na composição química de argilominerais apresentada na Tabela 1. Além disso, na caulinita as folhas octaédricas ficam expostas nas camadas, já que a sua estrutura é do tipo T-O, por isso a desidroxilação durante a calcinação é atingida mais facilmente do que nas estruturas T-O-T (FERNANDEZ, MARTIRENA e SCRIVENER, 2011).

Este estado cristalino das argilas é estável, ou seja, não tem necessidade de reagir. Para que esse material passe a ter reatividade, é necessário aplicar um tratamento térmico,

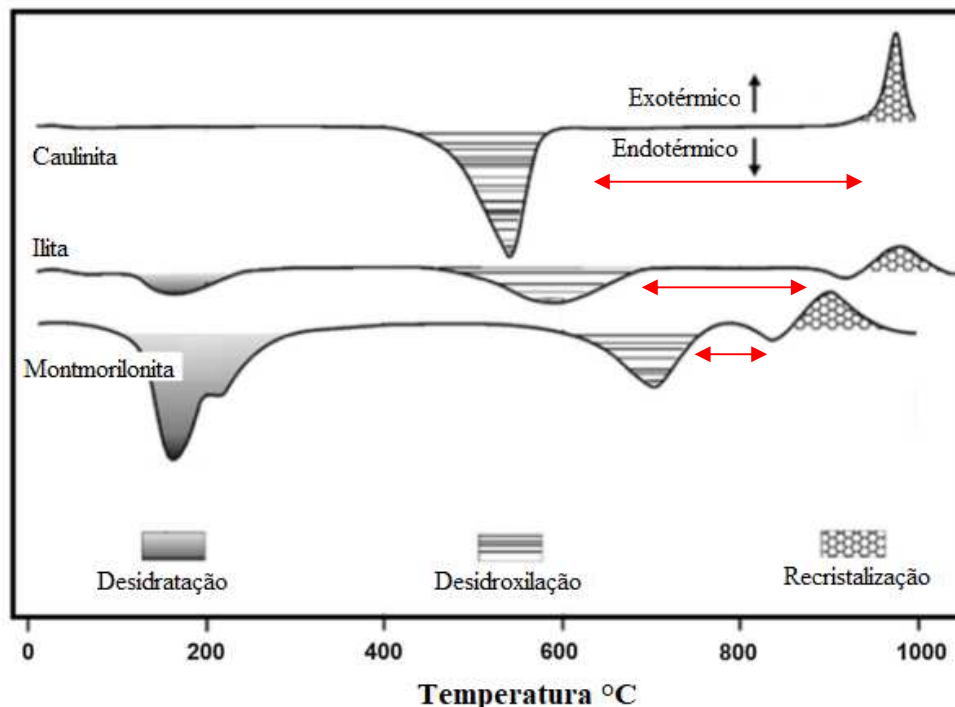


promovendo desordem estrutural e formação de material amorfo. Estrutura amorfa é a estrutura que possui instabilidade dimensional e necessidade por atingir estado de equilíbrio novamente, por isso a argila depois de calcinada passa a ser reativa e atuar como uma pozolana no cimento (SABIR, WILD e BAI, 2001; CALLISTER, 2012).

O tratamento térmico, também chamado de calcinação, é a queima em temperaturas específicas para que ocorra a formação de material amorfo. Durante o aquecimento da argila ocorrem diferentes tipos de transformações químicas em função da temperatura, por isso é importante conhecer a temperatura ótima de calcinação.

Essas transformações físicas e químicas são explicadas por Gomes (1988) e ilustradas na Figura 3. Quando a argila é aquecida entre 50 a 200°C ocorre reação endotérmica (absorção de calor) e há remoção de praticamente de toda água adsorvida. Conforme a temperatura aumenta, a reação endotérmica continua e ocorre a desidroxilação da estrutura da argila, ou seja, a remoção de água combinada e a destruição da rede cristalina. Nesta fase, em temperaturas entre 600°C e 800°C há formação de material amorfo como sílica e alumina.

Figura 3 - Análise Térmica Diferencial (DTA) de argilas.



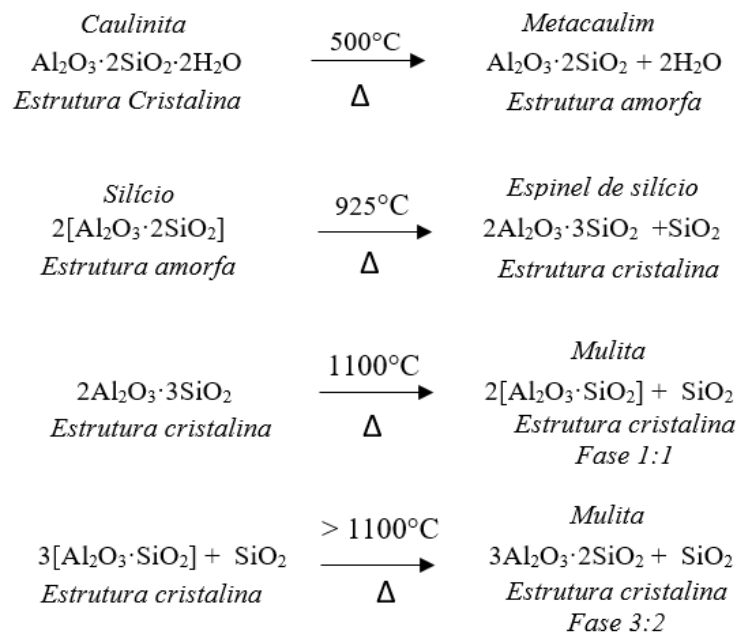
Fonte: Adaptado de Cook (1986) depois de Snellings, Mertens e Elsen (2012).

Quando materiais à base de argila são aquecidas em temperaturas elevadas (900°C ou mais) ocorre a vitrificação, que torna a argila não mais reativa. A formação gradual de um vidro

líquido que flui para o interior, preenche parte do volume dos poros. O grau de vitrificação depende da temperatura e do tempo de cozimento, assim como da composição do corpo. Neste estágio a argila já não é mais reativa, justamente pela formação do novo material cristalino (CALLISTER, 2012).

A Figura 4 exemplifica as transformações químicas que ocorrem com o caulim durante a sua queima.

Figura 4 – Transformações químicas e físicas durante o aquecimento do caulim.



Fonte: Adaptado de Rashad (2013).

Não há um consenso na literatura em relação à temperatura ótima de calcinação, pois é característico de cada argila e depende de diversos fatores. Por isso, a temperatura ótima de calcinação é sempre representada em um intervalo de temperaturas. O tipo de argila influencia na temperatura ótima de calcinação, pois fatores como a presença de componentes que não são argilominerais na argila como feldspato, quartzo e outros minerais também modificam temperatura de calcinação (SABIR, WILD e BAI, 2001).

Neste aspecto, a caulinita mais uma vez leva vantagem sobre os outros argilominerais. O intervalo de temperatura entre o pico endotérmico (desidroxilação) e exotérmico (recristalização) da caulinita é maior quando comparados aos intervalos da ilita e montmorilonita, o que leva a uma melhor qualidade e quantidade de formação de material amorfo (EPFL, 2017).

Outra característica importante para a reatividade das argilas calcinadas é a sua caracterização física. Quanto menor o tamanho de partícula, maior o seu grau de reatividade. Pois, quanto maior a área superficial maior a superfície de contato, levando a taxas maiores de reatividade (MASSAZZA, 2004). O uso de materiais cimentícios suplementares de elevada área superficial e de diâmetro baixo, tendem a se aglomerar. As partículas de “chatas” da argila calcinada e as partículas finas do calcário tendem a se aglomerar ao redor das partículas do clínquer (ANDRÉS et al.; 2015).

A finura dos MCS impacta nas reações de hidratação da pasta logo nas primeiras horas. Estudos mostram que materiais mais finos tendem a criar um maior número de pontos de nucleação, fazendo que os demais compostos do clínquer possam reagir no estágio inicial da hidratação. Isso pode ser observado quando há partículas de diâmetro aproximadamente de  $0,5\mu\text{m}$  (ANDRÉS et al.; 2015).

Além disso, pastas produzidas com cimentos e adições mais finas levam a uma microestrutura mais densa e compacta. Uma vez que MCS tenham partículas mais finas do que o cimento, elas são capazes de preencher os espaços vazios entre os grãos dos cimentos (POON et al., 2001). Ainda no caso de argilas calcinadas é possível observar que quanto mais fino mais é a sua reatividade e capacidade de preencher os vazios entre os grãos de cimento com os produtos da reação pozolânica, que leva a uma densificação ainda maior quando comparado a um material inerte de mesma finura.

Em suma, as características químicas, físicas e mineralógicas das argilas estão estritamente relacionadas à reatividade das argilas calcinadas. Estas características fornecem indícios sobre a reatividade e propriedades conferidas a argamassas e concretos. Pelo aspecto químico, argilas mais puras em relação a  $\text{SiO}_2$  e a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  levam a argilas calcinadas de melhor qualidade. Em relação a mineralogia, quanto mais material amorfo constituinte na massa da argila, maior o potencial pozolânico. Quanto a caracterização física, tamanhos menores de partícula resultam em materiais mais reativos.

### **2.1.1 Metacaulim**

O metacaulim é o produto da calcinação do caulim, argila composta por altos teores de caulinita. O grau de pureza do caulim interfere na reatividade e na coloração do mineral, sendo que a brancura do material está associada a alta pureza e altos teores de sílica e alumina (DAL MOLIN, 2011). A reatividade do metacaulim depende de diversos fatores como teor de

caulinita, temperatura de calcinação e área superficial (MURAT e COMEL, 1983; SAVALDOR, 1995; BARATA, 1998).

Caulins com teores iguais ou maiores que 40% de caulinita apresentam reatividade adequada para ser utilizado como argila calcinada para produção de LC<sup>3</sup>. Essa é uma característica importante, pois é possível utilizar caulins de segunda categoria, que são menos visados por outras indústrias que consomem grande parte dessa matéria-prima, como a de papel e refratários (ALUJAS et al., 2015).

O intervalo de temperatura ótimo para calcinação de caulins é entre 700°C e 850°C, que é um intervalo de temperatura na qual Murat e Comel (1983) e Salvador (1995) encontraram os melhores resultados de reatividade do metacaulim. Barata (1998) calcinou amostras de rejeito de caulim em diversas temperaturas, obtendo os melhores resultados de resistência mecânica nas argamassas produzidas com caulinitas calcinadas em 700° e 800°. A Tabela 2 apresenta os parâmetros de ensaio utilizados por alguns autores, que apresentaram os melhores resultados de reatividade.

Tabela 2 – Parâmetros de calcinação de caulim de diferentes autores.

<b>Processo</b>	<b>Barata (1998)</b>	<b>Murat e Comem (1982)</b>	<b>Zamparei (1989)</b>	<b>Salvador (1994)</b>	<b>Almenares et al.(2017)</b>
Preparo	Secagem e Pesagem	-	Secagem e Pesagem	Moagem e secagem	Moagem (5,5µm) e secagem
T calcinação (°C)	800	700 a 850	800	700 a 850	850
Aquecimento	Brusco	Gradativo	Gradativo	-	Brusco
Resfriamento	Brusco	Brusco*	Brusco**	Brusco*	Brusco*
Residência (min)	25	120	60	300	60

Observações:

\*Temperatura Ambiente;

\*\*Dessecador em temperatura ambiente.

Fonte: elaborado pela autora.

O uso de metacaulim em cimento já foi amplamente estudado na literatura. Diversos autores reportam o aumento de resistência mecânica de argamassa e concretos quanto o MC é adicionado ao cimento. Adições em média de até 30% de metacaulim ao cimento produzem argamassas e concretos com resistência à compressão superior ao cimento de referência (ZAMPIERI, 1989; AMBROISE, MAXIMILIEN e PERA, 1994; WILD, KHATIB e JONES, 1996; TIRONI et al., 2014; ALMENARES et al., 2017). O uso de metacaulim também modifica a microestrutura da matriz cimentícia, reduzindo a permeabilidade e melhorando a resistência do transporte de água e difusão de íons nocivos que levam a degradação da matriz. Assim,

cimentos com adição de metacaulim contribuem com a durabilidade de argamassas e concretos (SABIR, WILD e BAI, 2001).

Sidique e Klaus (2009) afirmam que argamassas com substituições de 10% e 15% de cimento Portland por metacaulim, apresentaram maior resistência ao ataque de sulfatos. O mesmo comportamento foi observado em relação ao controle de expansão deletéria devido à reação álcali-sílica, dependendo da natureza do agregado.

No Rio Grande do Sul há jazida extensa de caulim. Conforme Wilson, Souza e Souza (1998), as reservas de caulim da região à oeste de Porto Alegre (Encruzilhada do Sul) são derivadas de um corpo anortosito. A mineralogia e geoquímica de caulins dessa região são caracterizadas, devido a sua origem, por níveis de ferro e titânio semelhantes aos dos caulins de granitos. Sendo a rocha matriz um feldspato-Ca, é normal a presença de pequenos teores de cálcio e magnésio nesses caulins, fato esse que não ocorre nos caulins de outras origens. Mineralogicamente os caulins dessa região contêm tubos de haloisita-7Å do tipo C com 1 a 3 micrometros de comprimento e caulinita lamelar em pilhas de até 2 a 3 micrometros de diâmetro.

Em síntese, o metacaulim é um MCS consagrado na literatura, pois o seu uso proporciona diversos benefícios às argamassas e aos concretos. A elevada capacidade de reagir com a portlandita, gera produtos de hidratação que contribuem com o ganho de resistência mecânica e melhoram a matriz cimentícia, diminuindo a porosidade e contribuindo com a durabilidade.

### **2.1.2 Resíduo de cerâmica vermelha**

A utilização de resíduo de cerâmica vermelha em cimentos, ou a cerâmica vermelha propriamente dita, não é novidade, pois esse material já era utilizado na antiguidade. De acordo com alguns historiadores, tijolos em pó ou fragmentado eram utilizados em cimentos hidráulicos desde o Império Fenício (1500 a. C.) e mais tarde no Império Romano (27 a. C.) (ZENDRI et al., 2004). Algumas construções do Império Romano persistem ao tempo e comprovam o uso desse material em adição a cal hidratada. Essa mistura era utilizada na construção de pisos, fundações e em construções onde a umidade era permanente (BARONIO e BINDA, 1997).

O entendimento do processo de produção no qual um resíduo é gerado e o conhecimento de suas matérias-primas fornecem informações importantes para a reciclagem do resíduo, e indícios de possíveis variabilidades do material em estudo (JOHN e ÂNGULO, 2003). Por isso,

é importante conhecer o estado da arte desse material, antes de estudar o seu uso como material cimentício suplementar.

#### 2.1.2.1 Produção da cerâmica vermelha

No Brasil, a produção da cerâmica ocorre de forma extensiva, as olarias estão presentes em todo o país. A cerâmica vermelha representa 90% das alvenarias e coberturas construídas no Brasil. O número de Indústrias e Olarias no Brasil é de aproximadamente 6.903 empresas, no ano de 2008, sendo que esse setor representa 4,8% da Indústria da Construção Civil (ANICER, [2015?a]). De acordo com a Pesquisa Anual Industrial do IBGE (2017) no ano de 2015 foram produzidas mais de 7,2 bilhões de blocos cerâmicos em geral e tapa-vigas e mais de 3 bilhões de telhas cerâmicas.

A matéria-prima utilizada para fabricar as cerâmicas são uma mistura de argilas naturais, quartzo, feldspato e outros minerais. A função dos minerais argilosos é fornecer plasticidade, enquanto que o feldspato contribui para diminuir o ponto de fusão e o quartzo é responsável por preencher os vazios, atuando como fíler, na cerâmica (MOTTA et al, 2002; KAZMIERCZAK, 2010).

Tavares e Grimmes (2002) explicam que a massa de argila para cerâmica é uma mistura de diferentes tipos de argilas com água, havendo alguns procedimentos isolados de misturas de materiais para melhoria de algumas propriedades e ganho de eficiência energética nos fornos. Misturam-se argilas magras, menos plásticas, com argilas gordas, mais plásticas, de forma empírica, fazendo-se pouca análise físico-químicas destas. A maior parte dos produtos cerâmicos brasileiros tem um nível de regularidade muito baixo, com variações de índices físicos e químicos, em função do pouco controle que se faz das matérias primas e etapas de processo.

Embora a indústria da cerâmica tenha evoluído muito em relação ao controle tecnológico da produção dos seus produtos, existe uma quantidade massiva de empresas que não possuem controle tecnológico em relação à composição da cerâmica, ao controle de temperatura de queima, monitoramento de perdas etc. Estes aspectos de produção geram certa dificuldade quando se tenta inserir uma política de gerenciamento de resíduos.

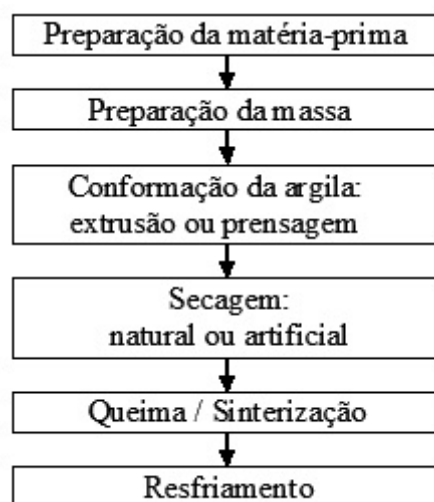
A produção de blocos cerâmicos engloba diversas etapas para que o material obtenha as características desejadas (Figura 5). A primeira etapa é a **preparação da matéria-prima**, onde ocorre o beneficiamento logo após a mineração. Os materiais passam por desagregação ou moagem, ocorre com classificação de acordo com a granulometria. Na etapa de **preparação da**

**massa** é quando ocorre a dosagem das matérias-primas que compõem a massa cerâmica (ABCERM, 2016, grifo nosso).

A próxima etapa é a **extrusão** da massa plástica, onde é compactada e forçada por um pistão ou eixo helicoidal, sendo o bocal responsável pelo formato da peça. Nesse processo obtém-se uma coluna extrudada, e aplicado o corte no sentido transversal à coluna, obtendo-se a peça cerâmica. Antes de ir para a queima, as peças ainda passam pela **secagem**, processo onde ocorre a perda da água livre da preparação da massa. Essa etapa é importante para evitar tensões que possam levar a defeitos e fissuras no produto final. O processo de secagem é feito naturalmente, onde as peças são empilhadas em prateleiras com ventilação natural, ou através de equipamento próprios para isso, como secadores intermitentes ou contínuos (VAN VLACK; 1973; ABCERM, 2016, grifo nosso).

Na etapa final, as peças cerâmicas passam pelo tratamento térmico que é conhecido como a **queima** ou **sinterização**. Esse tratamento térmico leva a formação de uma estrutura mais densa e resistente e é quando adquire as propriedades finais. A queima geralmente ocorre em temperaturas entre 800°C e 1200°C, dependendo do tipo de produto que está sendo produzido (ABCERAM, 2016, grifo nosso).

Figura 5 – Fluxograma do sistema produtivo genérico da cerâmica vermelha da indústria brasileira.



Fonte: Adaptado de Kazmierczak (2010) e ABCERAM (2016).

Após a queima, a cerâmica adquire as propriedades de resistência mecânica, absorção de água e contração linear, por isso a qualidade da queima deve ser garantida. Os fatores que influenciam no produto final são a taxa de aquecimento, temperatura máxima atingida, o tempo

de residência no forno, a velocidade de resfriamento e a uniformidade da temperatura no forno (KAZMIERCZAK, 2010).

#### 2.1.2.2 Tratamento térmico: sinterização x calcinação

Diferente das argilas calcinadas, o resíduo de cerâmica vermelha passa por um tratamento térmico em temperaturas maiores que a de calcinação, levando à sinterização da massa cerâmica. Uma das primeiras definições para o termo sinterização foi dada por Singer (1963), como sendo a reação entre partículas sólidas individuais de uma substância para gerar um produto duro, menos poroso e de menor dimensão. Hausner (1979) define sinterização como sendo a ligação de partículas em uma massa de partículas por atração molecular ou atômica no estado sólido, por aplicação de calor, causando o fortalecimento, a densificação e a recristalização por mobilidade atômica.

A sinterização é resultante do aquecimento do material cerâmico em temperaturas próximas, porém abaixo da temperatura de fusão - entre 900 e 1100°C. A sinterização é uma etapa muito importante do processo de fabricação de cerâmicas, pois é quando as peças adquirem propriedades importante como resistência e camada vítrea na superfície (VAN VLACK, 1973). A calcinação objetiva apenas a remoção da água combinada, processo chamado de desidroxilação, para permitir a formação do material amorfo. Essas temperaturas ocorrem logo antes das temperaturas de sinterização conforme já discutido no item 2.1 entre 600°C e 800°C.

#### 2.1.2.3 Estudos prévios do uso de resíduo de cerâmica vermelha como material cimentício suplementar

O uso de resíduo de cerâmica vermelha como material pozolânico na produção de cimento de menor impacto ambiental, vem ganhando atenção nos últimos anos. Na literatura é possível encontrar diversos estudos desenvolvidos sobre a atividade pozolânica do resíduo de cerâmica vermelha (BARONIO e BINDA, 1996; FARIAS FILHO, ROLIM e TOLEDO FILHO, 2000; TURANLI, BEKTAS e MONTEIRO, 2003; GONÇALVES, 2005; LIN et al., 2010; GARCIA et al. 2014; SEBASTIANY, 2014; RAHHAL, et al., 2015; HANSEN, 2016).

O Quadro 1 apresenta um resumo dos resultados quanto a índices que caracterizam o potencial pozolânico em algumas pesquisas, obtido por meio de diversos métodos de ensaio de



pozolanidade. A maioria dos resultados encontrados, em relação a reatividade são positivos, com alguns casos de resíduos que não apresentaram atividade pozolânica.

Quadro 1 – Levantamento bibliográfico de estudos de atividade pozolânica de RCVs de diferentes origens.

	Autor	Origem	Tipo de Cerâmica	IAP aos 28 dias	Condutividade Elétrica	Ensaio Chappelle	Teste Fratini	
Brasil	Farias Filho et. al. (2000)	Guarabira/PB	Residuo	MP	-	-		
	Gonçalves (2005)	Itaboraí/RJ	Residuo	MP	-	-	MP	
	Garcia et. al. (2014)	Região Oeste Paulista/SP	Residuo	Cerâmica A	-	-	MP	-
				Cerâmica B	-	-	MP	-
				Cerâmica C	-	-	MP	-
				Cerâmica D	-	-	MP	-
	Sebastiany (2014)	Gravatá/RS	Cerâmica do Processo	700°C	MP	AAP	-	-
900°C				MP	AAP	-	-	
1000°C				MNP	AAP	-	-	
Hansen (2016)	Bom Princípio/RS	Residuo	MNP	MAP	-	-		
Internacional	Baronio e Binda (1997)	Itália	Residuo	850-900°C	-	-	MP	
				950-1000°C	-	-	MNP	
	Turanlı, Bektas e Monteiro (2003)	-	Residuo	MP	-	-	-	
	Lin et. al. (2010)	Taiwan	Residuo	MP	-	-	-	
	Rahhal et. al. (2015)	Argentina	Residuo	-	-	-	MP	
República Theca		-		-	-	MP		

MP = Material Pozolânico | MNP - Material não Pozolânico | AAP= Alta Atividade Pozolânica | MAP=Moderada atividade Pozolânica

Observações:

- 1 - Basado na ABNT NBR 5752:1992: desempenho mínimo de 75% e substituição do material pozolânico de 35%;
- 2 - Basado na ABNT NBR 5752:2012: desempenho mínimo de 75% e substituição do material pozolânico de 35%;
- 3 - Basado na ABNT NBR 5752:2014: desempenho mínimo de 90% e substituição do material pozolânico de 25%;
- 4 - Baseado na ASTM C311 e ASTM C618: desempenho mínimo de 75% e substituição de material pozolânico de 20%.

Fonte: Elaborado pela autora.

Bektas (2007) estudou a substituição parcial de cimento Portland por resíduo de cerâmica vermelha na produção de concretos, com dois teores de substituição 15% e 25%. Os dados mostram que concretos com adição possuem resistência menor nas idades iniciais, 7 e 28 dias em relação ao concreto de referência. Porém, em idades avançadas, 91 e 180 dias, os concretos com RCV igualam e até superam a resistência do concreto de referência, chegando a 47,9MPa e 45,3MPa para cimentos com 15% e 25% de substituição respectivamente, aos 91 dias.

Naceri e Hamina (2009) estudaram o uso de resíduo de cerâmica vermelha como substituição parcial, de 0 a 20%, de cimento Portland em argamassas. Argamassas produzidas a partir de cimentos com substituição de 5 e 10% de clínquer Portland por RCV resultaram em resistência à compressão inferiores ao cimento de referência (sem substituição) em idades iniciais, 7 e 28 dias, porém tiveram resistência superior ao de referência aos 90 dias. A resistência à compressão atingida aos 90 dias foi de 52MPa e 51MPa, para argamassas produzidas com 5% e 10% de RCV respectivamente, enquanto que a argamassa de referência atingiu 51MPa. Nenhuma das misturas contendo substituições acima de 10% por RCV, resultaram em resistência maiores ao de referência para nenhuma das idades.

Em um estudo mais recente, Ge et al. (2015) produziram concretos a partir da substituição de cimento Portland por resíduo de cerâmica vermelha, em diferentes níveis 10%, 20% e 30% e com três tamanhos de partículas diferentes. Em nenhum dos casos, os concretos com adição de cerâmica vermelha apresentaram valores de resistência mecânica igual ou superior ao de referência (sem adição), porém valores muito próximos. Durante o estudo, observou-se que quanto maior o nível de substituição e maior o diâmetro de partícula menor a resistência obtida. Os concretos contendo 10%, 20% e 30% de RCV aos 90 dias chegaram a 56MPa, 55MPa e 52MPa, respectivamente, sendo que o concreto sem substituição chegou a 58MPa.

Além das propriedades mecânicas os RCVs também conferem outros benefícios a argamassas e concretos para durabilidade. O RCV por ter característica de pozolana, também possui capacidade de preencher os vazios da matriz do concreto. Alguns estudos já foram realizados em relação a durabilidade em concretos. Naceri e Hamina (2009) observaram que quanto maior o teor de substituição de argila calcinada pelo cimento menor a absorção de água, devido a maior refinamento dos poros.

Schackow et al. (2015) analisaram a carbonatação em condições naturais de argamassas prismáticas aos 28 e 90 dias, sem adição de RCV e com adição de diferentes níveis de RCV. Não houve diferença entre as argamassas nas primeiras idades, porém aos 90 dias as argamassas

com 10% e 25% de RCV apresentaram menor profundidade de carbonatação do que as outras argamassas. Esse comportamento foi explicado pelo fato de que argamassas com adição de RCV possuem a estrutura de poros interconectada obstruída, pela reação pozolânica e o efeito fíler.

Guillante et al. (2019) analisaram reação álcali-agregado (RAA) de argamassas produzidas com agregado reativo. Argamassas com adição de 20% de RCV mitigaram a expansão por RAA. Chapexx e Scrivener (2012) e Rajabipour et al. (2015) explicam que alumina presente no RCV inibe a dissolução da sílica presente no mineral reativo do agregado, pois a alumina é incorporada na estrutura reativa da sílica do agregado formando um tipo de zeólito, prevenindo ou limitando o contato de álcalis com a sílica reativa.

Medeiros et al. (2016) estudaram o ataque por sulfatos e RAA em cimentos compostos por resíduo cerâmico de diferentes diâmetros médios e fíler calcário. Os autores observaram que em nenhuma das finuras de RCV estudadas houve mitigação de RAA. A mitigação ocorreu apenas para as argamassas produzidas com fíler calcário. Nos ensaios de ataque por sulfatos observou-se que ocorreu expansão maior para as argamassas com RCV do que para a argamassa referência. Importante ressaltar que o trabalho desenvolvido por Medeiros et al. (2016) utilizaram RCV de tamanho de partículas maiores que o RCV utilizado por Guillante et al. (2019), além disso observa-se diferentes composições químicas entre os materiais estudados pelos autores.

Em suma, a maioria dos trabalhos mostraram que o resíduo cerâmico possui potencial pozolânico, a partir dos métodos de análise utilizados. Com base na literatura foram encontrados diversos trabalhos que reportaram ganho de resistência mecânica em longas idades em argamassas e concretos quando utilizados como adições em até 30%. O uso de resíduo cerâmico também contribui com a melhora na durabilidade de argamassas e concretos expostos a carbonatação e na mitigação da RAA. Porém, argamassas contendo RCV mostraram ser mais suscetíveis ao ataque de sulfatos do que argamassas contendo apenas cimento Portland.

## 2.2 CALCÁRIO

O calcário é oriundo de rochas sedimentares, formado através de longos processos de consolidação, compactação e alterações. As rochas calcárias não são puras em carbonatos, geralmente possuem impurezas como quartzo, argilas etc. O calcário é um material em abundância na natureza, e o Brasil possui extensos depósitos que estão espalhados por todo o território (DUDA,1977; GUIMARÃES, 1997).

O principal mineral que compõe a rocha calcária é o carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), porém outros constituintes são encontrados em menor quantidade: carbonato de magnésio ( $\text{MgCO}_3$ ), dolomita ( $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ ), quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), sulfetos, fluorita, argilominerais, entre outros. O teor de dolomita presente no calcário determina a sua classificação: calcário calcítico, calcário dolomítico, dolomito calcítico e dolomito (CINCOTTO et al., 2010).

Na indústria cimenteira, o calcário é empregado tanto como matéria prima para a produção de clínquer, bem como finamente moído e adicionado ao cimento Portland atuando como fíler. Fílers são definidos como sendo materiais de tamanho de partícula menor do que a do cimento Portland e que melhoram o desempenho de argamassas e concretos devido ao seu efeito físico. O efeito físico do calcário pode ocorrer de maneiras distintas em argamassas e concretos. O efeito fíler provoca o aumento da densidade de argamassas e concretos, já que os grãos desse material se alojam entre os grãos dos componentes do cimento, causando efeito de preenchimento (DAL MOLIN, 2011).

Além disso, as partículas finas de calcário alteram a microestrutura da zona de transição, reduzindo ou até eliminando o acúmulo de água livre que fica retido sob o agregado, melhorando a trabalhabilidade, e assim atuando como um “lubrificante” (BETAGGIN e BETAGGIN, 2011). Um outro efeito físico é a ação dos finos como pontos de nucleação durante a hidratação do cimento. Ou seja, o efeito de nucleação faz com que a dissolução das partículas de cimento seja mais intensa, com a formação e precipitação de cristais ocorrendo nas proximidades e até mesmo sobre os grãos do fíler localizados nos poros da matriz cimentícia. Dessa forma, há a geração de maior número de cristais pequenos, ao invés de poucos cristais de grandes tamanhos (DAL MOLIN, 2011), podendo-se inferir que o efeito de nucleação otimiza a hidratação dos grãos de cimento.

Ainda sobre o efeito fíler, cada material provoca uma tensão superficial específica sobre os produtos de hidratação, atraindo partículas e provocando o efeito de nucleação, o chamado de efeito físico-químico (TAYLOR, 1997; BERODIER e SCRIVENER, 2015). O calcário, por exemplo, promove uma aceleração de formação de produtos de hidratação maior em sua superfície quando comparados a outros materiais fílers. Para uma mesma idade de hidratação e com a mesma finura, é possível observar uma quantidade superior de C-S-H na sua superfície, o que não é observado no quartzo ou em outros MCS. Ou seja, o C-S-H nucleia preferencialmente na superfície do calcário. Provavelmente seja pela capacidade do calcário em se dissolver no pH alcalino e permitir a liberação de íons cálcio (JUILLAND et al., 2010; BENTZ et al., 2012; BERODIER, 2015).

A adição do fíler calcário também pode introduzir na hidratação do cimento um efeito químico, o que, até pouco tempo, era um aspecto pouco discutido no meio técnico em geral. Na presença de alumínio os carbonatos do calcário podem reagir, levando à formação de carboaluminatos. No entanto, esta reação é limitada pela quantidade de aluminatos presentes na composição do cimento (ANTONI, 2012). Esse aspecto será discutido nos capítulos subsequentes.

As normas técnicas regulam o uso e limitam o teor de fílers em cimentos Portland. No Brasil, até 2018, era permitido adição de material carbonático de até 10% como fíler em cimentos compostos. Em 2018, entrou em vigor uma nova norma, NBR 16697 (ABNT, 2018), que permite adição de até 25% para cimentos de uso estrutural e até 50% para cimentos de uso não estrutural. Na Europa é permitido adição de até 35% de calcário no cimento, conforme especificado na EN 197-1 (CEN, 2011). A norma brasileira ainda define que o material carbonático utilizado no cimento deve conter no mínimo 75% de  $\text{CaCO}_3$ .

As normas técnicas limitam o uso de material carbonático, porém estudos vem sendo realizados em até 70% de fíler em substituição ao clínquer em cimentos Portland. John et al. (2018) através do estado da arte sobre uso de fílers em cimentos de menor impacto ambiental afirmam que novas tecnologias permitem substituição de até 70% de clínquer por fílers inertes, que compensam o efeito de diluição do aglomerante. Porém, para obter uma baixa demanda de água de reologia adequada é necessário otimizar o empacotamento das partículas dos materiais. É necessário utilizar clínquer com distribuição de tamanho de partículas adequada para garantir a hidratação, utilizar fílers de diluição que possuam o mesmo tamanho de partícula que o cimento, um fíler ultrafino que diminua o volume de poros entre partículas e um dispersante para prevenir a aglomeração de partículas para que não interrompem a mobilidade dos grãos.

John et al. (2018) explicam ainda que os estudos mostram que não há razões técnicas que limitam apenas ao uso de calcário de elevada pureza em relação a calcita como fílers. Portanto, outras fontes de fílers podem ser utilizados, como dolomitas e outros minerais. Kirshnan e Bishnoi (2018) estudaram a hidratação de pastas produzidas com cimentos ternários utilizando os minerais calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) e a dolomita ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ). Os autores concluíram que a dolomita possui capacidade de liberar ânions  $\text{CO}_3^-$  da mesma forma que a calcita. Porém, a dolomita possui uma taxa de dissolução menor que a calcita, sugerindo que a dolomita reage de forma mais lenta em sistemas com cimento Portland. O estudo ainda mostrou que o impacto do uso da dolomita em sistemas de cimento ternário resultou um comportamento similar aos sistemas com calcita, em termos de grau de hidratação das fases de clínquer e em relação aos produtos formados.

Em síntese, o uso de calcário como adição em cimentos Portland já é algo consagrado na literatura e é normatizado para a sua utilização em cimentos comerciais. Até então, os estudos e o seu uso são focados no efeito físico na hidratação do cimento, o efeito fíler. Todavia, estudos mais recentes mostram que ele possui capacidade de reagir com aluminatos presentes no meio aquoso e formar fases hidratadas. Embora estudos vem mostrando que é possível utilizar elevados teores desse material na composição de cimentos, o teor de material carbonático em cimentos Portland é limitado pela norma brasileira NBR 16697 (ABNT, 2018), mínimo de 75%.

### 3 CIMENTO LC<sup>3</sup>

O cimento LC<sup>3</sup> é uma composição ternária de cimento Portland, argila calcinada e calcário. As reações de hidratação e a cinética entre os compostos do cimento LC<sup>3</sup> já são conhecidas no meio científico, portanto esse cimento se refere à otimização de sistemas já conhecidos (LC<sup>3</sup>, 2017b).

Nesse capítulo serão abordadas e discutidas as reações que ocorrem durante a hidratação do LC<sup>3</sup>, em base na literatura clássica e nos estudos que vem sendo desenvolvidos na atualidade. As três reações principais desse cimento são: a reação de hidratação do Cimento Portland, a reação pozolânica e reação entre a argila calcinada e o calcário.

#### 3.1 REAÇÃO DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO PORTLAND

A definição de cimento Portland é dada como um cimento hidráulico produzido pela pulverização de clínqueres que consistem essencialmente de silicatos de cálcio cristalinos, e uma pequena quantidade de um ou mais formas de sulfato de cálcio e acima de 5% de adição de calcário (MEHTA e MONTEIRO, 2011).

Os compostos principais do clínquer Portland são os silicatos e aluminatos, conforme descrito na Tabela 3. Além desses compostos também há outros óxidos em quantidades menores como MgO, TiO<sub>2</sub>, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O e Na<sub>2</sub>O. Esses óxidos são chamados de óxidos secundários, por estar em menor quantidade na composição do cimento (NEVILLE, 2016).

Tabela 3 – Principais compostos do Cimento Portland.

<b>Nome do composto</b>	<b>Composição em óxidos</b>	<b>Abreviatura</b>
Silicato tricálcico	3CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> S
Silicato dicálcico	2CaO.SiO <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> S
Aluminato tricálcico	3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> A
Ferroaluminato tetracálcico	4CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> AF

Fonte: Neville (2016).

A hidratação do cimento ocorre devido a reação dos compostos do cimento anidro com água, que leva a formação de novos compostos de baixa solubilidade em água e mudanças físico-mecânicas, a formação de uma massa firme e dura denominada de pasta de cimento endurecida (ODLER, 1998; NEVILLE, 2016).

Diversos compostos químicos são formados durante a hidratação do cimento e a composição estequiométrica é bastante variável. Em alguns casos, compostos passam por

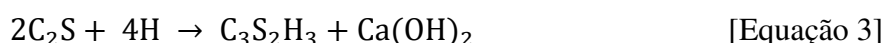
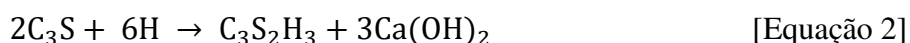


transformações químicas ao longo do tempo para formar produtos mais estáveis. A formação desses compostos depende de diversos fatores, como temperatura, pH da solução e concentração dos diferentes íons ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ ,  $\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ) que compõe o meio aquoso durante a hidratação (EPFL, 2017). Nos capítulos subsequentes serão estudados os principais produtos hidratados formados.

### 3.1.1 Compostos formados pelo $\text{C}_3\text{S}$ e $\text{C}_2\text{S}$

O silicato tricálcico está presente em maior quantidade na composição do cimento e é o composto mais importante do cimento Portland, pois contribui extensivamente no endurecimento da pasta hidratada. O  $\text{C}_3\text{S}$  é responsável pelo ganho de resistência nas primeiras idades, enquanto que o  $\text{C}_2\text{S}$  contribui com a resistência a longas idades. O silicato dicálcico reage mais lentamente do que o silicato tricálcico, por isso contribui com o ganho de resistência em idades avançadas (ODLER, 1998; TAYLOR, 1997).

A hidratação desses compostos leva a formação do silicato de cálcio hidratado, também denominado na literatura por C-S-H, e portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ). A formação do C-S-H é complexa e encontrada no cimento hidratado com diferentes relações entre seus compostos, por isso é representado com hífen. As Equações 2 e 3 apresentam as reações de formação dos silicatos, com estequiometria aproximada (ODLER, 1998; NEVILLE, 2016; MEHTA, MONTEIRO, 2011).



Em termos de massa, o  $\text{C}_3\text{S}$  produz mais portlandita do que o silicato dicálcico, como pode ser visto nas Equações 2 e 3. O hidróxido de cálcio possui uma estrutura em lâminas hexagonais, cuja a solubilidade decresce com o aumento da temperatura. A portlandita não contribui com o ganho de resistência e reduz a durabilidade da pasta de cimento em ambientes ácidos e sulfatados (TAYLOR, 1997; MEHTA e MONTEIRO, 2011).

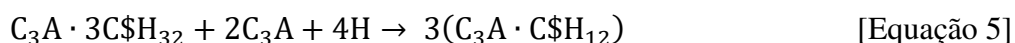
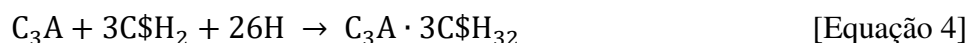
Quando se há substituição parcial de cimento por materiais cimentícios entende-se que a química será diferente, pois formará produtos hidratados diferentes daqueles produzidos com cimento convencional. Por exemplo, em cimentos com MCS que contenham elevado teor de  $\text{SiO}_2$ , a relação Ca/Si do C-S-H muda de ~1,5-1,9 para 1,5 ou menos, enquanto que a relação Al/Si pode aumentar para aproximadamente 0,25 (LOVE, RICHARDSON e BROUGH, 2007).

### 3.1.2 Compostos formados pelo C<sub>3</sub>A e C<sub>4</sub>AF

A formação de produtos a partir das fases de aluminatos ocorre em proporções bem menores quando comparado a formação de silicato de cálcio hidratado (C<sub>3</sub>S e C<sub>2</sub>S), já que os aluminatos estão presentes em menor quantidade no cimento. Mesmo assim, não deixam de ser importantes em razão do seu comportamento durante a hidratação e o seu relacionamento com as outras fases do cimento (NEVILLE, 2016).

A reação de hidratação do C<sub>3</sub>A com a água é instantânea e com liberação de grande quantidade de calor de hidratação. Por isso, esse processo é desacelerado através da adição de gipsita (CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O). Scrivener (2017) afirma que a etringita não cria uma barreira impedindo que água entre em contato com a partícula de C<sub>3</sub>A anidra contrariando a teoria clássica, mas explica que os íons de sulfatos dissolvidos se aderem na superfície do C<sub>3</sub>A diminuindo a solubilidade do composto no meio aquoso.

Mehta e Monteiro (2011) e Neville (2016) explicam que a desaceleração da hidratação ocorre devido a rápida solubilização de gipsita que enfraquece a solubilidade do C<sub>3</sub>A, devido a presença de hidroxilas, álcalis e íons de sulfato. Geralmente, o primeiro composto que se cristaliza é a etringita, também denominado de alto sulfato ( $C_3A + 3C\$\text{H}_2 + 26H \rightarrow C_3A \cdot 3C\$\text{H}_{32}$  [Equação 4]). Segue-se por um fluxo contínuo de calor, mas de reação lenta, até o completo consumo de sulfato (MINARD et al., 2007). Depois de todo o gesso ter sido consumido, o C<sub>3</sub>A ainda presente reagirá com a etringita para formar monossulfato, que é a hidratação secundária dos aluminatos ( $C_3A \cdot 3C\$\text{H}_{32} + 2C_3A + 4H \rightarrow 3(C_3A \cdot C\$\text{H}_{12})$  [Equação 5] (MEHTA e MONTEIRO, 2011; NEVILLE, 2016).



Além da etringita e do monossulfato, há outros tipos de compostos formados a partir dos do C<sub>3</sub>A e C<sub>4</sub>AF durante a hidratação do cimento, que podem dar origem a compostos de três famílias distintas, as fases AFt, AFm e hidrogranada.

### 3.1.2.1 Fases AFt

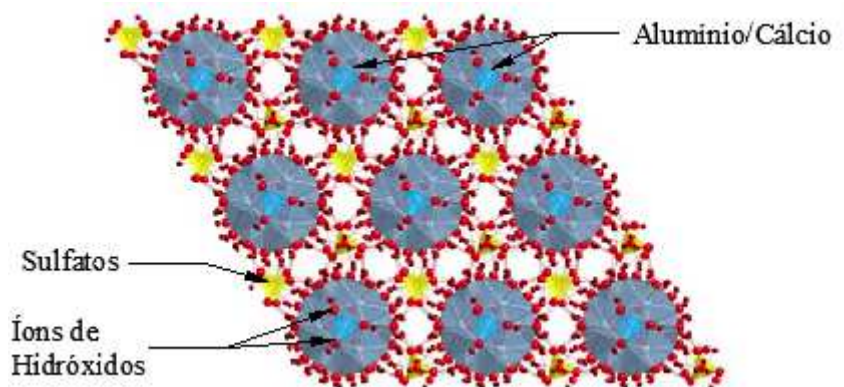
A etringita, que é o primeiro composto formado durante a hidratação, faz parte do grupo de fases AFt. A nomenclatura AFt vem da denominação inglesa de *aluminato ferrite tri*, pois os compostos são formados a partir de Al e/ou Fe, oriundo do  $C_3A$  e  $C_4AF$ , e três moléculas de sulfato de cálcio ( $3C$ ), por isso o termo *tri*. Na etringita, por exemplo, para cada molécula de  $C_3A$  há três moléculas de sulfato de cálcio e diversas de água, conforme a  $C_3A \cdot 3C \cdot H_{32}$

[Equação 6 (EPFL, 2017, grifo nosso):



Etringita possui morfologia em forma de agulhas prismáticas, é caracterizada por alta quantidade de água, e baixa densidade  $1,8\text{g/cm}^3$ , e boa capacidade de preencher vazios. A estrutura cristalina da etringita está apresentada na Figura 6, onde é possível ver que o composto por espécie de “colunas” formados por hidróxidos de alumina e cálcio e cercado de íons de hidróxidos e entre as “colunas” encontram-se moléculas de sulfatos (ODLER, 1998; EPFL, 2017).

Figura 6 – Estrutura cristalina da etringita.



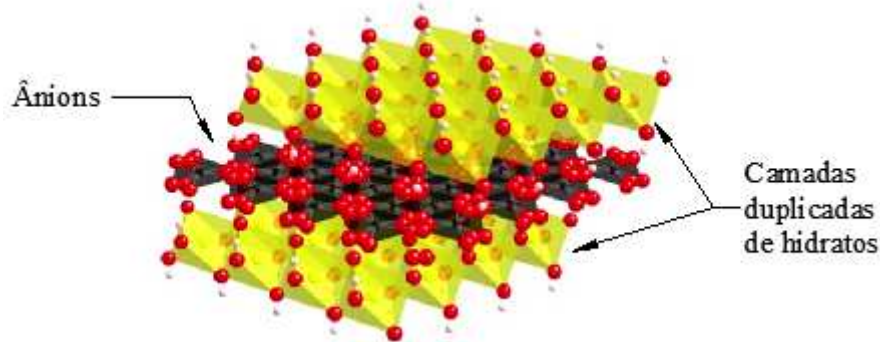
Fonte: Adaptado Hartman e Berliner (2006) depois de EPFL (2017).

### 3.1.2.2 Fases AFm

Os monossulfoaluminatos e os monocarboaluminatos fazem parte do grupo de fases AFm e começam a ser formados após algumas horas de hidratação por serem produto de transformação química da etringita. A nomenclatura desse grupo também vem de um termo inglês, *aluminato ferrite mono*. Os compostos são formados por Al e/ou Fe e uma molécula de

cálcio (C), por isso o termo *mono*. Dentro dessa família ainda existem outros grupos de compostos, que se diferem pelo tipo de empilhamento. No cimento hidratado são encontrados compostos pertencentes ao grupo das hidrocalumita de estrutura 2:1.

Figura 7 – Estrutura cristalina da fase AFm.



Fonte: Adaptado de EPFL (2017)<sup>1</sup>.

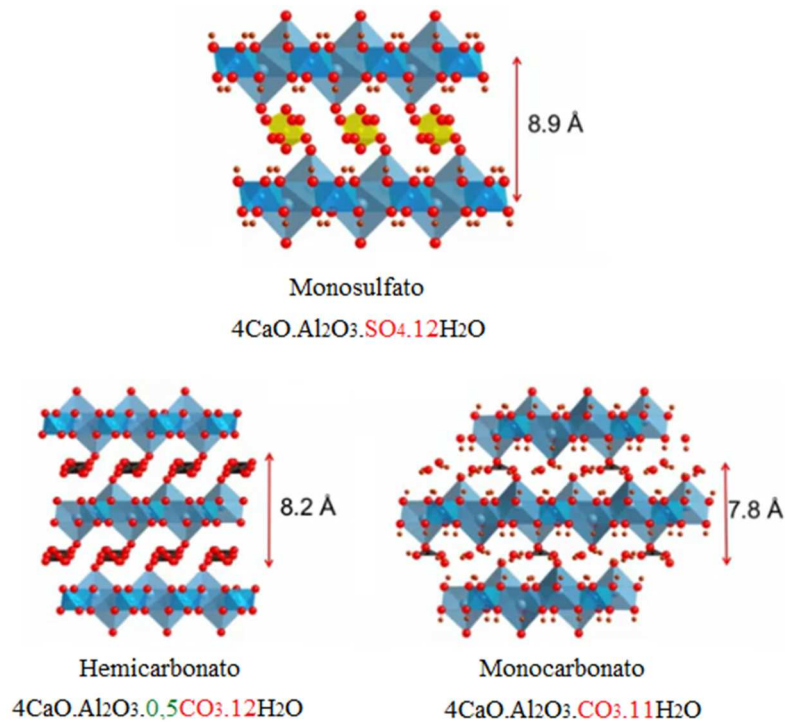
A Figura 7 mostra o empilhamento das folhas da fase AFm. A estrutura cristalina desses compostos possui camadas duplicadas subsequentes de hidróxidos, representadas pela fórmula  $[(M_{1-x}M_x^{3+})(OH)_2]^{x+}$ , e entre as camadas estão localizados os ânions (EPFL, 2017, grifo nosso).

Nos produtos do cimento hidratado, as camadas duplicadas são compostas por o íon  $Ca^{2+}$  que substitui o  $M^{2+}$  da fórmula,  $Al^{3+}$  corresponde ao  $M^{3+}$ , sendo a proporção Ca:Al = 2:1. Em alguns casos pode haver a substituição de Fe por Al. O que difere um composto para outro, é justamente o tipo de ânion que está combinado entre as camadas, que podem ser sulfatos ( $SO_4^{2-}$ ), carbonatos ( $CO_3^{2-}$ ) ou hidroxilas ( $OH^-$ ) (EPFL, 2017).

---

<sup>1</sup> Estrutura atômica originalmente descrita por Bellotto et al. (1996).

Figura 8 – Estrutura cristalina do monossulfato, hemicarbonato e monocarbonato.



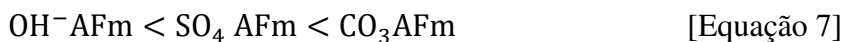
Fonte: Adaptado de EPFL (2017)<sup>1</sup>.

A fase formada depende da combinação dos diferentes tipos de ânions, por exemplo, monossulfato, hemicarbonato e monocarbonato, conforme mostra a Figura 8 (SCRIVENER, 2017; EPFL, 2017).

A formação de monossulfato, como já visto, é devido a adição de gipsita no cimento Portland. As fases hemi e monocarbonato são formados devido a presença de carbonatos oriundo de adições de calcário, fonte de calcita ( $\text{CaCO}_3$ ).

Matschei, Lothenbach e Glasser (2007a) afirmam que diversas fases AFm podem coexistir na pasta de cimento hidratada  $\sim 25^\circ\text{C}$ , dependendo da atividade dos ânions principais (carbonatos, hidroxilas e sulfatos). As fases AFm são extremamente sensíveis a temperatura e o teor de ânions presentes. A forma como as fases estão presentes na pasta pode mudar significativamente, mesmo num intervalo pequeno de temperaturas, 0 a  $40^\circ\text{C}$ . A ordem de maior para menor estabilidade termodinâmica de ânions das fases AFm é dada pela  $\text{OH}^- \text{AFm} < \text{SO}_4 \text{AFm} < \text{CO}_3 \text{AFm}$  [Equação 7:

<sup>1</sup> Nota: Estrutura originalmente descrita por Runcevski et al. (2012) e Francois, Renaudin e Evrard (1998).



### 3.1.2.3 Hidrogranada

O terceiro grupo, que está presente em pequena quantidade, é a hidrogranada. A formação dessa fase é reduzida ou até inibida em presença de sulfatos. Em sistemas de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , logo nos primeiros minutos de hidratação, forma-se um gel que cresce na superfície das partículas do  $\text{C}_3\text{A}$ . Esse gel se transforma em cristais hexagonais que correspondem as fases AFm, como  $\text{C}_2\text{AH}_8$  e  $\text{C}_4\text{AH}_{19}$ . Conforme essas fases se precipitam, lentamente se transformam em  $\text{C}_3\text{AH}_6$ , isso ocorre mais ou menos 2 horas depois do  $\text{C}_3\text{A}$  entrar em contato com a água. Esse é o único aluminato de cálcio hidratado que possui estabilidade termodinâmica em temperatura ambiente e é capaz de formar soluções sólidas. A estequiometria comumente encontrada como fase hidrogranada é  $\text{C}_3\text{AH}_6$ , no entanto já foram registradas outras estequiometrias para a mesma fase (ODLER, 1998; NEVILLE, 2016).

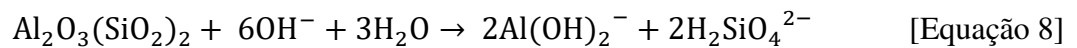
Apenas uma pequena parcela dos aluminatos forma compostos pertencentes ao grupo de fase hidrogranada. A maior parte dos aluminatos reage com os sulfatos que são adicionados, justamente para desacelerar o processo de hidratação. Porém, boa parte do Fe precipita como fase hidrogranada. O Fe possui baixa mobilidade iônica em alta solução alcalina, não combina em muita quantidade com a fase AFt e nem com AFm, e por isso acabam por se combinar como  $\text{C}_3\text{FH}_6$  ou hidrogranada silicosa (ODLER, 1998, EPFL, 2017). Esse comportamento corrobora com os estudos de Dilnesa et al. (2014a), Dilnesa et al. (2014b) e Lothenbach, Dilnesa e Wieland (2012), cujas análises termodinâmicas indicam que o ferro contendo hidrogranada silicosa é a fase de hidrato com ferro mais estável do cimento Portland hidratados, enquanto que as fases Fe-monossulfato, monocarbonato e Fe-etringita são significativamente menos estáveis.

## 3.2 REAÇÃO ENTRE A ARGILA CALCINADA E A PORTLANDITA

As argilas calcinadas são materiais silicoaluminosos, e consideradas como pozolanas, por ter em sua constituição sílica em forma reativa. Por si só, elas não possuem propriedades cimentantes, mas quando adicionadas em uma solução fortemente alcalina, como é o caso da pasta de cimento, reagem com o hidróxido de cálcio, formando produtos hidratados hidráulicos, o silicato de cálcio hidratado (CINCOTTO, 2011; MEHTA e MONTEIRO, 2011; ABNT, 2014).

O grau de reatividade das argilas calcinadas é relacionado com diversos fatores como o grau de amorfismo, quantidade de caulinita amorfa, relação de cal/pozolana, temperatura de calcinação, temperatura da pasta e área superficial (MASSAZZA, 2004; TIRONI et al., 2012). Já, o tipo de produto cristalino formado depende, principalmente, da relação entre metacaulinita/portlandita e da temperatura do meio (MURAT, 1983).

A reação pozolânica é baseada na interação entre a argila calcinada, a portlandita e a água, produzindo fase C-S-H adicional e as fases C-A-H e C-A-S-H. O ambiente alcalino, característico da matriz cimentícia, é resultado do elevado teor de álcalis do clínquer e a formação de hidróxido de cálcio. O pH elevado provoca a dissolução de íons hidroxila, fornecido pela dissolução do hidróxido de cálcio, e se juntam com a pozolana, quebrando a rede  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  (FERNANDEZ, 2009). Essa reação é característica da reação pozolânica do metacaulim e é expressa de forma genérica pela  $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{SiO}_2)_2 + 6\text{OH}^- + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow 2\text{Al}(\text{OH})_2^- + 2\text{H}_2\text{SiO}_4^{2-}$  [Equação 8].



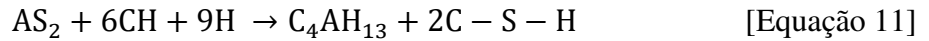
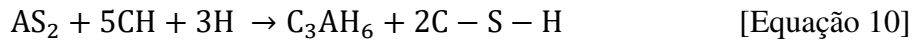
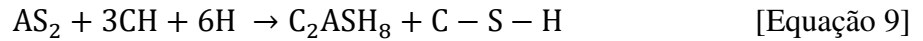
Após o processo de dissolução, o produto final reage com os íons disponíveis de  $\text{Ca}^+$  e  $\text{OH}^-$  para produzir C-S-H e fases AFm. Em geral, primeiro precipita a fase C-S-H como resultado da reação entre a sílica e os íons  $\text{Ca}^{2+}$ . A quantidade depende principalmente da relação Si/Al do material original (RICHARDSON, 2008). Quando há concentrações elevadas de alumina, no caso do metacaulim, percebe-se um aumento da incorporação de alumina na estrutura C-S-H, dessa forma ocorre a precipitação adicional de C-A-S-H (RICHARDSON e GROVES, 1993).

Matschei, Lothenbach e Glasser (2007a) explicam que a fase C-A-S-H mais comum para metacaulim é como *stratlingite* ( $\text{C}_2\text{ASH}_8$ ), pertencente a fase AFm. Porém, Krishnan e Bishnoi (2018) afirmam que a condição básica para a presença de *stratlingite* é o esgotamento de portlandita no sistema. Outros tipos de fases aluminatos podem formar teoricamente, como hidrogranada ( $\text{C}_3\text{AH}_6$ ) ou  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$ . A formação de  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$  ocorre quando grande quantidade de hidróxido de cálcio está disponível, porém é estabilizado na forma de hemicarbonato na presença de pequenos teores de calcário (MURAT, 1983; ANTONI et al., 2012). Murat (1983)

sugere que a reação química genérica em temperatura ambiente ocorre conforme a  $\text{AS}_2 + 3\text{CH} + 6\text{H} \rightarrow \text{C}_2\text{ASH}_8 + \text{C} - \text{S} - \text{H}$  [Equação 9, a  $\text{AS}_2 + 5\text{CH} + 3\text{H} \rightarrow \text{C}_3\text{AH}_6 +$

$2\text{C} - \text{S} - \text{H}$  [Equação 10 e  $\text{AS}_2 + 6\text{CH} + 9\text{H} \rightarrow \text{C}_4\text{AH}_{13} + 2\text{C} - \text{S} - \text{H}$

[Equação 11



Os efeitos da reação pozolânica nas propriedades do concreto já foram amplamente discutidos na literatura, e por isso será brevemente discutido neste estudo. Em suma, a reação pozolânica consome o hidróxido de cálcio presente na pasta de cimento, contribuindo na durabilidade de concretos através do aumento da resistência a ataques químicos, como carbonatação, lixiviação, sulfatos, penetração de cloretos e reação álcali-agregado. Além disso, contribui significativamente no ganho de resistência mecânica (MASSAZZA, 2004; DAL MOLIN, 2005).

Geralmente, pastas com MCS possuem menor calor de hidratação. A redução do calor de hidratação está relacionada com a menor quantidade de clínquer na composição do cimento. A reação pozolânica é mais lenta, pois se inicia depois que o hidróxido de cálcio é formado. Em alguns casos, como nas superpozolanas, já foram reportados casos em que a redução do calor de hidratação foi compensada, já que as pozolana também atuarem como pontos de nucleação na matriz cimentícia (MEHTA E MONTEIRO, 2011; DAL MOLIN, 2011).

A reação dos materiais cimentícios suplementares geralmente se inicia depois do pico principal decorrente da reação do  $\text{C}_3\text{S}$ . Logo, durante as primeiras horas pastas contendo clínquer e MCS, as partículas de MCS são inertes. Porém, a presença física desses materiais acelera a hidratação das fases do clínquer, através do efeito fíler (BERODIER e SRIVENER, 2014).

Pelos aspectos apresentados, é possível concluir que a reação pozolânica entre a argila calcinada e o portlandita é um pouco diferente de outras pozolanas, que comumente são compostos majoritariamente por sílica. As argilas calcinadas, além do silício, possuem elevado teor de alumínio em sua composição. Além de formar C-S-H, também ocorre a formação de compostos com que contém alumínio. Por exemplo, a *stratlingite* ( $\text{C}_2\text{ASH}_8$ ), hidrogranada ( $\text{C}_3\text{AH}_6$ ) e  $\text{C}_4\text{AH}_{13}$ . A forma em que esses aluminatos precipitam depende de diversos fatores, entre eles disponibilidade de CH, amorfismo da argila calcinada, presença de carbonatos etc.



### 3.3 REAÇÃO ENTRE A ARGILA CALCINADA E O CALCÁRIO

Embora pouco discutido na literatura, o efeito químico do carbonato de cálcio na formação dos produtos de hidratação do cimento Portland já é conhecido a bastante tempo. A maioria dos cimentos Portland brasileiros já possuem adição de calcário. Assim, as fases de carboaluminatos aparecem como o produto da reação entre diversos aluminatos de cálcio hidratado do cimento ou alumina da argila calcinada e carbonato de cálcio da adição de calcário (IPAVEC et al., 2011).

Quando o material carbonático é adicionado juntamente com argila calcinada, a alumina extra presente no sistema induz a reação química da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), que resulta na formação dos compostos hemi e monocarboaluminatos (Hc e Mc). A formação desses compostos inibe a formação de monossulfoaluminato assim a etringita permanece mais tempo no sistema (DAMIDOT et al., 2011; DE WEERDT et al., 2011a; ANTONI, 2013). Importante ressaltar que essa é uma tendência, pois diferentes tipos de fases AFm podem coexistir na pasta de cimento, já que a formação desses compostos depende da atividade dos ânions principais (MATSCHEI, LOTHENBACH e GLASSER, 2007a).

Em relação as fases carboaluminatos, primeiro há a formação de hemicarbonato  $\text{C}_4\text{A}\text{C}_{0,5}\text{H}_{12}$  (conforme notação de química do cimento)<sup>1</sup> e conversão gradual para monocarboaluminato,  $\text{C}_4\text{A}\text{C}_{0,5}\text{H}_{12}$ . Essa conversão geralmente começa a partir do sétimo dia, observando-se a conversão total do hemicarbonato em idades avançadas (IPAVEC et al., 2011).

Esse comportamento é justificado pela disponibilidade de aluminatos ser muito maior do que disponibilidade de carbonatos em idades iniciais. Por isso, a relação de massa molar de carbonato efetiva é suficientemente baixa que favorece a formação e condiciona a estabilidade do hemicarboaluminato. Apenas depois de algum tempo essas restrições são eliminadas, ou seja, em idades avançadas essa relação  $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  aumenta, e favorece a transformação para monocarbonato (IPAVEC et al., 2011).

A formação das fases AFm e AFt é complexa e depende de diversos fatores, por exemplo (MORSE e ARVIDSON, 2002; CHOU, GARRELS, WOLLAST, 1989; MATSCHEI, LOTHENBACH e GLASSER, 2007b; ZAJAC, 2014):

---

<sup>1</sup> Notação da química do cimento: C= $\text{CO}_2$ , A= $\text{Al}_2\text{O}_3$ , C= $\text{CaO}$ , H= $\text{H}_2\text{O}$ .

- a) a estabilidade da etringita, hemicarbonato e a calcita dependem da relação da massa molar  $SO_3/Al_2O_3$  e  $CaO/Al_2O_3$ ;
- b) O hemicarbonato é estável em uma baixa relação  $CaO/Al_2O_3$  e instável em um ambiente com excesso de calcita;
- c) temperatura tem influência significativa no desenvolvimento das fases AFm;
- d) A dissolução da calcita é relativamente rápida em ambiente neutros e alcalino moderado, e diminui significativamente em pH abaixo de 6;
- e) A quantidade de calcita reativa é limitada pela disponibilidade de alumina para a formação de Hc e Mc;
- f) A calcita começa a reagir somente quando o gesso é esgotado. E quanto maior o teor de sulfato presente, maior será formação de etringita e o retardo no tempo da formação de Hc;
- g) A formação de Hc é mais rápida que a de Mc, mesmo na presença de quantidade excedente de calcita.

A presença de calcário finamente moído permite a formação de monocarbonato e também estabiliza indiretamente a etringita à custa do monossulfato. A estabilização da etringita na presença de calcita permite um aumento no volume total de produtos de hidratação, porque a etringita possui um volume maior que as fases AFm. Essa diferença de volume leva uma diferença em porosidade e resulta no ganho de resistência mecânica (LOTHENBACH et al., 2008; ZAJAC et al., 2014).

Damidot et al. (2011) explicam que as fases hemicarboaluminatos e monocarboaluminatos, ocupam volume maior de hidratos sólidos alojados nos poros do concreto, promovendo o preenchimento de vazios e redução da porosidade da matriz da pasta. Essa propriedade favorece o comportamento mecânico do concreto no desempenho mecânico, devido ao ganho de resistência.

Em suma, a disponibilidade de um teor extra de alumina, em sistemas que contém calcário, permite formação de quantidade maior de fases carboaluminatos. A formação das fases hemi e monocarbonato ao invés de monossulfato está ligada com a maior estabilidade termodinâmica dos carbonatos em relação aos sulfatos. Por isso, a etringita permanece estável no sistema ao longo do tempo. Primeiro ocorre a precipitação de hemicarbonato e a gradual transformação em monocarbonato, devido a liberação gradativa de alumina com o avanço da hidratação do cimento, E, por fim, etringita e as hemi e monocarbonatos possuem volume maior quando comparados aos monossulfatos, contribuindo com o preenchimento de vazios na matriz cimentícia e com o ganho de resistência mecânica.

## 4 MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DE POZOLANICIDADE E DA HIDRATAÇÃO DE CIMENTOS

Conforme Cincotto (2011), a identificação das fases que se formam durante a hidratação do cimento Portland é de extrema complexidade, pois diversos fatores influenciam na evolução da hidratação como um todo. Qualquer cimento pode ter sua reatividade avaliada a qualquer idade de hidratação. Através de diferentes técnicas é possível fazer esta análise, em base na:

- a) Quantificação do teor de água quimicamente combinada na transformação das espécies químicas anidras e hidratadas;
- b) Quantificação dos produtos hidratados;
- c) Determinação da evolução do calor de reação em função do tempo e temperatura máxima atingida;
- d) Evolução do endurecimento pela determinação das propriedades mecânicas em pasta.

### 4.1 MÉTODOS DE ANÁLISE DE POZOLANICIDADE

As argilas calcinadas são materiais cimentícios suplementares promissores como pozolanas em cimento de menor impacto ambiental. Ao longo do tempo diversos métodos foram desenvolvidos para analisar a atividade pozolânica dos materiais cimentícios suplementares (TIRONI et al., 2013). Diversos métodos de análise já foram propostos na literatura para analisar a atividade pozolânica de materiais cimentícios suplementares.

Conforme Donatello, Tyrer e Cheeseman (2010), os testes podem ser divididos em dois grupos: métodos diretos, que medem o consumo de portlandita pela reação pozolânica (titulação química, DRX e AT) e métodos indiretos, que medem a mudança de propriedades relacionadas com a atividade pozolânica (resistência mecânica (IAP), condutividade elétrica, calorimetria).

Atualmente, a técnica de quantificação do consumo de hidróxido de cálcio do cimento é amplamente utilizada. Porém, muito destes métodos não correlacionam muito bem a atividade pozolânica com a resistência mecânica dos cimentos pozolânicos. Além disso, a grande maioria destes testes precisam de um tempo prolongado para que se tenha os resultados de pozolanicidade, que são os casos de Método Fratini e IAP, por exemplo (AVET et al., 2016).

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os principais métodos de análise de pozolanicidade que são atualmente empregados na literatura.

#### 4.1.1 Método Fratini

Este ensaio é regulamentado no Brasil pela NBR 5753 (ABNT, 2016), embora seja conhecido na literatura internacional como *Fratini test*. Esse método determina a pozolanicidade de cimentos pozolânicos, através da comparação de concentração de íons cálcio, expressa como óxido de cálcio, presente em solução aquosa em contato com o cimento hidratado, após um período de tempo fixado, e a quantidade de íons cálcio capaz de saturar uma solução de mesma alcalinidade. A leitura é realizada aos 8 e 15 dias. Assim, o cimento satisfaz o ensaio, ou seja, o resultado é positivo se a concentração de íon cálcio na solução for menor do que a concentração saturada.

$$[CaO] = \frac{350}{([OH]-15,0)} \quad \text{[Equação 12]}$$

Onde:

CaO=íons de cálcio (expressos como óxido de cálcio), expressos em milimoles por litro (mmol/L)

OH = concentração de íon hidroxila, expressa em milimoles por litro (mmol/L)

Essa técnica é amplamente utilizada na literatura para determinar a pozolanicidade de cimentos com adições pozolânicas (DONATELLO et al., 2010, PONTES, 2011; TIRONI, et al., 2013; TIRONI, et al., 2014; IRASSAR et al. 2014; FERNANDES, 2018). Irassar et al. (2014) analisou dois tipos de resíduos cerâmicos e diferentes teores de adição em idades diferentes. Para os resíduos testados, os resultados de 28 dias ficaram abaixo da curva de saturação, enquanto que aos 7 dias os resultados ficaram bem próximos a curva de saturação e apenas cimentos com 24% ou mais de adição se mostraram pozolânicos.

No estudo de Fernandes (2018) foram analisados cimentos com 20% de RCV e MC. A mistura de cimento contendo RCV ficou abaixo da curva de saturação apenas a partir dos 28 dias. Nas amostras contendo metacaulim, observou-se que os resultados de Fratini ficaram abaixo da curva de solubilidade de CaO em todas as idades estudadas pela autora, 7, 28 e 63 dias. Nos estudos de Tironi et al. (2014), que utilizaram o metacaulim, é possível observar que amostras analisadas a 2 dias de hidratação já possuem atividade pozolânica e quanto maior o teor de substituição e o tempo de hidratação, maior o consumo de CaO e OH

#### 4.1.2 Análise térmica aplicada ao estudo de pozolanicidade

A análise térmica permite análise química e composicional de determinado material a partir de uma pequena quantidade de amostra. Na técnica de termogravimetria, a amostra é submetida a um aquecimento gradativo resultando em variação de massa que é registrado pelo equipamento. A variação da massa é resultante de transformação física (sublimação, evaporação, condensação) ou química (degradação, decomposição ou oxidação) (MOTHÉ e AZEVEDO, 2009).

A perda de massa decorrente da desidroxilação do hidróxido de cálcio é computada no ensaio, permitindo a quantificação desse material. Essa é uma técnica que também é utilizada para estudar pastas de cimento que contém adição mineral, pois permite quantificar o consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  durante a hidratação, e determinar a pozolanicidade do material (DWECK et al., 2009). Exemplos de estudos sobre atividade pozolânica pelo método da análise térmica, serão discutidos no item 4.2.1.

#### 4.1.3 Índice de Atividade Pozolânica

No Brasil o Índice de Atividade Pozolânica (IAP) determina a atividade pozolânica de adições pozolânicas, testando o desempenho mecânico aos 7 dias, porém é regida por duas normas distintas. A NBR 5751 (ABNT, 2015) determina o IAP com cal e a NBR 5752 (ABNT, 2014) com cimento Portland. O IAP do metacaulim é determinado pela NBR 15894-2 (ABNT, 2010), com cimento Portland aos 7 dias.

Sendo que a diferença entre a NBR 5752 (ABNT, 2014) e NBR 15894-2 (ABNT, 2010) está no teor de substituição 25% e 15%, respectivamente. E, também no IAP que a argamassa deve apresentar,  $\text{IAP} \geq 90\%$  aos 28 dias e a  $\text{IAP} \geq 105\%$  aos 7 dias, respectivamente.

Baldusco et al. (2017) propôs um estudo sobre a redução do CP's para os ensaios mecânicos. Ao invés de utilizar corpos de prova produzidos com argamassa em cilindros de 50 mm de diâmetro e 100mm de altura, produziram pastas e moldaram em CP's de 27 mm de diâmetro por 54 mm de altura. Comparando o desempenho mecânico dos dois métodos, os autores observaram uma tendência de comportamento representada por uma reta de elevada confiabilidade, com  $R^2$  de 0,9834.

Da mesma forma Fernandes (2018) comparou os resultados de resistência à compressão de amostra de argamassas moldadas em corpos prova prismáticos de 40 mm por 40 mm por 160 mm com pastas moldadas em corpos de prova cilíndricos de 16,5 mm de diâmetro por 33

mm de altura A autora também encontrou uma tendência de comportamento, porém com menor confiabilidade, já que a correlação linear encontrada foi de 0,7419. O aumento na variabilidade dos resultados foi atribuído ao fato da argamassa ter sido moldada em CP's prismáticos e não cilíndricos, conforme sugerido por Baldusco et al. (2017).

#### **4.1.4 Método Chapelle modificado**

O método analisa a capacidade determinada adição mineral em fixar cal, em função da atividade pozolânica. No ensaio são homogeneizados 1 grama de cal, 2 gramas de adição mineral em um Erlenmeyer polimérico com 250mL de água durante 16h  $\pm$ 2h à 90°C. O método Chapelle modificado indica o potencial máximo da atividade pozolânica de determinada adição mineral, pois as condições de ensaio por ser em solução, sob agitação e ter sua reação acelerada pela elevada temperatura, acabam potencializando a sua reatividade. No Brasil, esse método é regido pela NBR 15985 (ABNT, 2010). Os autores originais do método Raverdy et al. (1980) classificam materiais pozolânicos aqueles materiais que são capazes de fixar mais de 330mgCaO/g de adição ou 436mg Ca(OH)<sub>2</sub>/g de material.

Hoppe Filho et al. (2017) estudaram a atividade pozolânica do metacaulim pelo método de Chapelle modificado. O ensaio mostrou que a capacidade de fixação de cal da amostra de metacaulim foi de 1.193mgCa(OH)<sub>2</sub>/g de adição

## **4.2 MÉTODOS DE ANÁLISE DA HIDRATAÇÃO DE CIMENTOS**

### **4.2.1 Análise térmica aplicado ao estudo de hidratação de cimentos**

A análise térmica é amplamente utilizada para estudar os produtos de hidratação de pastas de cimento. Essa técnica é interessante pelo fato de que ela permite a quantificação de determinados compostos químicos como Ca(OH)<sub>2</sub>, CaCO<sub>3</sub>, e determinar o grau de hidratação, e assim realizar uma análise do seu comportamento em idades diferentes.

Deve-se definir alguns parâmetros a serem empregados nas análises térmicas de pastas de cimento, para não haver interferência nos resultados: tipo de cadinho, ou seja, o material que o compõe não pode reagir com a amostra e tampouco se deteriorar no intervalo de temperatura elencado para análise; taxa de aquecimento, pois dela dependem o detalhamento da decomposição do material em função da temperatura, bem como tempo de análise; tamanho da amostra, que depende do tamanho do cadinho, amostras muito pequenas podem ser pouco

representativas, amostras muito grandes (maiores do que 50 mg) podem interferir na exposição à elevação de temperatura; atmosfera de análise presente no forno, que deve ser constituída por atmosfera que não reaja com a amostra; intervalo de temperatura que leve à decomposição de todos compostos. Os dados compilados na Tabela 4 apresentam os parâmetros empregados em alguns estudos.

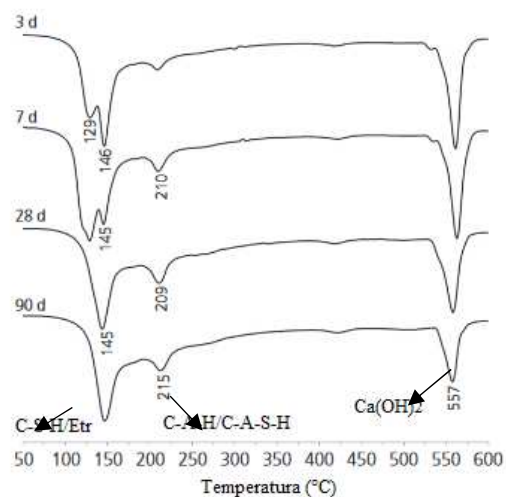
Tabela 4 – Parâmetros de ensaio de AT para pastas de cimento

Tipo de Cadinho	Taxa de aquecimento (°C/min)	Tamanho da amostra (mg)	Atmosfera	Pressão mL/min	Intervalo de Temperatura (°C)	Autor
Nd	15	20	Argônio	95	26 a 950	Stepkowska (2006)
Nd	10	40	N <sub>2</sub>	30	30 a 900	Antoni et al. (2012)
Platina	10	10	N <sub>2</sub>	100	30 a 1000	Dweck et al. (2009)
Nd	20	50	N <sub>2</sub>	Nd	30 a 980	DeWeerd et al. (2011)
Alumina	10 a 20	aprox. 50	N <sub>2</sub>	30-50	40 a 1000	Lothenbach, Durdzinski e DeWeerd (2016)

nd = não disponível.

Fonte: elaborado pela autora.

Figura 9 – Curva DTG de pastas de cimento com 50% de resíduo cerâmico ao longo do tempo



Fonte: Modificado de Mas et al. (2016)

Em análise de pastas de cimento contendo diferentes teores de adição de resíduo cerâmico para verificar a atividade pozolânica. Os autores encontraram os picos endotérmicos

típicos decorrentes da decomposição dos principais compostos de hidratação do cimento, como o pico de desidratação do C-S-H e etringita sobrepostos na região entre 100-180°C, o pico entre 520-580°C referente a desidroxilação da portlandita. Sendo que o pico característico da portlandita diminui em função do tempo, devido ao progresso da reação pozolânica. Além disso, os autores identificaram o pico na região 180-240°C referente desidratação do aluminato de cálcio hidratado e aluminossilicato de cálcio hidratado (C-A-H e C-A-S-H) nas pastas de cimento contendo 50% de adição de resíduo cerâmico (

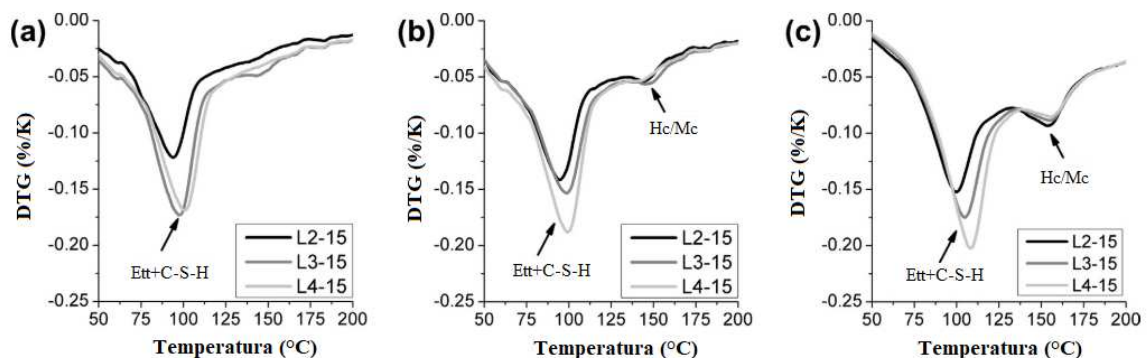
).

A quantificação do teor de CH presente em pastas de cimento contendo 25% de metacaulim e de RCV, foi realizada por Fernandes (2018) com o intuito de verificar a pozolanicidade do material, aos 28 dias de idade. A autora observou redução de 19% no teor de CH nas pastas com RCV em relação à pasta de referência e 68% nas pastas produzidas com MC. A autora também analisou pastas em relação às pastas produzidas com PQ, obtendo reduções de 36% e 60% respectivamente nas pastas com RCV e MC.

Através da curva TG/DTG, Ambroise, Maximilien e Pera (1994) concluíram que pastas de cimento contendo acima de 30% de metacaulim, consomem a portlandita e precipitam C-A-S-H, em forma de  $C_2ASH_8$  pouco cristalino. Amer e El-Hoseny (2017) também identificaram a decomposição de C-A-H/C-A-S-H em aproximadamente 200°C na curva TG/DTG de pasta contendo 20% de metacaulim.

Zajac et al. (2014) realizaram a análise térmica em amostras de pasta de cimento Portland em sistemas binários contendo apenas adição de calcário em diferentes teores, no intuito de verificar a reatividade de  $CaCO_3$ . As curvas de TG/DTG (Figura 10) indicaram a precipitação das fases AFm (hemi e monocarbonato) e a formação da AFt (etringita) já a partir do segundo dia.

Figura 10 – Análise das curvas DTG em pastas de cimento em a) 1 dia, b) 2 dias e c) 180 dias.



Fonte: traduzido de Zajac et al. (2014).

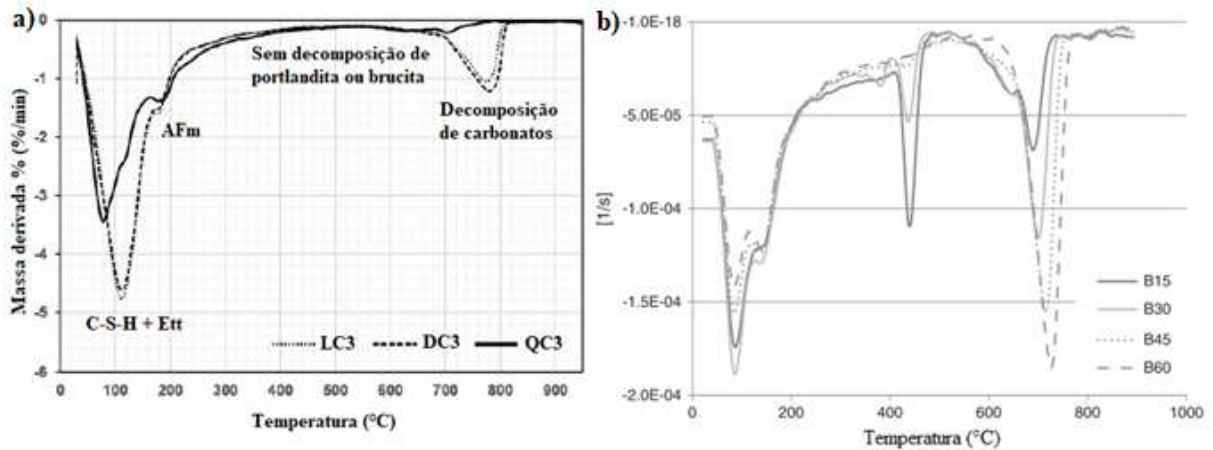


A análise térmica também foi amplamente utilizada para a identificação dos compostos formados na hidratação de pastas de cimentos ternários, tipo LC<sup>3</sup> (ANTONI et al., 2012, VANCE et al., 2013; KIRSCHNAN e BISHNOI, 2018). Vance et al. (2013) utilizaram a análise térmica para estudar os produtos de hidratação de pastas de cimentos ternários. As misturas foram produzidas a partir de cimento Portland e adição de: I) calcário e metacaulim e II) calcário e cinza volante. No primeiro dia de hidratação, as curvas TG/DTG foram registrados picos de perda de massa relacionados a desidratação de C-S-H e etringita, desidroxilação do Ca(OH)<sub>2</sub> e descarbonatação da calcita, respectivamente. Sendo que nesta idade não foram observados decomposição decorrentes dos compostos hemi e monocarbonato, apenas aos 28 dias esses compostos foram identificados devido a pico de decomposição em aproximadamente 180 °C. Além disso, os autores observaram que nos cimentos que incorporam metacaulim juntamente com fíler calcário em cimento Portland a formação de carbonatos é mais evidente do que nos sistemas que empregam de forma associada cinza volante e fíler calcário.

Já Kirshnan e Bishnoi (2018) propuseram um estudo sobre cimentos ternários com misturas de cimentos Portland e adição de: I) metacaulim e calcário dolomítico (DC<sup>3</sup>) e II) metacaulim e calcário calcítico (LC<sup>3</sup>). O pico referente à desidroxilação da portlandita não aparece na curva TG/DTG aos 28 dias, mostrando que o Ca(OH)<sub>2</sub> foi totalmente consumido pela argila calcinada nas misturas LC<sup>3</sup> e DC<sup>3</sup>. A análise também evidenciou a presença das fases AFm e carbonatos (Figura 11a).

Assim como Krishnan e Bischnoi (2018), Antoni et al. (2012) também já haviam encontrado resultados similares. A Figura 11b mostra que o pico decorrente desidroxilação da portlandita é quase que inexistente, na mistura de cimento tipo LC<sup>3</sup> contendo 30% de argila calcinada e 15% de calcário (B45). Antoni et al. (2012) ainda relacionam o pico localizado na região de 140°C com a presença de hemi e monocarbonatos.

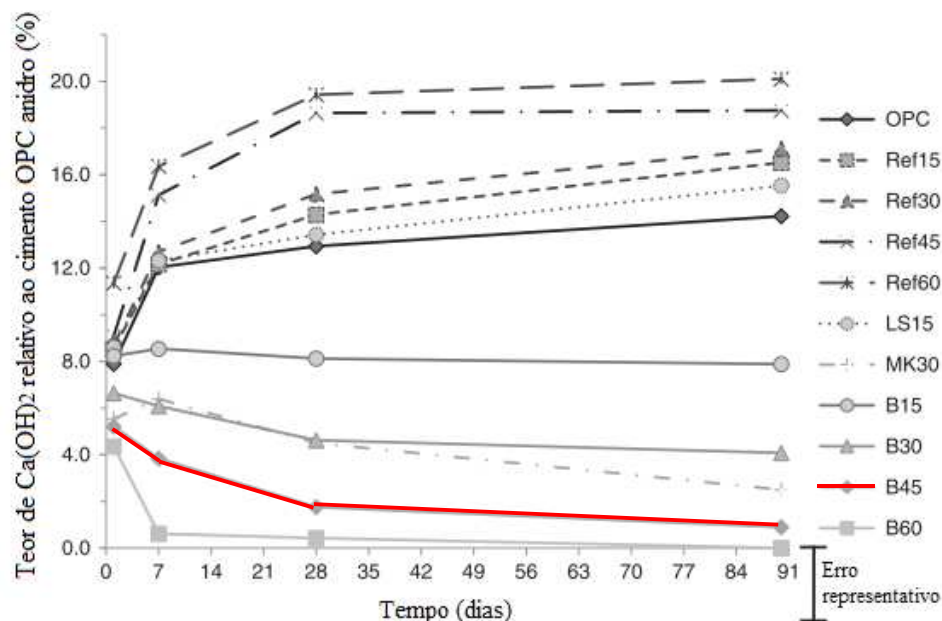
Figura 11 – Análise térmica a) das pastas de cimento LC<sup>3</sup>, DC<sup>3</sup> e QC<sup>3</sup> aos 28 dias (Kirshnan e Bishnoi, 2018) e b) pastas de cimento B15, B30, B45 e B60 aos 90 dias (Antoni et al., 2012).



Fonte: traduzido de Kirshnan e Bishnoi (2018) e Antoni et al. (2012).

Antoni et al. (2012) utilizaram dados extraídos da AT para quantificar o consumo de CH relativo ao cimento anidro ao longo do tempo. Dessa forma, é possível observar o comportamento do teor de portlandita em função do tempo, que diminui conforme ocorre o progresso da hidratação do cimento para as pastas que contém argila calcinada. Além disso, a partir desse gráfico é possível perceber que quanto maior o teor de metacaulim no cimento menor o teor de portlandita remanescente no sistema. A mistura B45, equivalente ao cimento tipo LC<sup>3</sup>, apresentou quase o esgotamento de Ca(OH)<sub>2</sub> aos 91 dias (Figura 12).

Figura 12 – Evolução do teor de Ca(OH)<sub>2</sub> normalizado para o teor de cimento Portland na pasta



Fonte: traduzido de Antoni et al. (2012).

Em suma, as pastas de cimento que contêm argila calcinada apresentam curvas de DTG/TG com picos de desidroxilação de portlandita que decrescem ao longo do tempo, em função da progressão da reação pozolânica. Esse comportamento foi observado tanto em sistemas ternários quanto em sistemas binários. Já as misturas que contêm adição de calcário, em sistemas binários ou ternários, resultam em curvas TG/DTG com desidratação da fase AFm (hemi e/ou monocarbonato de cálcio).

Em sistemas ternários, contendo a substituição dupla de argila calcinada e calcário, observa-se a formação de fases AFm em quantidade maior quando comparado a pastas de cimentos que contêm apenas adição de calcário. Outro aspecto a ser ressaltado é que em pastas de cimento contendo apenas adição de argila calcinada, RCV ou metacaulim, detectou-se a presença das fases C-A-H e C-A-S-H, porém em cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup> nenhum dos autores mencionados observaram esses compostos nos seus estudos.

#### 4.2.2 Difração de raios X

O equipamento de difração de raios X aplica um feixe de elétrons sobre a amostra em um intervalo de ângulo e reporta o comprimento da onda em função do ângulo de reflexão. Diferentes compostos químicos apresentarão diferentes velocidade e comprimento de onda que é característico do mineral. Portanto, a difração de raios X é uma ferramenta que permite identificar compostos químicos cristalinos que possuem estruturas previsíveis. Essa técnica permite a interpretação qualitativa da amostra, quando apenas é identificado as fases presentes nas amostras, e quantitativa, quando permite definir os teores dos minerais na amostra (CHATTERJEE, 2001; SNELLINGS, 2016).

Essa técnica é amplamente utilizada para identificar as fases cristalinas de cimentos anidros e fases hidratadas de cimentos, como a portlandita (CH), calcita (Cc), quartzo (Qz), etringita (Ett) e fases de cimento não hidratado como C<sub>4</sub>AF, C<sub>3</sub>S e C<sub>2</sub>S. Porém, cimentos hidratados ou não hidratados são misturas complexas de fases, e muitas vezes ocorre a sobreposição de picos e a difícil separação deles. Além disso, é difícil a observação de compostos amorfos como C-S-H pela difração de raios X (SNELLINGS, 2016).

Foi realizado um levantamento de parâmetros de ensaios utilizados em estudos de difração raios X aplicado em materiais anidros e pastas de cimentos (Tabela 5).

Tabela 5 – Parâmetro de ensaio para DRX

<b>Material</b>	<b>Intervalo angular (°)</b>	<b>Passo (°)</b>	<b>Tempo do passo (s)</b>	<b>Referências</b>
-----------------	------------------------------	------------------	---------------------------	--------------------

RCV	5 a 75	0,02	1	Medeiros et al. (2016)
Metacaulim	5 a 65	0,02	2	Hollanders et al. (2016)
Calcário	5 a 65	nd	nd	Krishnan e Bishnoi (2018)
	4 a 65	0,0167	30	Antoni et al. (2012)
Pastas de cimento	5 a 65	nd	nd	Bizzozero et al. (2015)
	5 a 70	0,02	30	Snellings (2016)
	5 a 80	0,0334	nd	Adu-Amankwah et al. (2017)

nd = não disponível

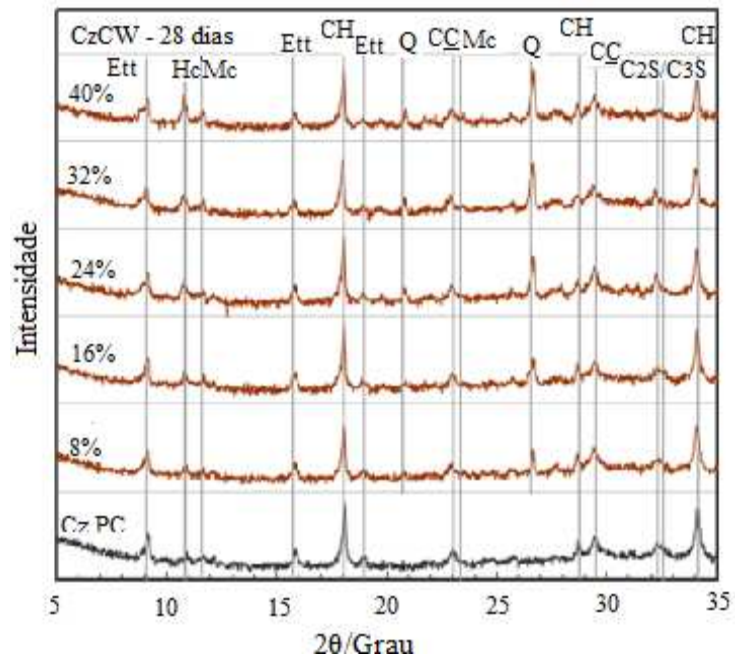
Fonte: elaborado pela autora.

Tironi et al. (2014) estudaram os produtos de hidratação de pastas de cimento Portland contendo diferentes teores de adição de metacaulim. De forma geral, os produtos hidratados formados devido a reação pozolânica entre o metacaulim e o CH resultaram na formação de  $C_4AH_{13}$  e a fase cristalina C-A-S-H, que aparece como *stratlingite*. Além disso, os difratogramas apresentaram a formação de etringita, Hc, Mc e hidróxido de cálcio para todas as amostras, em função da pequena quantidade de calcário presente no cimento. Sendo que o hemicarbonato está presente na amostra a partir de 2 dias de hidratação e cresce significativamente aos 7 e 28 dias, enquanto que o Mc apresenta um pico de baixa intensidade.

Em pastas de cimento Portland contendo diferentes teores de resíduo cerâmico, Irassar et al. (2014) encontraram as fases de Hc e Mc nas pastas a partir de 7 dias de hidratação, sendo que o pico de Hc aparece mais intenso, conforme Figura 13. Não foram detectadas as fases C-A-H nem C-A-S-H em nenhuma das amostras e em nenhuma das idades estudadas.

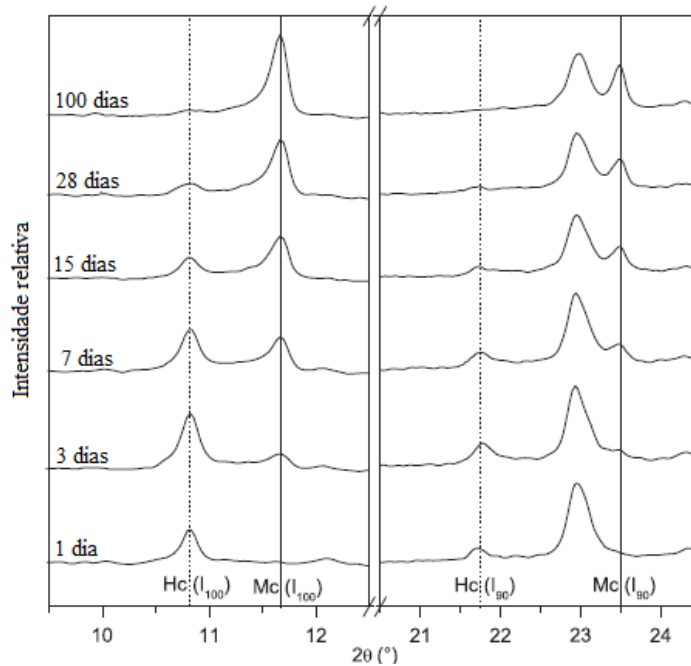
Ipavec et al. (2011) utilizaram a técnica de difração de raios X para analisar a formação das fases de carboaluminatos em cimentos com adição de 20% calcita. A Figura 14 apresenta a comparação dos difratogramas dos diferentes estágios de hidratação. Neste caso, ocorre a formação da fase Hc, já no primeiro dia de hidratação que cresce ao longo da idade, porém se transforma lentamente em monocarbonato em função do tempo. Esse comportamento se inicia no terceiro dia e aos 100 dias percebe-se o esgotamento de Hc na amostra.

Figura 13 – Comparação de difratogramas de pastas hidratadas contendo diferentes teores de resíduo cerâmico aos 7 dias



Fonte: traduzido de Irassar et al. (2014).

Figura 14 – Comparação de difratogramas de raios X ao longo da idade de pastas hidratadas contendo calcita



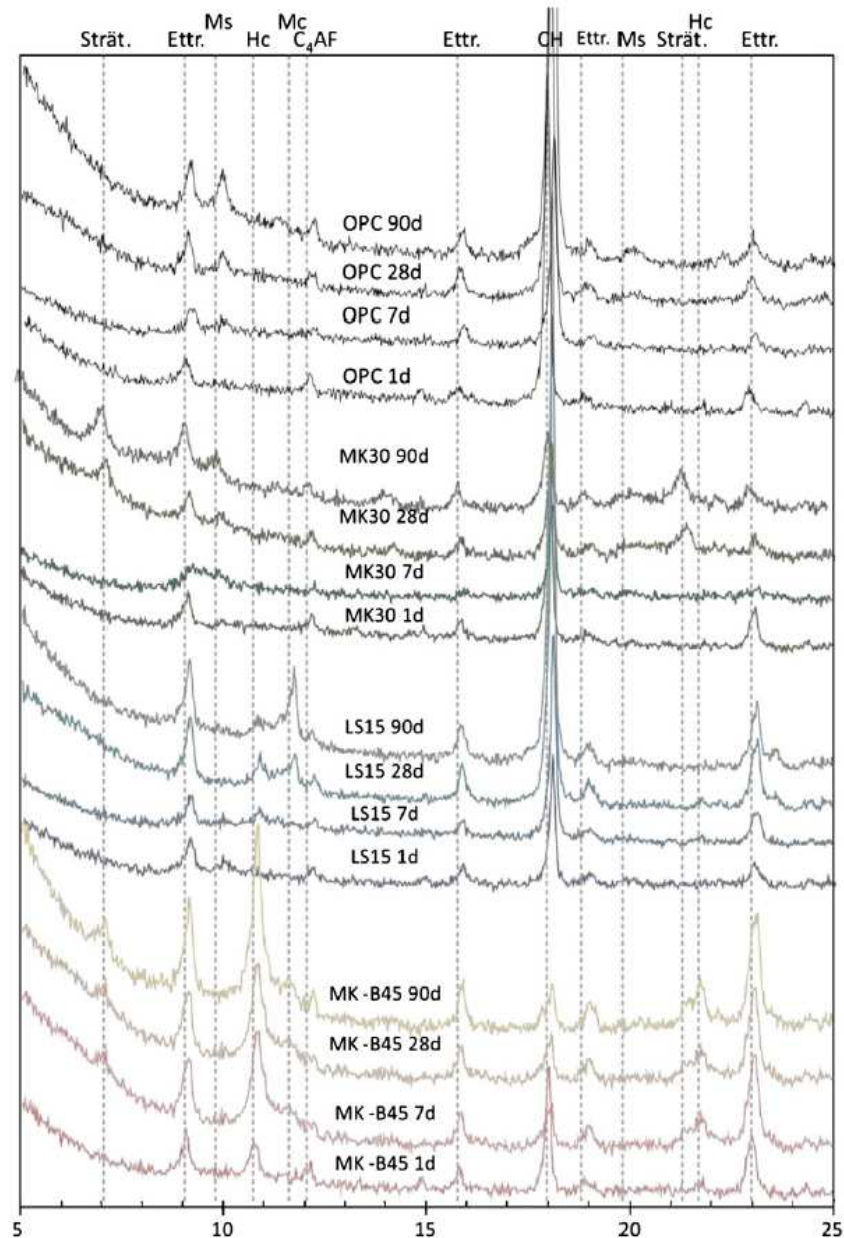
Fonte: traduzido de Ipavec et al. (2011).

Zajac et al. (2014) notaram o mesmo comportamento em pasta de cimento Portland com 15% de adição de calcário. Neste estudo, os autores observaram que as pastas com adição de calcário apresentavam hemicarbonato já no primeiro dia de hidratação e a transformação progressiva em monocarbonato a partir dos 7 dias.

Antoni et al. (2012) submeteram amostras de pastas de cimento produzidas com cimento de argila calcinada e calcário à difração raios X, nas idades de 1, 7, 28 e 90 dias. A Figura 15 apresenta os difratogramas obtidos e possibilita afirmar que:

- a) ocorre a formação de *stratlingite* (C-A-S-H gel) apenas nas misturas que contêm metacaulim (MK30 e MK-B45) e picos menos intensos de portlandita ao longo do tempo, devido a progressão da reação pozolânica;
- b) há formação das fases Hc e Mc no cimento ternário (MK-B45), devido à presença de alumina e calcita no sistema. Ocorre a formação da etringita que permanece estável ao longo do tempo. O pico de hemicarbonato é perceptível já no 1º dia de hidratação e a sua intensidade cresce ao longo da idade. Já o pico referente ao monocarbonato, ocorre apenas a partir de 28 dias e menos intenso do que o Hc;
- c) na mistura que contém apenas adição de calcário (LS15), também ocorre a formação das fases Hc e Mc, devido à presença de alumina, oriunda do C<sub>3</sub>A, e calcita. Nas idades iniciais ocorre a formação de Hc, que se transforma em Mc;
- d) no restante das misturas de cimentos (OPC e MK30) a etringita ocorre no sistema apenas nas idades iniciais, e ao longo do tempo se transformam em monossulfoaluminato.

Figura 15 – Comparação de difratograma de raios X das pastas de cimento OPC, MK30, LS15 e MK-B45 ao longo da idade



Fonte: Antoni et al. (2012).

Em suma, pastas de cimento Portland contendo apenas adição de argila calcinada, resulta em picos de CH menos intensos em relação ao cimento Portland. Além disso, a reação pozolânica pode levar a formação das fases C-A-H e C-A-S-H na forma de *stratlingite*. Os estudos supracitados destacam que a presença desses compostos depende da disponibilidade de alumina reativa presente e o teor remanescente de CH. Além disso, pastas de cimento Portland com adição de calcário favorecem a formação de fases AFm: Hc e Mc. Neste caso, ocorre primeiramente a formação de Hc e lentamente na transformação para Mc. Estas fases podem ser identificadas inclusive em misturas com baixos teores de calcário.

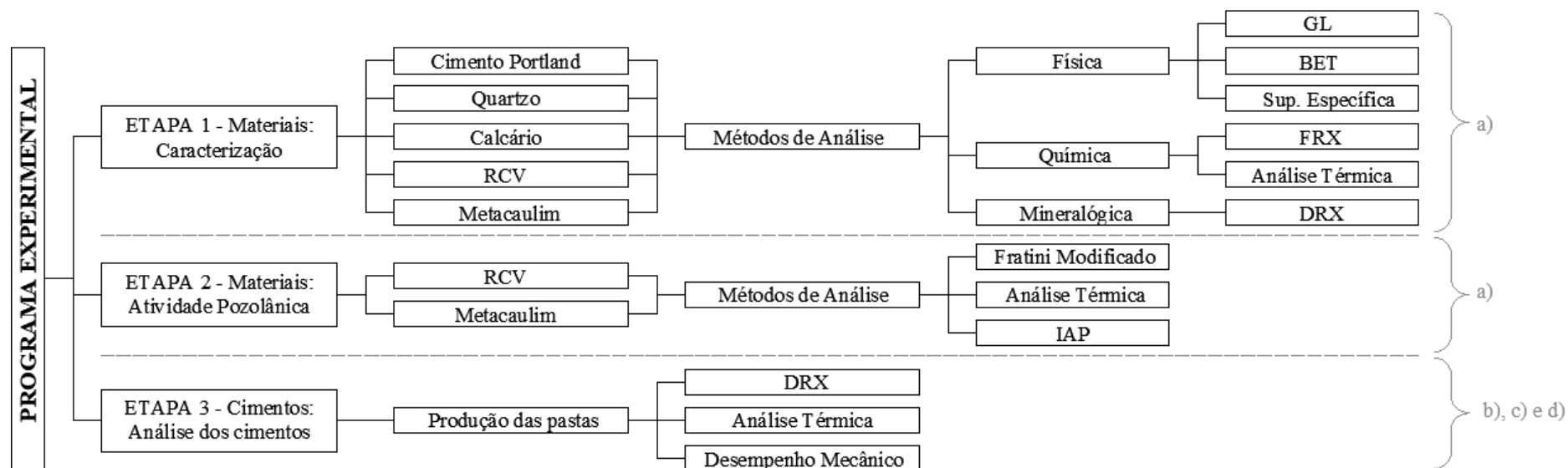
## 5 METODOLOGIA

Este capítulo apresenta o programa experimental, que foi dividido em três etapas.

Conforme síntese apresentada no organograma da Figura 16, a primeira etapa consiste basicamente na caracterização química, física e mineralógica dos materiais cimentícios suplementares e do cimento. A Etapa 2 contempla o desenvolvimento das análises da atividade pozolânica das argilas calcinadas, RCV e metacaulim, por três técnicas. Na terceira etapa, foram produzidas as pastas de cimentos LC<sup>3</sup>. Da mesma pasta foram moldados corpos de prova cilíndricos para o ensaio desempenho mecânico e coletadas amostras para realizar as análise térmica e difração de raios X.



Figura 16 – Fluxograma esquemático do programa experimental



\* Objetivos:

- Analisar as características físicas, químicas, mineralógicas e reatividade dos materiais cimentícios suplementares;
- Avaliar a formação de produtos hidratados pelo uso de argilas calcinadas comerciais e oriundas de resíduo em cimento;
- Investigar a formação dos produtos hidratados pelo uso do calcário combinado com resíduo cerâmico e metacaulim em cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>;
- Estudar a influência do tipo de argila calcinada e do calcário no desempenho mecânico de cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>.

Fonte: Elaborado pela autora.

## 5.1 PLANEJAMENTO DOS EXPERIMENTOS

Com o objetivo principal de analisar os produtos de hidratação de cimentos ternários produzidos com resíduo cerâmico e calcário, foram definidas diferentes combinações análogas ao cimento LC<sup>3</sup>. O teor de substituição em massa foi fixado em 45%, composto por 30% de argila calcinada + 15% material carbonático.

A Tabela 6 apresenta a relação de combinações de cimento definidas para este programa experimental. Com o objetivo de analisar a viabilidade de utilizar resíduo de cerâmica vermelha como argila calcinada em cimentos, foi produzida uma mistura tipo LC<sup>3</sup> com o resíduo cerâmico, nomeado como LC<sup>3</sup>-R. O desempenho mecânico e a formação de produtos hidratados do LC<sup>3</sup>-R foi comparado com o cimento de metacaulim e calcário (LC<sup>3</sup>-M).

Tabela 6 - Combinações de cimento de referência e cimentos compostos com MCS.

	<b>CP</b>	<b>MC</b>	<b>RCV</b>	<b>CC</b>	<b>PQ</b>
<b>CP</b>	100	-	-	-	-
<b>LC<sup>3</sup>-M</b>	55	30	-	15	-
<b>LC<sup>3</sup>-R</b>	55	-	30	15	-
<b>PQ30M</b>	55	30	-	-	15
<b>PQ30R</b>	55	-	30	-	15
<b>PQ45</b>	55	-	-	-	45

Nota: CP = Cimento Portland | MC = Metacaulim | RCV = Resíduo de Cerâmica Vermelha | CC = Calcário | PQ = Pó de Quartzo

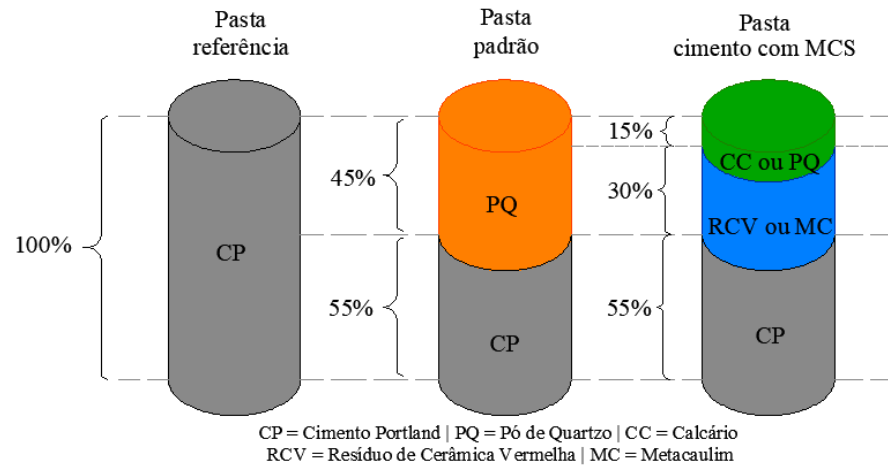
Fonte: Elaborado pela autora.

Como um dos objetivos deste estudo é analisar a formação dos produtos hidratados, optou-se por utilizar uma pasta padrão secundário, utilizando um material inerte. Para verificar a formação das fases AFm nos cimentos tipo LC<sup>3</sup>, o calcário das misturas LC<sup>3</sup>-R e LC<sup>3</sup>-M foi substituído por pó de quartzo. Esses cimentos foram denominados de PQ30R e PQ30M, respectivamente. Na pasta denominada de PQ45, foi substituído todo o teor de MCS por pó de quartzo, no intuito de ter a mesma quantidade de óxidos e materiais anidros do cimento disponíveis para as reações secundárias.

A

Figura 17 apresenta um esquema de composição das misturas de cimento tipo LC<sup>3</sup>.

Figura 17 – Esquema de produção de pastas para análise térmica.



Fonte: Elaborado pela autora.

A adição de calcário aos cimentos ternários foi realizada pela diferença do teor de calcita já presente no cimento CPV e o teor desejado de 15%. O teor de calcita no cimento CP IV foi determinado pela análise térmica, e resultou em 5,55%. Para mais detalhes desse cálculo ver APÊNDICE B. A Tabela 7 apresenta os teores utilizados para a elaboração dos cimentos tipo LC<sup>3</sup>.

Tabela 7 - Composições do cimento referência e do cimento ternário com MCS

	CP	MC	RCV	CC	PQ	a/ms	a/c
<b>CP</b>	100	-	-	-	-	0,45	0,45
<b>LC<sup>3</sup>-M</b>	58,23	30	-	11,76	-	0,45	0,45
<b>LC<sup>3</sup>-R</b>	58,23	-	30	11,76	-	0,45	0,45
<b>PQ30M</b>	58,23	30	-	-	11,76	0,45	0,53
<b>PQ30R</b>	58,23	-	30	-	11,76	0,45	0,53
<b>PQ45</b>	55	-	-	-	45	0,45	0,82

Nota: CP = Cimento Portland | MC = Metacaulim | RCV = Resíduo de Cerâmica Vermelha | CC = Calcário | PQ = Pó de Quartzo

Fonte: elaborado pela autora.

Antoni et al. (2012) explicam que no cimento em estudo é necessário realizar um ajuste no teor de gesso, em função da modificação na reatividade das fases de aluminatos pelas argilas calcinadas: quanto maior o teor de metacaulim na mistura, mais intenso e mais cedo corre o

pico de aluminato que corresponde ao esgotamento de sulfato, na curva isotérmica. Neste programa experimental não foi possível ajustar o teor de gipsita<sup>1</sup>.

Neste estudo foi fixada a relação água/materiais sólidos (a/ms) em 0,45 para todos as pastas. Mesmo sabendo que quando o cimento é substituído por um MCS em uma mesma relação a/ms ocorre o efeito de diluição e uma maior relação efetiva de a/c. Além disso, há menor quantidade de partículas de clínquer, logo há um aumento relativo de espaço para formação dos hidratos de clínquer quando comparado a misturas sem substituição (BERODIER e SCRIVENER, 2014).

Para determinar o Índice de Atividade Pozolânica e para o ensaio de resistência mecânica dos cimentos LC<sup>3</sup> optou-se por realizar os ensaios em pasta. Assim, torna-se possível realizar uma comparação direta com os métodos de análise térmica e difração de raios X, eliminando o efeito da areia nos resultados. De uma mesma preparação de pasta foram moldadas as amostras para IAP e análise térmica no caso dos ensaios de pozolanicidade. E, para os cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>, foram moldadas amostras de uma mesma preparação para análise térmica, difração de raios X e resistência mecânica.

## 5.2 MATERIAIS

Os materiais utilizados para o desenvolvimento desta pesquisa foram cimento, calcário, pó de quartzo, resíduo de cerâmica vermelha, metacaulim e aditivo superplastificante. As caracterizações física, química e mineralógica serão apresentadas no capítulo de resultados (item 6.1).

A escolha do cimento foi baseada na necessidade de utilizar um tipo que tenha a menor quantidade de adição mineral, já que o objetivo do trabalho é justamente analisar a influência de materiais cimentícios suplementares na hidratação do cimento. O cimento escolhido foi o tipo CP-V ARI, adquirido durante a vigência da extinta norma ABNT NBR 5733:1991 - Cimento de alta resistência inicial – Especificação, que permitia a adição de até 5% de material carbonático. O cimento utilizado na pesquisa é do fabricante InterCement Brasil, tipo Cauê CP V ARI, em sacos de 40kg, coletado na distribuidora localizado em Canoas-RS.

---

<sup>1</sup> Os ensaios essenciais de calorimetria adiabática, tanto para ajuste de gipsita quando para acompanhamento da hidratação, estavam acordados para serem realizados em equipamento de outra instituição que, na execução dos primeiros testes acusou problemas. A sua manutenção foi viabilizada somente no final de junho do corrente ano.

O pó de quartzo deste estudo é comercial e foi fornecido pela ARAUSUL. Esse material foi utilizado como material inerte para compor as pastas padrão secundário.

O calcário é proveniente de doação de uma mineradora da região Jacuí Centro, cidade de Vila Nova do Sul, RS. Este calcário é do tipo calcítico, fornecido em sacos de ráfia e com granulometria inferior a 325 Mesh, de acordo com a especificação do fabricante.

O metacaulim utilizado na pesquisa é comercial, do fabricante Metacaulim do Brasil. Este material foi doado pela empresa e ensacados em granulometria inferior a 325 Mesh, conforme dados fornecidos pelo fabricante.

O resíduo de cerâmica vermelha foi coletado em uma olaria localizada no Vale do Caí (rio Caí), cidade de Feliz, RS. O resíduo é gerado na produção de blocos cerâmicos que foram coletados em um mesmo lote de produção de cerâmica. O tipo de argila utilizado para a produção dos produtos cerâmicos da empresa é do tipo ilítica, sendo que a temperatura de queima não é controlada.

Para minimizar o efeito fíler, os MCS (RCV, metacaulim, calcário e pó de quartzo) tiveram sua finura ajustada para apresentarem distribuições granulométricas similares, mesmo sabendo que não é possível isolar o efeito físico dos materiais na reação de hidratação do cimento, em função das diferenças devidas à tensão superficial e à mineralogia. O calcário, o metacaulim e o RCV tiveram a sua granulometria ajustada por moagem, conforme método apresentado no APÊNDICE A. O critério de moagem estabelecido neste estudo foi obter MCS com d10, d50 e d90 menores do que os apresentados pelo cimento, obtendo-se assim uma curva de distribuição granulométricas deslocada à esquerda da curva do cimento, conforme será apresentado nos resultados de caracterização física dos materiais (Tabela 16).

A água utilizada para a produção de pastas foi proveniente da rede pública de abastecimento do município de São Leopoldo – RS. Para os ensaios de Fratini e Chapelle modificado foram utilizados água deionizada.

O aditivo utilizado para a correção da consistência das pastas foi do tipo superplastificante a base de policarboxilatos Glenium 51 fabricante BASF. Embora, alguns estudos venham mostrando que esse superplastificante não seja o ideal para utilizar em cimentos com argilas calcinadas. O aditivo superplastificante a base de policarboxilato tende a ser adsorvido em quantidade maior pelas partículas da argila calcinada do que pelo cimento, prejudicando a sua eficiência quanto a dispersão das partículas do cimento (NG e PLANK, 2012; GAO et al., 2018).

Tabela 8 - Propriedades físico/químicas do aditivo superplastificante

<b>Propriedades físico/químicas</b>	
Função	Superplastificante de 3 <sup>a</sup> geração
Base químicas	Éter policarboxílico
Aspecto	Líquido
Cor	Branco turvo
Ação secundária	Redutor de água
Solubilidade em água	Total
Aparência	Líquido branco turvo
pH	5 – 7
Densidade	1,067 - 1,107 g/cm <sup>3</sup>
Sólidos	28,5 - 31,5 %
Viscosidade	< 150 centipoises (cps)

Fonte: Fabricante (2017).

### 5.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS MATERIAIS

A caracterização química foi determinada pelo ensaio de Espectrometria de Fluorescência de raios X (FRX) por dispersão de energia, com análise qualitativa e quantitativa da composição química dos materiais em estudo. A análise química do RCV e metacaulim foi realizada no laboratório de Caracterização e Valorização dos Materiais (LCV Mat.) da Unisinos. O equipamento utilizado é um modelo EDX 720 HS, marca Shimadzu. O FRX do calcário e do pó de quartzo foi realizado no Laboratório de Análises de Mineiras e Rochas (LAMIR) da UFPR, em equipamento Espectrômetro PANalytical Axios Max, em pastilha fundida. O FRX do cimento foi realizado no Instituto Micropaleontologia da Unisinos – itt Fossil, em equipamento PANalytical modelo Epsilon 1. As análises foram realizadas em laboratórios diferentes em função das técnicas de análise e preparação de amostra para quantificação dos compostos químicos.

Também foi utilizado a análise térmica para determinar o teor de carbonato de cálcio presente no calcário e no cimento CP V anidro. Em etapa posterior, essa técnica também foi utilizada para estudar os produtos hidratados das pastas: I) para análise de atividade pozolânica e II) de cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>.

A análise térmica foi realizada em termobalança PerkinElmer, modelo STA 8000, utilizando cadinhos de alumina, preenchido por aproximadamente 20 mg de material. Empregou-se uma taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera de N<sub>2</sub>, com faixa de temperatura de 25 a 1000 °C.

#### 5.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS MATERIAIS

A caracterização física dos materiais foi realizada através de diferentes tipos de análises. A área superficial específica por adsorção de nitrogênio (BET) foi determinada pelo equipamento TriStar II Plus da marca Micromeritics®. A massa específica foi determinada por picnometria a gás hélio pelo equipamento Picnômetro modelo AccuPyc II 1340 da Micromeritics®.

A determinação da dimensão das partículas pelo ensaio de granulometria a laser Microtac modelo S3500. Foram adotadas diferentes técnicas de preparação da amostra em função do tipo de material analisado. No caso das argilas calcinadas, devido a tendência de aglomeração de partículas, foram analisadas via úmida, utilizando como solvente o hexametáfosfato, sendo que a solução foi submetida a agitação para a dispersão de partículas em ultrassom externo por 5 minutos e ultrassom interno (equipamento) por 55 minutos. O cimento foi analisado via úmida, solvente álcool isopropílico. Todas as análises físicas foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Valorização de Materiais da Unisinos.

#### 5.5 CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DOS MATERIAIS

A técnica utilizada para determinar os compostos mineralógicos foi a difração de raios X (DRX). Esse método foi utilizado em dois momentos nessa pesquisa, primeiramente a determinação dos compostos dos materiais anidros e na análise dos produtos de hidratação das pastas de cimento. Nos dois casos foram realizados apenas análises qualitativas nas amostras.

Os ensaios foram realizados no equipamento difratômetro da marca PANalytical modelo Empyrean do Itt Fossil – Instituto Tecnológico de Micropaleontologia da Unisinos. Os difratogramas resultantes para as amostras do calcário, do metacaulim e do pó de quartzo foram obtidos através de uma fonte de cobre, com tensão de operação de 40kV e corrente de 40mA, com intervalo angular variando de 5 a 100°, com passo de 0,1 e tempo de 50s em cada passo. Nas amostras de pasta de cimento foi utilizado uma fonte de cobre, com tensão de operação de 40kV e corrente de 40mA, intervalo angular variando de 5 a 80°, com passo de 0,0131 e tempo de 97,92s em cada passo.

O ensaio de difração de raios X do RCV foi realizado no Instituto de Física da UFRGS em difratômetro Siemens D5000.



## 5.6 PREPARO, MOLDAGEM E ARMAZENAMENTO DAS PASTAS

De acordo com a literatura, há duas maneiras de homogeneizar cimentos ternários: I) moer todos os materiais anidros juntos em um moinho de bolas, também denominado de *intergrinding*, II) moer os materiais individualmente em uma granulometria específica, e posterior homogeneização dos materiais. O método de *intergrinding* resulta em misturas mais homogêneas, porém é difícil de controlar a finura de componentes individuais do cimento ternário, especialmente devido a diferença relativa da dureza do clínquer, da argila calcinada, do calcário e do quartzo. Já, a moagem individual facilita o controle da finura dos materiais anidros, porém é mais difícil de produzir cimento homogêneo (KRISCHNAN e BISHNOI, 2018).

Neste estudo optou-se por utilizar o método moagem individual e a posterior mistura dos compostos do cimento ternário. Já que o controle da finura dos materiais cimentícios suplementares é um requisito deste estudo. O processo de cominuição dos materiais que compõem os cimentos ternários está detalhado no APÊNDICE A. Após a moagem os materiais foram secos até constância de massa e armazenados em sacos duplos até o momento do ensaio.

Após a moagem dos materiais, os cimentos foram produzidos a partir da pesagem individual dos materiais, conforme a Tabela 7, em balança com precisão de 0,0001 no Laboratório de Análise Ambiental – Unisinos, dispostos em embalagens plásticas flexíveis e homogeneizados manualmente durante 40 segundos antes do preparo das pastas.

As pastas de cimento foram preparadas e moldadas na sala climatizada no Laboratório de Materiais de Construção (LMC) – Unisinos. A sala possui temperatura controlada de  $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e umidade relativa de  $60\% \pm 10\%$ .

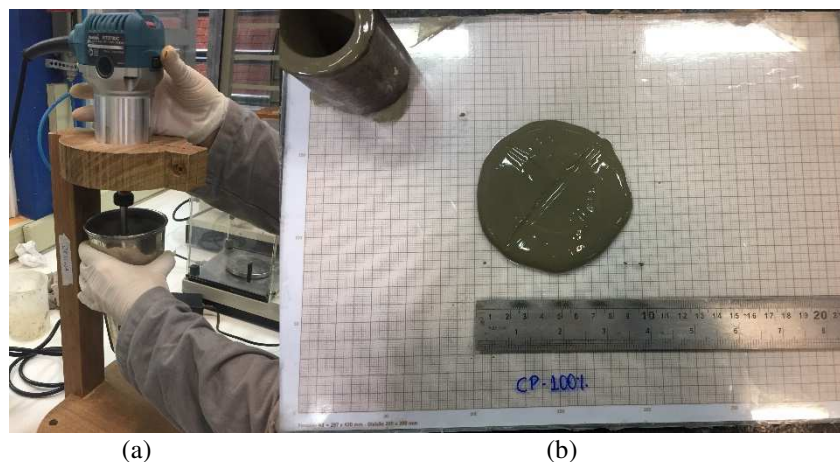
A mistura das pastas de cimento foi realizada em um mixer, obtido através da adaptação de uma Tupia Modelo RT 0700c marca Makita, um conjunto de haste e hélice tipo “Cowles” de 35mm de diâmetro e copo metálico. A mistura foi realizada a 10.000 rpm que corresponde a velocidade mais baixa do equipamento (Figura 18a). A escolha de se optar por produzir a pasta no mixer, foi para melhorar as condições de mistura. A velocidade maior de mistura proporciona a quebra de partículas aglomeradas e dispersão do cimento, já que esse efeito é inibido pela falta da areia na mistura. Juilland et al. (2012) explicam que utilizar velocidades mais altas de mistura levam a hidratação inicial mais rápida, porém os mecanismos básicos de hidratação permanecem iguais.

A mistura foi realizada em tempo total de 120 segundos com 200g de cimento, adotando as seguintes etapas: I) pesagem da água no copo metálico e adição do aditivo, II) acionamento

do cronômetro simultaneamente com a inserção do cimento, III) durante 30 segundos homogeneização manual com um bastão metálico, III) nos 20 segundos subsequentes, realizou-se a raspagem do material aderido na parede do copo e o encaixe do copo no mixer IV) e então, acionamento do equipamento para mistura durante 110 segundos, totalizando 2 minutos de mistura.

Todas as pastas foram ajustadas com aditivo superplastificante em função da pasta de referência, com limite de espalhamento  $\pm 5\text{mm}$ . O método utilizado para determinar a consistência foi o miniabatimento de tronco de cone, desenvolvido por Kantro em 1980. O ensaio é realizado sobre uma placa de vidro sob papel milimetrado, onde são medidos dois diâmetros ortogonais da pasta de cimento e calculado o diâmetro médio (Figura 18b). A consistência dá se pela área ocupada pela pasta, considerando-a circular (FRACALOSSI, 2011).

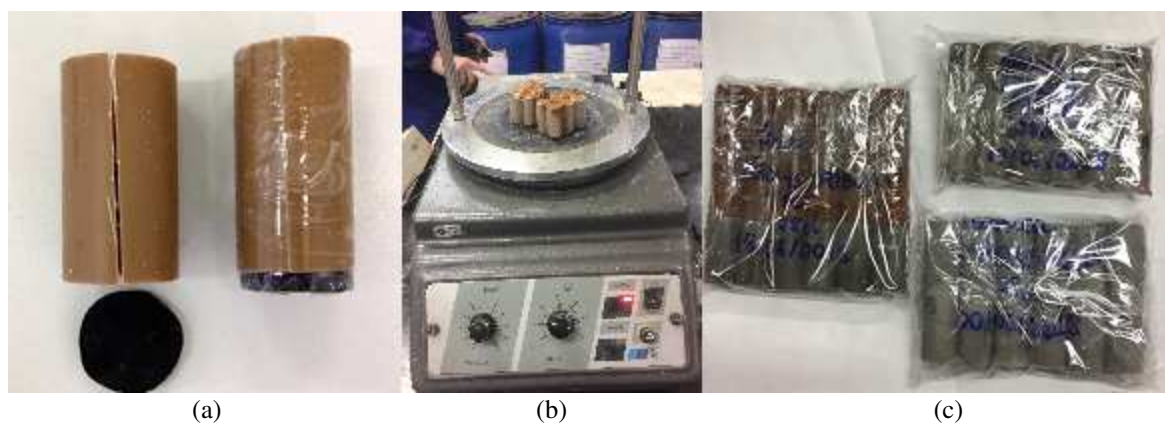
Figura 18 – a) Confeção das pastas em mixer e b) medição da consistência



Fonte: autora.

As pastas para o ensaio de resistência mecânica foram moldadas em corpos de prova cilíndricos de  $\varnothing 17\text{mm}$  e 34mm de altura, na proporção 1:2, confeccionados com tubo de Policloreto de Vinila (PVC) de DN 20. Foi realizado um corte no sentido longitudinal do molde para permitir a remoção do corpo de prova. O fechamento do fundo foi realizado com um disco de borracha de 3,5 mm de espessura. Os moldes foram montados e vedados com fita, conforme Figura 19a. A moldagem dos corpos de prova foi em camada única e adensadas durante 15 segundos na potência mais baixa do agitador de peneiras da marca Bertel, máquina 1204 e série 9704, para a remoção de bolhas de ar (Figura 19b). As amostras foram levadas para cura úmida, após 24h foram desmoldadas, identificadas e armazenadas em sacos plásticos duplos e acondicionadas na sala de cura até a data do ensaio (Figura 19c).

Figura 19 – a) Moldes de PVC, b) adensamento e c) armazenamento dos corpos de prova



Fonte: autora.

As amostras cilíndricas ainda passaram pelo processo de retificação das faces superior e inferior no torno NODUS, modelo 220 GOLD, com potência de 8kW. O ensaio de resistência à compressão axial foi realizado na prensa EMIC – INSTRON, modelo DL-200, classe I, com capacidade de carga de 2000kgf, com erro menor que 0,5% faixa de velocidade de 0,01 a 1000mm/min. Para este ensaio foi aplicada velocidade de carregamento de 0,008mm/s.

As amostras destinadas a análise térmica e a difração de raios X, foram moldadas em cilindros de poliestireno com diâmetro de 4,5mm, tomando-se o cuidado de não permitir bolhas de ar no interior da amostra. Os moldes foram fechados hermeticamente nas laterais com fita tape, identificadas e armazenadas em sala com temperatura controlada em  $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , até o momento do ensaio.

A hidratação das pastas para AT e DRX foi interrompida pelo método “troca de solventes”, de acordo com Deschner et al. (2012) e Schöler et al. (2015). Primeiramente, a amostra foi moída em Almofariz de Ágata, a amostra já em pó permaneceu em imersão em álcool isopropílico durante 15min, depois foi removido a parte líquida e realizada uma rápida lavagem com éter etílico. Por fim, a amostra foi acondicionada em estufa à  $40^{\circ}\text{C}$  até a secagem total, aproximadamente 10 minutos. As amostras foram levadas imediatamente após a interrupção da hidratação para análise, aproximadamente 5 minutos, já que o cimento é extremamente suscetível a carbonatação, principalmente a conversão hemicarbonato para monocarbonato, que muda os padrões de difração de raios X e as formas da curva TG/DTG térmica (IPAVEC et al., 2011).

## 5.7 MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA DAS ARGILAS CALCINADAS

Este capítulo apresenta e descreve os métodos utilizados para determinar a atividade pozolânica do resíduo de cerâmica vermelha e metacaulim. Dentre os métodos existentes, optou-se por escolher os métodos comumente utilizados na bibliografia, sendo eles: I) método químico – Fratini adaptado pela NBR 5753 (ABNT, 2016), II) método térmico – Análise termogravimétrica (TG/DTG) e III) método mecânico – Índice de Atividade Pozolânica (IAP), normatizado pela NBR 5752 (ABNT, 2014).

Para o estudo de pozolanidade das adições minerais, optou-se por padronizar o teor de substituição em 25%, em base na NBR 5752 (ABNT, 2014) que estabelece o índice de atividade pozolânica. Sendo assim, os ensaios de Fratini, IAP e análise térmica terão o mesmo teor de substituição permitindo fazer uma análise direta entre os métodos de análise.

Este trabalho também propõe uma comparação dos resultados de pozolanidade com um padrão secundário de referência, já que há uma redução de 25% de cimento na pasta referência para a substituição por adição mineral, ou seja, há uma redução no consumo de cimento em um mesmo volume de pasta. O padrão secundário permite uma análise da pozolanidade em igualdade de consumo de cimento.

### 5.7.1 Método Fratini

No Brasil este ensaio é normatizado pela NBR 5753 (ABNT, 2016), que emprega amostras de 20g do cimento analisadas em duplicata. Adotou-se para o estudo 25% de adição mineral e 75% de cimento Portland CPV ARI, conforme a Tabela 9.

Tabela 9 – Amostragem do ensaio de Fratini

Amostra	Nº de amostras	Idades de ensaio	Total de amostras
CPV ARI			
MK	2	7, 28 e 91 dias	24
RCV			
PQ			

Fonte: elaborado pela autora.

A realização do ensaio seguiu os processos descritos na norma, e após a titulação foram determinadas as concentrações de íons hidroxila e óxido de cálcio pela  $OH = \frac{1000.0.1.V_3.f_2}{50} =$

$$2 \cdot V_3 \cdot f_2$$

$$[\text{Equação 13 e pela CaO} = \frac{1000 \cdot 0,03 \cdot V_4 \cdot f_1}{50} = 0,6 \cdot V_4 \cdot f_1$$

[Equação 14:

$$\text{OH} = \frac{1000 \cdot 0,1 \cdot V_3 \cdot f_2}{50} = 2 \cdot V_3 \cdot f_2 \quad [\text{Equação 13}]$$

Onde:  $V_3$  é o volume de solução 0,1 mol/L de ácido clorídrico usado na titulação, expresso em mililitros (mL) e  $f_2$  é o fator da solução de ácido clorídrico.

$$\text{CaO} = \frac{1000 \cdot 0,03 \cdot V_4 \cdot f_1}{50} = 0,6 \cdot V_4 \cdot f_1 \quad [\text{Equação 14}]$$

$$A \text{ CaO} = \frac{1000 \cdot 0,03 \cdot V_4 \cdot f_1}{50} = 0,6 \cdot V_4 \cdot f_1 \quad [\text{Equação 14 determina a concentração}$$

de CaO, onde o  $V_4$  é o volume de solução 0,03 mol/L de EDTA usado na titulação, expresso em mililitros (mL) e  $f_1$  é o fator da solução de EDTA.

As amostras foram preparadas no Laboratório de Análises Ambientais e armazenadas em estufa até a data do ensaio no Laboratório de Materiais de Construção. A execução das titulações foi realizada no Laboratório de Análises Ambientais.

A Tabela 10 apresenta o consumo de materiais para o ensaio de Fratini para uma via, resultado da média do consumo das amostras aos 7 dias. Na Tabela 10 não constam o consumo de indicador de alaranjado de metila, hidróxido de sódio e indicador de calcon, já que as quantidades sugeridas pela norma são suficientes para realizar o ensaio em mais de quatro idades.

Tabela 10 – Consumo de materiais para o ensaio de Fratini

<b>Amostra</b>	<b>Cimento (g)</b>	<b>Adição mineral (g)</b>	<b>Água (g)</b>	<b>HCl (ml)</b>	<b>EDTA (ml)</b>
PC	20	-	100	29,6	11,4
MC	15	5	100	18,9	2,85
RCV	15	5	100	22,65	7,05
PQ	15	5	100	25,25	13,9

Fonte: elaborado pela autora.

### 5.7.2 Análise Térmica

A análise termogravimétrica para o estudo de pozolanicidade foi realizada nas idades de 7, 28 e 91 dias, no intuito de correlacionar com os demais ensaios de atividade pozolânica.

A pozolanicidade foi determinada através da perda de massa ( $PM_{Ca(OH)_2}$ ) devido a evaporação de água da portlandita. A quantificação da portlandita presente na amostra foi realizada através da massa molecular ( $m_{Ca(OH)_2} = 74\text{g/mol}$ ) e água ( $m_{H_2O} = 18\text{g/mol}$ ), conforme

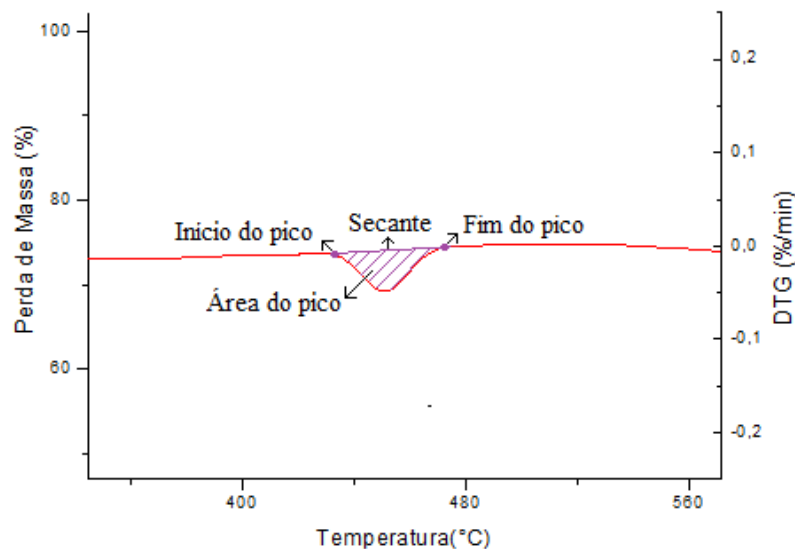
$$Ca(OH)_{2,medido} = PM_{Ca(OH)_2} * \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_{H_2O}} = PM_{Ca(OH)_2} * \frac{74}{18} \quad \text{[Equação 15. Assim, a}$$

atividade pozolânica é medida através do teor de hidróxido de cálcio presente na pasta de cimento referência, em relação a pasta de cimento com material cimentício suplementar.

$$Ca(OH)_{2,medido} = PM_{Ca(OH)_2} * \frac{m_{Ca(OH)_2}}{m_{H_2O}} = PM_{Ca(OH)_2} * \frac{74}{18} \quad \text{[Equação 15]}$$

Dentre os diversos métodos para quantificar a perda de massa (PM) na curva de TG/DTG, foi utilizado o método da integral, conforme esquematizado na Figura 20. A área entre a curva DTG e a secante do início e fim do pico corresponde a perda de massa em porcentual (VILLAGRÁN-ZACCARDI et al., 2017). O valor da área do pico foi extraído no software *Origin* versão 8.

Figura 20 – Esquema de determinação da perda de massa pelo método da integral



Fonte: elaborado pela autora

Como o peso da amostra da fração sólida varia durante a hidratação, os resultados precisam ser reescalados para 100 gramas de pasta, conforme a  $Ca(OH)_{2,pasta} = \frac{Ca(OH)_{2,medido}}{[(1-H_2O)_{combinada}(1+a/mt)]}$  [Equação 16 e a  $Ca(OH)_{2,pasta} = \frac{Ca(OH)_{2,medido}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+a/mt)}$  [Equação 17 (LOTHENBACH, DURDZINSKI e DE WEERDT, 2016).

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{pasta}} = \frac{\text{Ca(OH)}_{2,\text{medido}}}{[(1-\text{H}_2\text{O})_{\text{combinada}}(1+a/\text{mt})]} \quad [\text{Equação 16}]$$

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{pasta}} = \frac{\text{Ca(OH)}_{2,\text{medido}}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+a/\text{mt})} \quad [\text{Equação 17}]$$

Os detalhes do cálculo de determinação do teor de portlandita para as pastas de pozolanicidade seguem na Tabela 30, APÊNDICE E.

Não foi realizado a correção das curvas TG/DTG para a flutuabilidade (desconto do aumento da massa aparente devido à diminuição da pressão do gás durante o aquecimento) conforme sugerido por Villágran-Zaccardi et al. (2017). Pois, as diferenças de valores não são tecnicamente relevantes neste estudo.

A análise térmica também permitiu determinar a água quimicamente combinada ( $W_b$ ) das pastas de cimento, através da perda de massa em função da decomposição dos produtos hidratados. Foi utilizado o método proposto por Pane e Hansen (2005) e Monteagudo et. al. (2014), conforme a  $W_b(\%) = Ldh + Ldx + 0,41 * (Ldc - Ldc_a)$  [Equação 18].

$$W_b(\%) = Ldh + Ldx + 0,41 * (Ldc - Ldc_a) \quad [\text{Equação 18}]$$

Onde:

$Ldh$  = intervalo de temperatura de desidratação (dehydration), entre  $105^\circ\text{C}$  e  $440^\circ\text{C}$ ;

$Ldx$  = intervalo de temperatura de desidroxilação (dehydroxilation), entre  $440$  e  $520^\circ\text{C}$ ;

$Ldc$  = intervalo de temperatura de descarbonatação (decarbonation) do dos produtos de hidratação (CH+C-S-H), entre  $520^\circ\text{C}$  e  $1000^\circ\text{C}$ ;

$Ldca$  = intervalo de temperatura de descarbonatação (decarbonation) dos materiais anidros (anhydrous materials), entre  $520^\circ\text{C}$  e  $1000^\circ\text{C}$ ;

### 5.7.3 Índice de Atividade Pozolânica em pasta

Este ensaio foi realizado com base nas recomendações da NBR 5752 (ABNT, 2014), porém em pasta ao invés de argamassa. Neste ensaio foi testado a pasta de referência (CP V) mais 3 traços (MC, RCV e PQ).

A relação  $a/ms$  0,45 foi definida em função da consistência da pasta referência, produzida com CPV ARI, onde procurou-se encontrar a relação  $a/c$  que proporcionasse consistência de maior abertura sem que houvesse segregação. A consistência das demais pastas foram ajustadas com aditivo superplastificante. A Tabela 11 apresenta o consumo de materiais.

Tabela 11 – Consumo de materiais para os traços de pasta.

Traço	Cimento (g)	Adição Mineral (g)	Água (g)	Aditivo (%)	Consistência(mm)
REF	200	-	90	-	93
MC	150	50	90	0,90	94,5
RCV	150	50	90	0,365	96
PQ	150	50	90	0,05	96

Fonte: elaborado pela autora.

As pastas foram preparadas, moldadas e armazenadas conforme descrito no item 5.6. Para este ensaio foram analisadas a resistência à compressão axial em 3 idades: 7, 28 e 91 dias.

#### 5.7.4 Método Chapelle modificado

O ensaio de Chapelle modificado foi realizado conforme as instruções da NBR 15895 (ABNT, 2010). Foram ensaiadas uma amostra em branco (referência) e duas vias de cada tipo de argila calcinada, metacaulim e resíduo cerâmico. A Tabela 12 apresenta a média de consumo de materiais utilizados para realizar o ensaio.

Tabela 12 – Consumo de materiais para o ensaio de Chapelle modificado

Amostra	CaO (g)	Adição mineral (g)	Água (g)	HCl (ml)
BRANCO	1	-	250	54,3
MC	1	2	250	36,1
RCV	1	2	250	45,3

Fonte: elaborado pela autora.

O índice de atividade pozolânica Chapelle foi determinado pela  $I_{Ca(OH)_2} = \frac{28*(V_3-V_2)*F_c}{m_2} * 1,32$  [Equação 19].

$$I_{Ca(OH)_2} = \frac{28*(V_3-V_2)*F_c}{m_2} * 1,32 \quad \text{[Equação 19]}$$

Onde:

$I_{Ca(OH)_2}$  = o índice de atividade pozolânica Chapelle, que corresponde a teor de hidróxido de cálcio fixado, expresso em mgCa(OH)<sub>2</sub>/g de material;

$m_2$  = é a massa do material pozolânico, expressa em gramas (g);

$V_2$  = é o volume de HCl 0,1M consumido no ensaio com amostra (mL);



$V_3$  = é o volume de HCl 0,1M consumido no ensaio em branco (mL);

$F_c$  = fator de correção do HCl para uma concentração de 0,1M;

1,32 é a relação molecular  $\text{Ca(OH)}_2/\text{CaO}$ .

Os resultados encontrados foram comparados com o consumo mínimo de CaO sugerido pelos autores do método Raverdy et al. (1980) de 300mgCaO/g de material, que equivale a 436mgCa(OH)<sub>2</sub>/g de material, e com o índice de atividade pozolânico Chapelle mínimo para metacaulim estabelecido pela NBR 15894-1 (ABNT, 2010) de 750mgCa(OH)<sub>2</sub>/g de material.

## 5.8 ANÁLISE DOS CIMENTOS

Foi realizado o ensaio de desempenho mecânico para verificar a resistência à compressão das pastas LC<sup>3</sup> em relação à referência, onde espera-se que o desempenho seja igual ou superior. Para quantificar os teores de Ca(OH)<sub>2</sub> e CaCO<sub>3</sub> presentes na pasta referência e nas pastas LC<sup>3</sup> foi utilizado a técnica da análise térmica. As curvas TG/DTG também permitiram a identificação de outros compostos químicos presentes nas pastas. Utilizou-se a difração de Raios X como uma técnica de análise complementar para identificar e comprovar a presença destes compostos.

Estas análises foram realizadas nas idades de 1, 7 e 28 dias, para todos os métodos utilizado, cuja a ocorrência de etringita, hemicarbonato e monocarbonato ocorre nesse intervalo de idade, conforme estudos de Bonavetti, Rahhal e Irassar (2001) e Ipavec et al. (2011).

No desempenho mecânico optou-se por analisar também longas idades, por que o resíduo cerâmico necessita mais tempo para reagir com os produtos da hidratação do cimento e contribuir com a resistência mecânica. Logo, o desempenho mecânico foi realizado para as idades de 1, 3, 7, 28, 56 e 91 dias. Vale ressaltar que se optou por analisar aos 56 dias ao invés de 63 dias, pois essa idade é comumente usada na literatura internacional.

### 5.8.1 Análise Termogravimétrica

As pastas de cimento referência e de cimentos ternários foram submetidas a análise termogravimétrica nas idades de 1, 7 e 28 dias. A quantificação do teor de portlandita foi realizada conforme item 5.7.2.

Os picos foram identificados conforme Lothenbach, De Weerd e Durdzinski (2016). O pico decorrente da perda de massa da etringita ( $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$ ) estão localizados próximos a  $100^\circ\text{C}$ . A desidroxilação do monocarbonato de cálcio ( $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CO}_2 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$ ) ocorre em dois estágios, primeiro ocorre a perda de cinco  $\text{H}_2\text{O}$  dentro das camadas entre  $140$  e  $150^\circ\text{C}$  e depois, outros seis  $\text{H}_2\text{O}$  da camada octaédrica entre  $200$  e  $300^\circ\text{C}$ , respectivamente. O Mc também perde  $\text{CO}_2$  em  $650^\circ\text{C}$ . A perda de massa da portlandita ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) ocorre em  $460^\circ\text{C}$ . A hidrogranada que contém sílica, que são os sistemas C-A-S-H, desidroxilam próximo a  $340^\circ\text{C}$ . Entre  $600$  e  $800^\circ\text{C}$  ocorre a descarbonatação da calcita ( $\text{CaCO}_3$ ).

O teor de carbonato de cálcio foi determinado pela perda de massa em função da descarbonatação da calcita ( $\text{WL}_{\text{CaCO}_3}$ ), utilizando a massa molecular da calcita ( $m_{\text{CaCO}_3} = 100\text{g/mol}$ ) e  $\text{CO}_2$  ( $m_{\text{CO}_2} = 44\text{g/mol}$ ), conforme  $\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = \text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{CO}_2}} = \text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{74}{44}$  [Equação 20 (LOTHENBACH, DURDZINSKI e DE WEERDT, 2016)].

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = \text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{m_{\text{CaCO}_3}}{m_{\text{CO}_2}} = \text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{74}{44} \quad [\text{Equação 20}]$$

Assim como para portlandita, os resultados foram reescalados para 100 gramas de pasta, conforme  $\text{CaCO}_{3,\text{pasta}} = \frac{\text{CaCO}_{3,\text{medido}}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+a/\text{mt})}$  [Equação 21 (LOTHENBACH, DURDZINSKI e DE WEERDT, 2016)].

$$\text{CaCO}_{3,\text{pasta}} = \frac{\text{CaCO}_{3,\text{medido}}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+a/\text{mt})} \quad [\text{Equação 21}]$$

O detalhamento do cálculo e os resultados completos da determinação dos teores de portlandita e calcita para as pastas de cimento tipo LC<sup>3</sup>, seguem nas Tabela 31 e Tabela 32, respectivamente, APÊNDICE E.

Para o ensaio de AT das pastas de cimento ternárias tipo LC<sup>3</sup>, também não foi realizado a correção das curvas TG/DTG para a flutuabilidade, conforme sugerido por Villágran-Zaccardi et al. (2017).

## 5.8.2 Difração de raios X

As pastas foram monitoradas aos 1, 7 e 28 dias. Foram realizadas apenas análises qualitativas.

Foi realizada a interpretação do difratograma completo, no intervalo entre 5 e 80° 2 $\theta$ . Porém serão apresentados apenas os resultados entre 5 e 30° 2 $\theta$ , que é justamente a posição 2 $\theta$  dos picos de interesse deste estudo.

Os difratogramas foram interpretados com o auxílio do software *Highscore Plus Help System* versão 4.5. Para a interpretação dos picos foi criada uma base de dados dentro do software com fichas catalográficas sugeridas por Snellings (2016) (APÊNDICE G), com as fases principais que formam em sistemas de cimentos com MCS. Para alguns minerais como o quartzo e a portlandita foram utilizadas fichas que o próprio software sugeriu, pois, os ângulos de reflexão respondiam melhor aos picos neste caso.

O ângulo de reflexão dos picos de um mesmo mineral se difere em função do tipo de cimento e da idade. Mesmo assim, adotou-se uma mesma ficha catalográfica para todos os cimentos e para todas as idades analisada, no intuito de fazer uma comparação direta entre eles. A ficha catalográfica de cada mineral foi definida a partir da pasta referência (CP V). As fichas catalográficas das fases utilizadas para a interpretação dos picos estão no ANEXO A.

### 5.8.3 Resistência à compressão

O ensaio de desempenho mecânico baseou-se na NBR 7215 (ABNT, 2019), porém aplicado em pasta. Da mesma forma que no ensaio de IAP-P foi utilizado relação a/ms de 0,45, definido a partir da consistência da pasta referência. A consistência das demais pastas foram ajustadas com aditivo superplastificante. O consumo de materiais para cada pasta está descrito na Tabela 13.

Tabela 13 – Consumo de materiais para a produção das pastas de cimento LC<sup>3</sup>

Mistura	Cimento (g)	MC (g)	RCV (g)	CC (g)	PQ (g)	Água (g)	Aditivo (%)	Consistência (mm)
CP	200	-	-	-	-	90	-	93
LC <sup>3</sup> -M	110	60	-	30	-	90	0,56	89
LC <sup>3</sup> -R	110	-	60	30	-	90	0,18	95
PQ30M	110	60	-	-	30	90	0,56	96
PQ30R	110	-	60	-	30	90	0,21	92
PQ15	170	-	-	-	30	90	0,07	92
PQ45	110	-	-	-	90	90	0,05	95

Nota: CP = Cimento Portland | MC = Metacaulim | RCV = Resíduo de Cerâmica Vermelha | C = Calcário | PQ = Pó de Quartzo

Fonte: elaborado pela autora.

As pastas foram preparadas, moldadas e armazenadas conforme descrito no item 5.6. Para este ensaio foram analisadas a resistência à compressão axial em 6 idades: 1, 3, 7, 28, 56 e 91 dias.

## 6 ANÁLISE DOS RESULTADOS

Neste item são apresentados, analisados e discutidos os resultados obtidos na execução do programa experimental. A análise de variância (ANOVA) foi aplicada apenas os resultados de resistência à compressão da Etapa 3.

### 6.1 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

Os resultados apresentados na sequência foram obtidos na Etapa 1 do programa experimental.

#### 6.1.1 Caracterização química dos materiais

A Tabela 14 apresenta a caracterização química dos materiais utilizados na pesquisa representada pelos óxidos mais estáveis.

Tabela 14 – Composição química dos materiais cimentícios suplementares.

Composto químico	Teores (%)				
	CPV	RCV	MC	Calcário	PQ
SiO <sub>2</sub>	15,5	60,09	43,44	12,59	98
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,97	20,99	32,45	3,57	1,04
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,86	13,19	2,75	1,69	0,12
CaO	62,7	0,86	0,09	43,84	0,02
Na <sub>2</sub> O	-	0,14	0,1	0,49	<0,01
TiO <sub>2</sub>	0,18	1,7	0,99	0,24	0,04
K <sub>2</sub> O	1,41	0,94	2,27	0,6	0,22
MgO	2,97	0,88	0,85	1,08	0,02
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	-	0,05	0,2	0,12	0,01
SO <sub>3</sub>	4,46	ND	ND	ND	ND
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01	ND	ND	ND	ND
MnO	0,08	0,2	0,01	0,06	ND
SrO	0,29	ND	ND	0,12	ND
ZnO	-	ND	ND	ND	ND
ZrO <sub>2</sub>	0,01	ND	ND	ND	ND
BaO	0,03	ND	ND	ND	ND
PF	5,49	1,26	2,32	34,95	0,26

ND = não detectado

Fonte: elaborado pela autora.

A análise quantitativa dos óxidos mostra que os compostos majoritários para o RCV é  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e para o metacaulim  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Esses resultados já eram esperados, uma vez que estes são os principais compostos químicos encontrados nos argilominerais. O resíduo cerâmico apresenta valores de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de 59,91%, 20,93% e 13,15%, características químicas semelhantes a outros estudos. Conforme estudos de Garcia et al. (2014), RCVs de diferentes regiões do estado de São Paulo, apresentaram teores de sílica, alumina e hematita de aproximadamente 58%, 20% e 7% respectivamente. Estudando RCV de uma indústria cerâmica de Itaboraí – RJ, Gonçalves et al. (2009) obtiveram teores de 63,89%, 25,49% e 7,73% e Lavat, Trezza e Poggi (2009) encontraram teores de 64,04%, 19,35% e 6,96%. É possível destacar que o resíduo utilizado neste trabalho apresentou o dobro do teor de hematita dos trabalhos supracitados. Quanto a este aspecto, Ghorbel e Samet (2013) explicam que o teor de hematita influencia a reação pozolânica: ela pode melhorar a reação pozolânica da caulinita até um teor ótimo, nesse caso 2,7%, e acima disso ela é prejudicial. Segundo os autores ocorre a decomposição de uma camada de gel de hematita sobre a partícula de caulinita, criando uma barreira que dificulta a sua dissolução, diminuindo o teor de Si e Al disponíveis para a reação.

A composição química do metacaulim utilizado neste trabalho também está similar aos valores encontrados na literatura. Os resultados encontrados para os teores de sílica, alumina e hematita foram de 50,83%, 37,96% e 3,22%, respectivamente. Alujas et al. (2015), utilizaram em sua pesquisa um metacaulim com sílica 43,89%, alumina de 24,73% e hematita de 11,13%, é possível perceber que os teores de sílica e alumina são menores do que o metacaulim deste estudo. Hollanders et al. (2016) estudaram argilas caulínicas com teores de sílica, alumina e hematita em média de 45,61%, 39,09% e 0,65%, respectivamente. Almenares et al. (2017) analisaram um metacaulim de baixo teor de caulinita (48,47%), sendo que a composição química apresentou teores de 54,63%, 27,33% e 12,60% de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  respectivamente. Observa-se que o teor de hematita presente nos metacaulins dos estudos supracitados varia bastante.

Quando comparados os teores de  $\text{SiO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  entre o metacaulim e o RCV, observa-se que a o RCV possui teor de alumina menor do que o metacaulim e o teor de sílica maior que metacaulim. O RCV conta com elevado teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  diferente do metacaulim, o que pode prejudicar a dissolução de Si e Al para as reações secundárias.

A NBR 12653 (ABNT, 2014) determina os requisitos químicos mínimos para as pozolana. No caso das argilas calcinadas, classificadas como pozolana de classe N, o somatório dos óxidos de  $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  deve ser igual ou superior a 70%. As duas argilas calcinadas

utilizadas nesse estudo atendem a esses valores, com somatórios de óxidos para o RCV e metacaulim de 93,99% e 92,01%, respectivamente. O somatório de óxidos ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) do RCV é a maior do que do metacaulim, porém isso não é um indício que o RCV é mais reativo do que o MC, pois a reatividade é estritamente ligada à mineralogia desses compostos.

O equivalente alcalino dos materiais cimentícios suplementares foram calculados a partir dos resultados de FRX através da  $\text{Na}_2\text{O}$  equivalente =  $\text{Na}_2\text{O} + 0,658 \cdot \text{K}_2\text{O}$  [Equação 22, proposta por Veronelli (1978)]. Os valores utilizados para o cálculo são em porcentagem. Os resultados encontrados estão apresentados na Tabela 15.

$$\text{Na}_2\text{O equivalente} = \text{Na}_2\text{O} + 0,658 \cdot \text{K}_2\text{O} \quad [\text{Equação 22}]$$

Tabela 15 – Equivalente alcalino dos MCS

MCS	Eq. Alcalino (%)
RCV	0,76
MC	1,59
CC	0,88
PQ	0,14

Fonte: elaborado pela autora.

O RCV, CC e PQ apresentaram valores de equivalente alcalino menores que o estabelecido pela NBR 12653 (ABNT, 2014) de 1,5%. O teor de equivalente alcalino do MC não atendeu o máximo estabelecido em norma. Apesar do elevado valor de equivalente alcalino presente nos MCS, incluindo MC e RCV, utilizados por Cachepa (2017) e Guillante (2018) no estudo de reação álcali-agregado, a autora observou mitigação na expansão de amostras produzidos com adição destes MCS.

Em relação ao teor de  $\text{SO}_3$  a mesma norma estabelece o valor máximo de 4%. As duas pozolanas estudadas atendem a esta exigência, já que a presença deste óxido não foi detectada em nenhum dos casos. O valor máximo de perda ao fogo determinada é de 10%. O RCV apresentou 1,26% e o metacaulim 2,72%, atendendo a máximo permitido.

O pó de quartzo utilizado nesta pesquisa é composto por 98,27% de  $\text{SiO}_2$ , e baixo teor de outros compostos atendendo as expectativas, já que este material será utilizado como material inerte.

O calcário em estudo apresentou 44,13% de  $\text{CaO}$  e 35,18% de perda ao fogo. O elevado teor de óxido de cálcio, em relação aos outros compostos químicos que compõem o calcário, pode ser associado a presença predominante de  $\text{CaCO}_3$  no material. A perda ao fogo encontrado

pode ser correlacionada a perda  $\text{CO}_2$  devido ao processo de descarbonatação do carbonato de cálcio que ocorre durante o ensaio.

É possível estimar a quantidade de carbonato de cálcio presente na amostra utilizando cálculo estequiométrico a partir de do teor de  $\text{CaO}$  determinado na análise química ( $1\text{g/mol CaCO}_3 = x$  [Equação 23]). O teor de carbonato de cálcio presente na amostra é de 78,80%.

$$0,56\text{g/mol CaO} = 44,13\% \text{ CaO}$$

$$1\text{g/mol CaCO}_3 = x \quad \text{[Equação 23]}$$

$$\text{Logo, } x = 78,80\% \text{ CaCO}_3$$

O teor de calcita presente no calcário também foi determinado pela perda de massa apresentada pela curva TG da análise térmica, que resultou em 77,33%.

O cimento CP V, utilizado nesta pesquisa, foi produzido durante a vigência da NBR 5733 (ABNT, 1991), que estabelecia perda ao fogo (PF) máxima de 4,5% e adição de até 5% e material carbonático. A análise da curva TG do CP V identificou uma PF igual a 5,49%, não atendendo ao requisito máximo da referida norma. É provável que o fabricante já tenha colocado mais fíler na composição do cimento. A curva DTG apresentou um pico de perda de massa na temperatura característica da desidroxilação do  $\text{Ca(OH)}_2$  (APÊNDICE C), o que indica pré-hidratação do cimento, bem como na temperatura de decomposição do carbonato cálcio, o que indica a presença de 5,55% deste mineral, valor acima do limite máximo o que pode significar, também, uma carbonatação prévia.

### 6.1.2 Caracterização física dos materiais

A finura do cimento e dos materiais cimentícios suplementares afetam significativamente nas reações de hidratação. Um grau de hidratação maior é encontrado em cimentos de finura maior (MEHTA e MONTEIRO, 2011). A finura dos MCS também possui papel fundamental no desempenho no cimento, quanto menor for a dimensão das suas partículas mais reativo eles passam a ser (MASSAZZA, 2004). Para que se tenha um efeito fíler eficiente, é necessário que as partículas dos materiais cimentícios suplementares tenham um diâmetro de grão menor que a do cimento, permitindo que venham a preencher os espaços vazios e entre seus grãos, atuando também como pontos de nucleação (DAL MOLIN, 2011). Logo, o critério de moagem estabelecido neste estudo foi obter MCS com  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  e  $d_{90}$  menores do cimento,



obtendo-se assim uma curva de distribuição granulométricas deslocada à esquerda da curva do cimento (Tabela 16 e Figura 21).

Tabela 16 – Caracterização física dos MCS e do cimento CP V.

	<b>CP V</b>	<b>RCV</b>	<b>MC</b>	<b>Calcário</b>	<b>PQ</b>
<b>Área Superficial BET (cm<sup>2</sup>/g)</b>	16.098	231.474	220.473	33.491	14.127
<b>Área superficial por GL (m<sup>2</sup>/cm<sup>3</sup>)</b>	0,5	2,016	1,177	2,041	2,365
<b>Massa Específica (g/cm<sup>2</sup>)</b>	2,99	2,68	2,52	2,65	2,60
<b>Análise granulométrica</b>					
D10 (µm)	6,78	1,92	2,589	1,809	1,315
D50 (µm)	13,98	3,31	6,95	3,28	3,38
D90 (µm)	28,82	5,08	16,51	5,85	8,18
DMédio (µm)	15,46	3,38	7,99	3,51	3,98

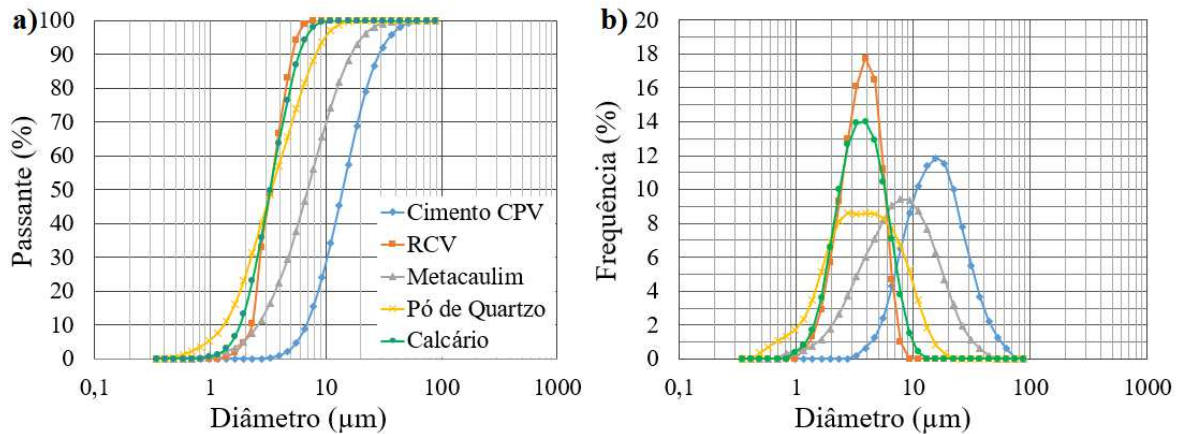
Fonte: elaborado pela autora.

Além disso, buscou-se trabalhar com MCS de finuras próximas, com o objetivo de minimizar diferenças devidas ao efeito físico na hidratação do cimento. O cimento CP V apresentou d50 de 13,98 µm. O valor baixo é característico desse tipo de cimento, pois o aumento da finura aumenta a reatividade a curto prazo

Estipulou-se um d50 para todos os MCS que atendessem ao intervalo compreendido entre o d50 do pó de quartzo, que foi adquirido esta dimensão. Em relação ao metacaulim não foi possível adequar o d50 para valores mais próximos do d50 do pó de quartzo, pois, com os equipamentos e técnicas disponíveis à época da execução do programa experimental, foi possível reduzir o d50 até 6,95 µm. A dificuldade em reduzir o tamanho das suas partículas deve-se à tendência que o metacaulim tem de se aglomerar dentro do equipamento, limitando a eficiência de moagem no moinho, também prejudicada pelos limites do próprio equipamento. Este mesmo problema também foi reportado por Souza e Dal Molin (2002), que, mesmo submetendo por mais tempo de moagem, não obtiveram redução da finura do metacaulim estudado, mesmo material em um mesmo equipamento.

Para o resíduo de cerâmica vermelha e calcário foram obtidos com valores de d50 dentro do intervalo determinado, e com curvas de distribuição granulométricas próximas. De qualquer forma, todos os MCS resultaram em d50 e curva granulométricas menores do que a do cimento CP V, satisfazendo os critérios pré-estabelecidos neste programa experimental.

Figura 21 – a) Curva e b) Histograma de distribuição granulométrica

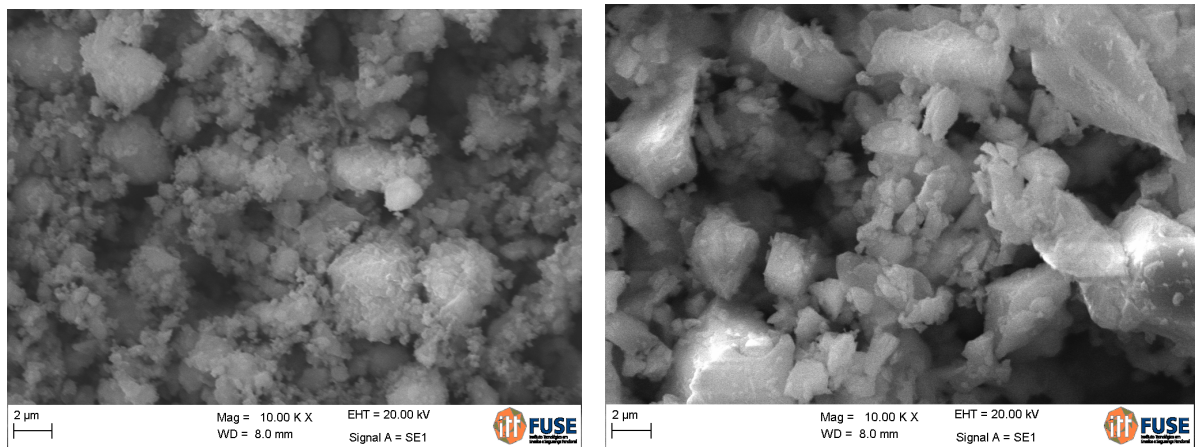


Fonte: elaborado pela autora.

Apesar das curvas de distribuição granulométrica do RCV, PQ e CC apresentarem uma configuração com diferenças máximas de 0,1 µm para d10, de 0,3 µm para d50 e de 3 µm para d90, os valores de área superficial específica, obtidos por BET, apresentam uma variação relevante entre si. Enquanto que o RCV possui área superficial de 231.474cm<sup>2</sup>/g o pó de quartzo possui valor bem inferior 14.127cm<sup>2</sup>/g. A técnica de granulometria a laser considera que as partículas são esféricas. O resíduo de cerâmica vermelha apresenta área superficial maior que a do metacaulim. Essa diferença pode ser associada a maior finura do RCV em relação ao metacaulim, conforme apresentado na distribuição granulométrica da Figura 21. De acordo com Mehta e Monteiro (2011) se as características físicas fossem isoladas, seria possível afirmar que o resíduo de cerâmica terá reatividade maior que o metacaulim.

O método de BET determina a área superficial pela quantificação do volume de nitrogênio da camada adsorvida na superfície das partículas do material. Logo, o formato e a textura da partícula, como poros, rugosidades e fissuras, presentes na superfície do grão, têm influência no valor do resultado da análise (BERODIER e SCRIVENER, 2014). As argilas calcinadas, por exemplo, possuem partículas em formato de plaquetas, ou seja, grau de esfericidade baixo e com grau de arredondamento subanguloso (Figura 22a) que contribuem para uma elevada área superficial. Em contrapartida, os grãos de pó de quartzo (Figura 22b) possuem uma superfície lisa e um grau de esfericidade alto e com grau de arredondamento anguloso. O formato e textura de partículas são características particulares de cada tipo de material.

Figura 22 – Imagem MEV a) resíduo de cerâmica vermelha (aumento de 10.000 x) e b) Pó de quartzo (aumento de 10.000 x).

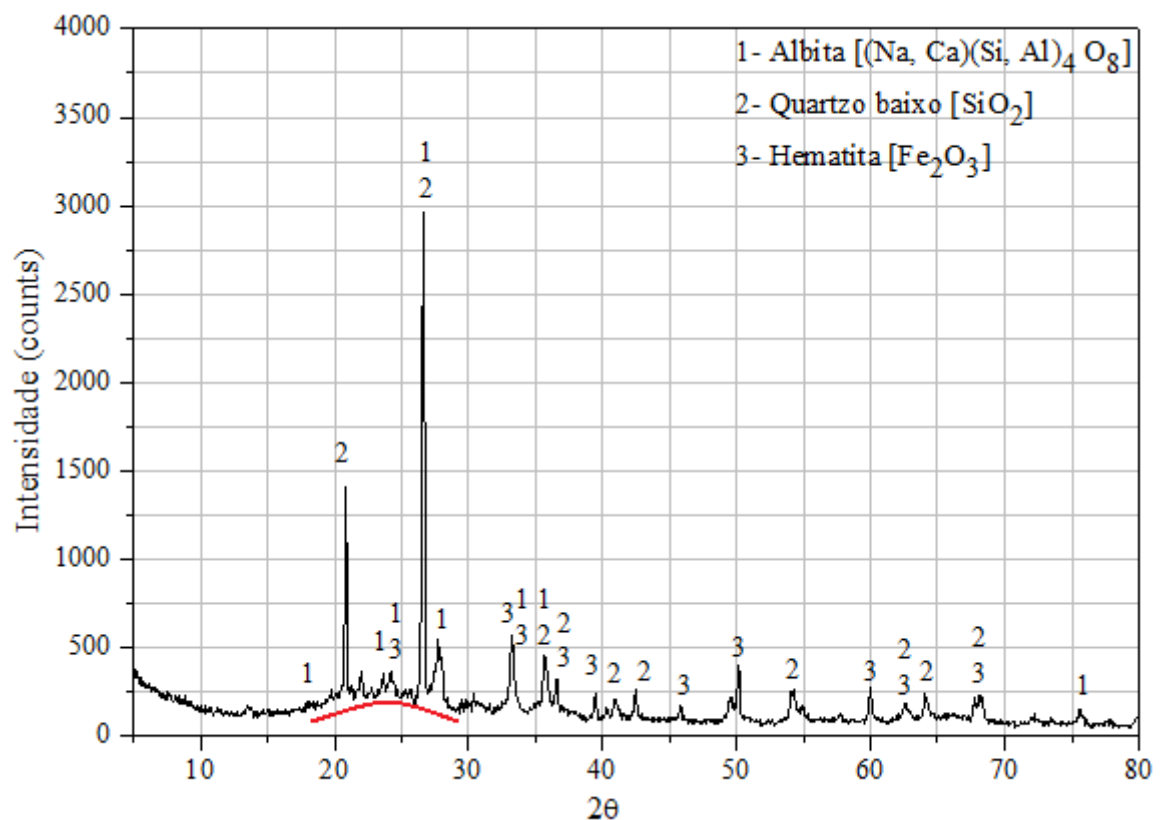


Fonte: Fernandes (2018).

### 6.1.3 Caracterização mineralógica dos materiais

A Figura 23 apresenta o difratograma do resíduo cerâmico utilizados neste estudo.

Figura 23 – Difratoograma do resíduo cerâmico

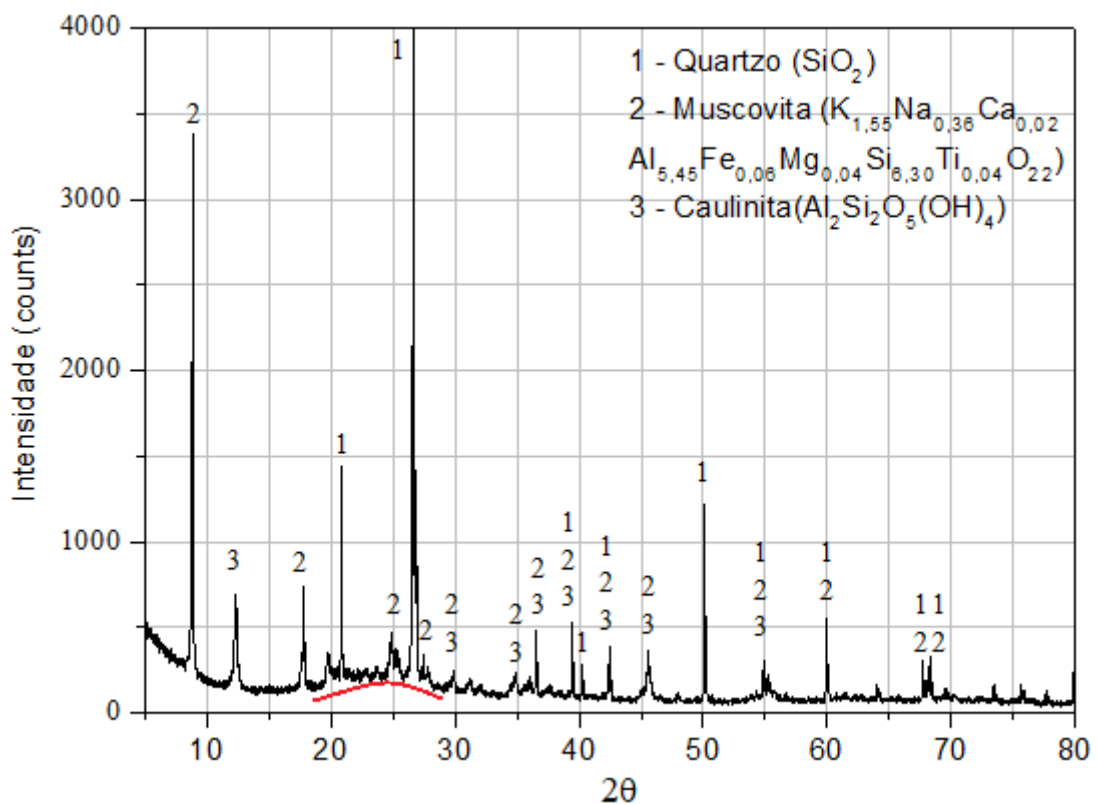


Fonte: elaborado pela autora.

O difratograma do resíduo cerâmico apresenta picos cristalinos de albita (Na ou Ca) e quartzo baixo (pertencente aos silicatos) e ferro na forma de hematita. Ge et al. (2015) e Fernandes (2018) também identificaram a presença de quartzo e hematita nas amostras de RCV. Enquanto que, Mas et al. (2016) observaram o quartzo e albita. Observa-se que entre os ângulos  $20^\circ$  e  $30^\circ 2\theta$  ocorre o deslocamento da linha de base horizontal, indicando que este material possui fase amorfa.

O difratograma de raios X do metacaulim é apresentado na Figura 24.

Figura 24 – Difratograma do metacaulim



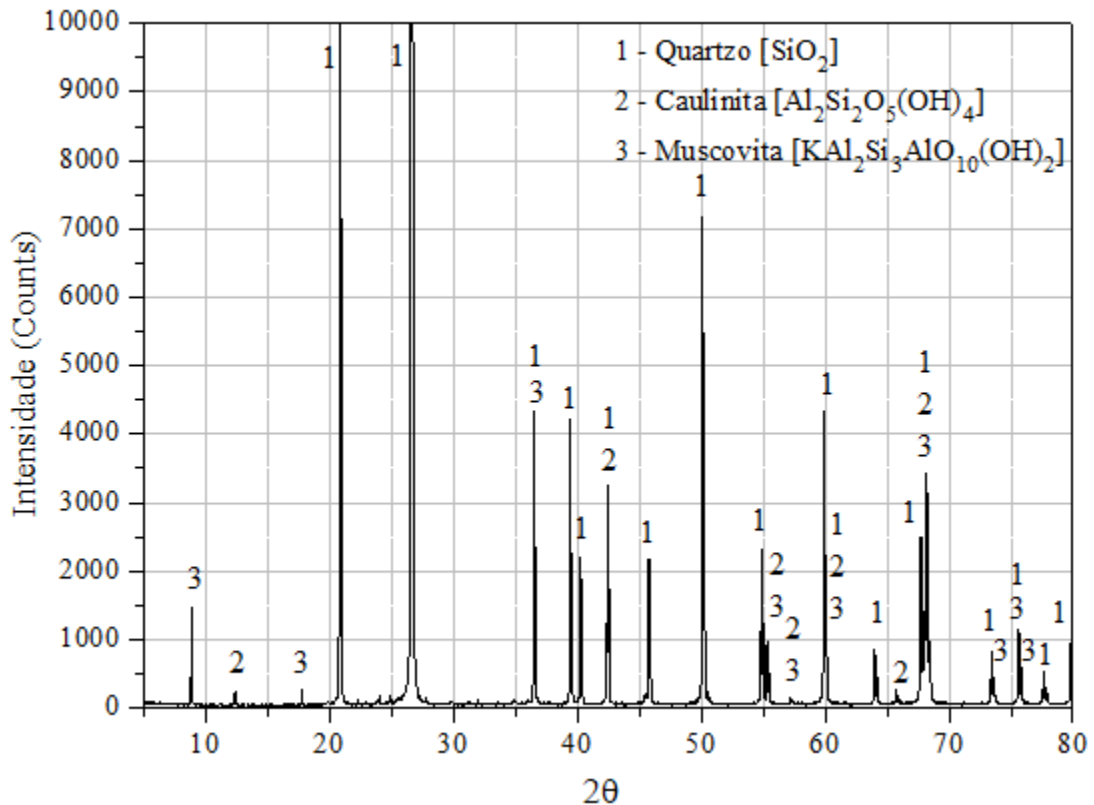
Fonte: elaborado pela autora.

O metacaulim apresentou halo amorfo entre  $20^\circ$  e  $30^\circ 2\theta$ . Os picos cristalinos de caulinita, quartzo e muscovita (pertencente a classe dos silicatos) são típicos de argilas caulínicas, e foram reportados por Souza e Dal Molin (2002), Tironi et al. (2013) e Hollanders et al. (2016).

O difratograma do pó de quartzo indica cristalinidade, com picos de alta intensidade, sem deslocamento da linha de base. A maioria dos picos cristalinos são de quartzo, com incidência menor de picos de caulinita e muscovita (Figura 25). Este aspecto é importante para

comprovar que o material não possui características de material que possa apresentar alguma reatividade.

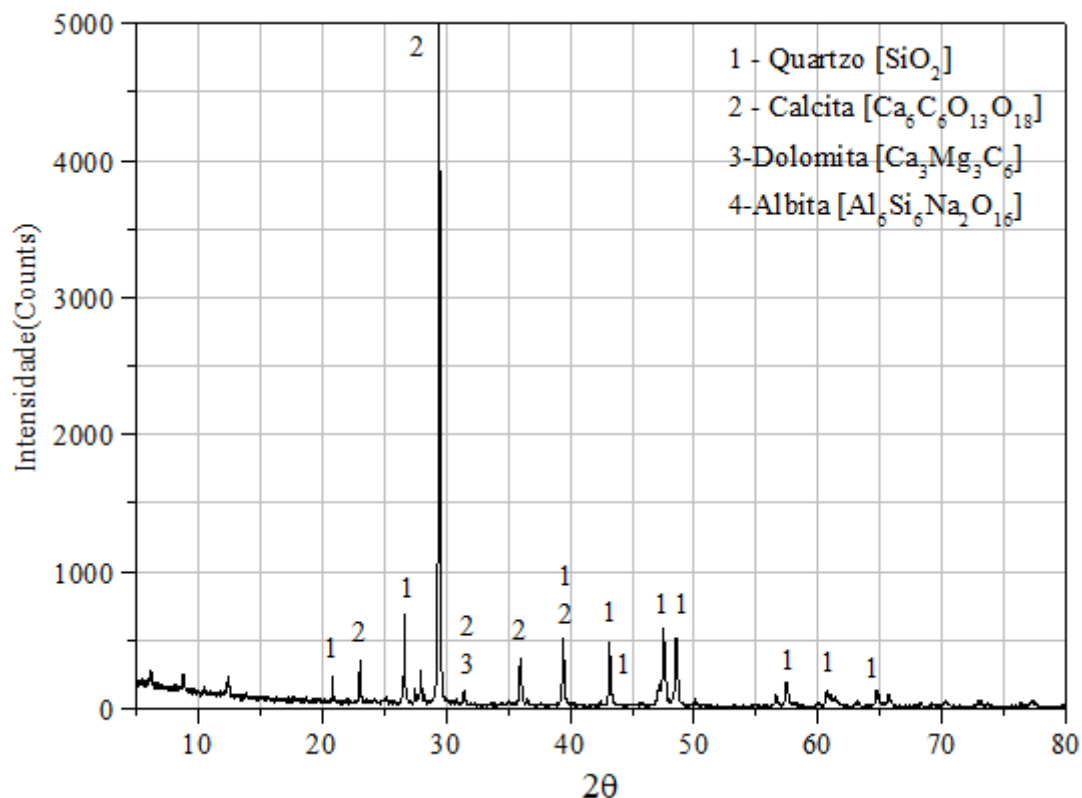
Figura 25 – Difratoograma do pó de quartzo



Fonte: elaborado pela autora.

Na Figura 26 é apresentado o difratograma do calcário, no qual foram identificados picos cristalinos na forma de calcita e quartzo, estando de acordo com os resultados de FRX (Tabela 14) e da análise térmica. Conforme Abrahão (1983) A ocorrência de sílica nos calcários é extremamente frequente, podendo estar representada por calcedônia ou quartzo microcristalino. Também é comum encontrar material argiloso nos calcários e dolomitos, em forma de albita, ortoclásio, ilita etc.

Figura 26 – Difratoograma do calcário



Fonte: elaborado pela autora.

As características dos materiais atestam as características necessárias para atender aos objetivos do trabalho. Além disso, esses dados são importantes para auxiliar as análises do comportamento das pastas hidratadas, auxiliando a interpretação de determinadas tendências observadas nos resultados obtidos.

## 6.2 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA

Neste capítulo serão apresentados os resultados das análises de atividade pozolânica, sendo que a discussão será realizada com aporte do embasamento teórico.

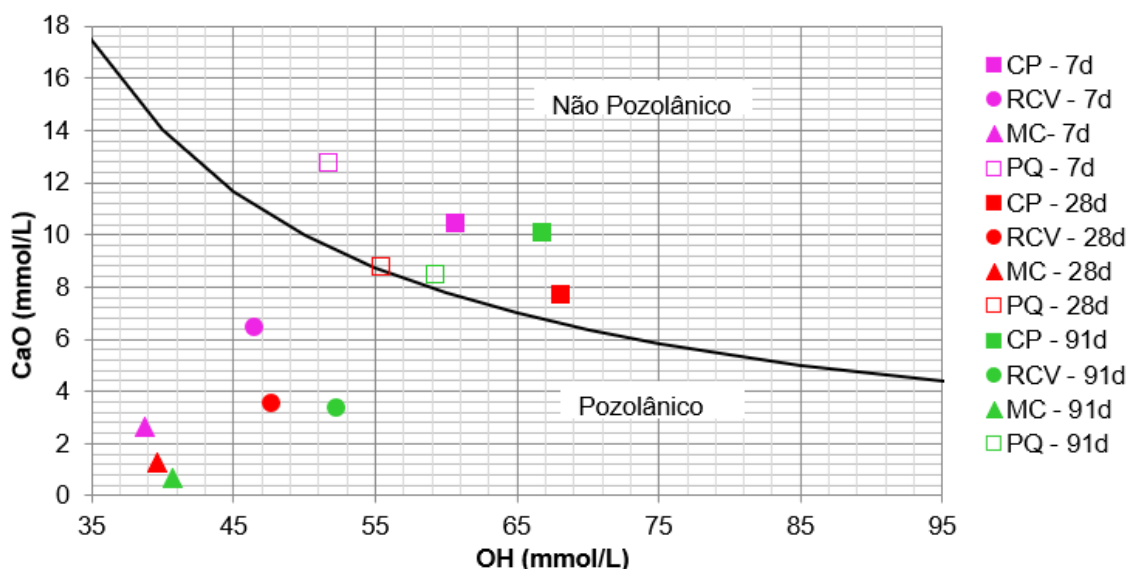
### 6.2.1 Método Fratini

Os resultados do teste de Fratini estão apresentados na

Figura 27. O ensaio foi realizado em duplicata, apresentando-se as médias. Os resultados acima da curva de saturação são aqueles que não possuem atividade pozolânica, já os resultados

que se enquadram abaixo da curva de saturação são aqueles que tiveram remoção de  $\text{Ca}^{2+}$ , logo possuem atividade pozolânica.

Figura 27 – Resultados de Fratini nas amostras dos MCS aos 7, 28 e 91 dias.



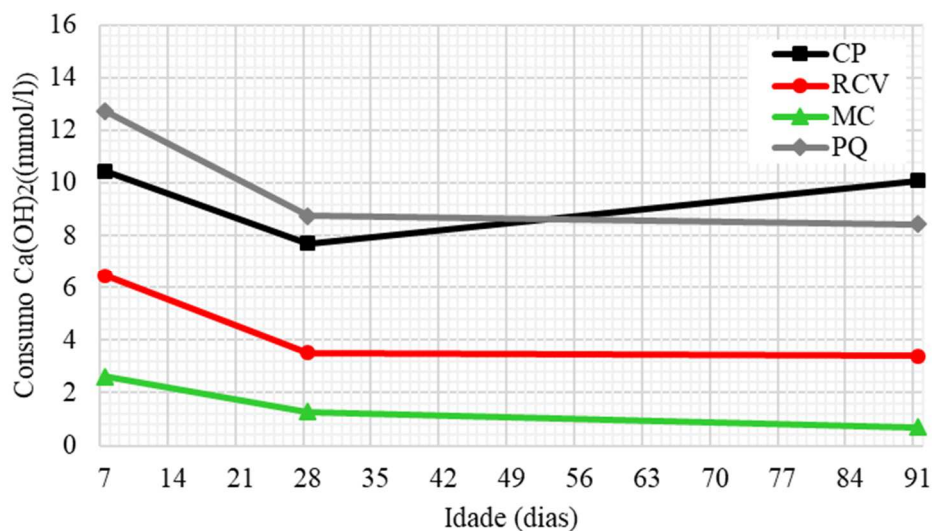
Fonte: Elaborado pela autora.

Os resultados das pastas de cimento produzidas com MC e RCV ficaram abaixo da linha de solubilidade em todas as idades estudadas. Os cimentos com adição de MC e RCV tiveram consumo de  $\text{Ca}^{2+}$  e conseqüente consumo de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  devido a progresso da reação pozolânica, podendo ser classificados como materiais pozolânicos. Os resultados para o MC encontram-se bem abaixo da linha de saturação, indicando elevada pozolanicidade. Os valores do RCV estão mais próximos a curva. Observa-se que o RCV mostra ter atividade pozolânica já aos 7 dias. Este resultado corrobora com o estudo de outros autores como Irassar et al. (2014), porém diverge com o estudo de Fernandes (2018), onde o RCV apresentou reatividade pozolânica apenas a partir dos 28 dias.

Deve-se ressaltar que os materiais pozolânicos originados de resíduos de cerâmica vermelha podem divergir significativamente entre si, uma vez que as diferentes combinações de tipo e proporções de argilas para compor a massa que será transformada em cerâmica variam entre os fabricantes, bem como entre as regiões onde são produzidos. Estas diferenças são devidas à formação geológica das argilas, bem como em função dos parâmetros de queima e obtenção do material cerâmico, destacando-se as temperaturas e períodos que compreendem as rampas de aquecimento e resfriamento, bem como o patamar de queima.

As amostras produzidas com o pó de quartzo e a pasta referência estão enquadradas todas acima da linha de saturação. A Figura 28 mostra o consumo de CaO ao longo do tempo para os materiais estudados.

Figura 28 - Consumo de  $\text{Ca(OH)}_2$  ao longo do tempo



Fonte: elaborada pela autora.

Os resultados do ensaio de Fratini que são apresentando como consumo de CaO foram recalculados para remoção de CaO, os mesmos estão apresentados na Tabela 17.

Tabela 17 – Resultados do ensaio de Fratini recalculados com a remoção de CaO

Idade	Amostra	$\text{OH}^-$ (mmol/l)	CaO (mmol/l)	Teórico max. CaO (mmol/l)	Redução de CaO (%)
7	CP	60,70	10,45	7,66	-36,49
	RCV	46,45	6,46	11,13	41,91
	MC	38,76	2,61	14,73	82,26
	PQ	51,78	12,75	9,52	-33,94
28	CP	68,08	7,70	6,59	-16,82
	RCV	47,61	3,53	10,73	67,11
	MC	39,62	1,28	14,22	90,97
	PQ	55,47	8,76	8,65	-1,26
91	CP	66,85	10,09	6,75	-49,44
	RCV	52,21	3,39	9,41	63,93
	MC	40,75	0,69	13,59	94,94
	PQ	59,28	8,44	7,90	-6,73

Fonte: elaborado pela autora.

É possível observar que, tanto o RCV como o MC, apresentam atividade pozolânica ao longo dos intervalos de tempo estudados, com um maior índice de remoção de CaO para o MC,

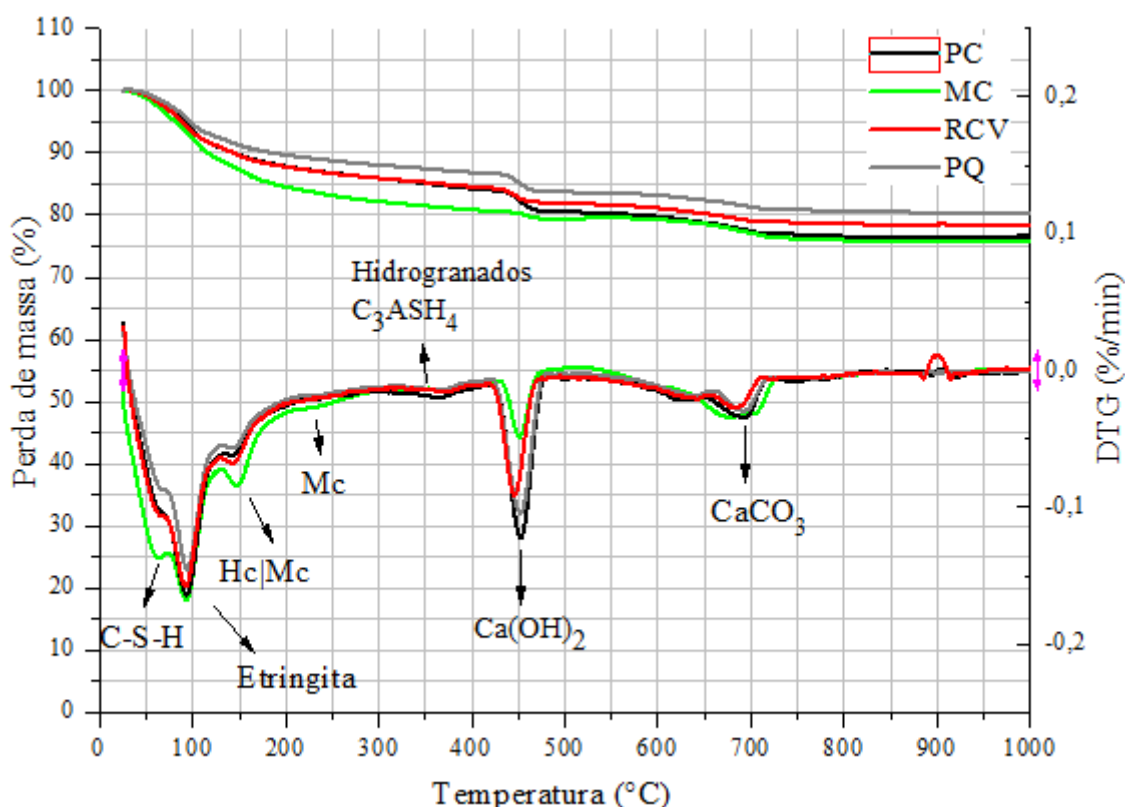


na ordem de 36% quando comparado ao RCV. Todavia, mesmo removendo menos CaO do que o metacaulim, o RCV apresentou atividade pozolânica para todas as idades estudadas, com isso atestando a sua potencialidade para ser empregado como MCS reativo. Esta potencialidade já era prevista a partir dos resultados de caracterização, tanto pela presença de óxidos pozolânicos em teor que atende a NBR 12653 (ABNT, 2014), bem como pela presença de halo amorfo no difratograma de raios X. Além disso, a finura reduzida do material pode ainda conferir-lhe características de microfíler. O PQ foi classificado como material não pozolânico, mostrando ser adequado para ser utilizado como material inerte.

## 6.2.2 Análise Térmica

A Figura 29 apresenta o gráfico com a curva de TG/DTG das pastas com os MCS aos 7 dias.

Figura 29 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 7 dias.



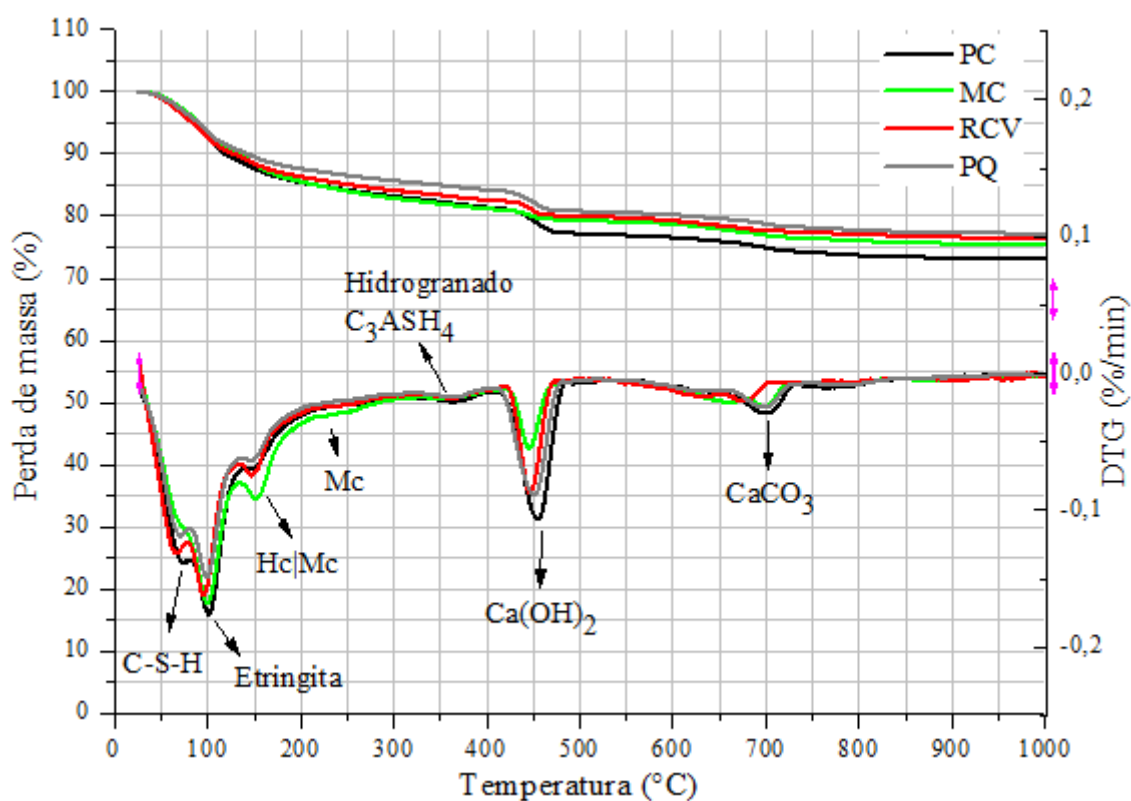
Fonte: elaborado pela autora.

O pico decorrente da desidroxilação do hidróxido de cálcio ocorre no intervalo de temperatura entre 420 e 480°C para todas as pastas, com áreas distintas para os eventos térmicos

evidenciados na DTG (Figura 29). De uma forma geral, é possível notar que o metacaulim é aquele que resultou em menor pico de perda de massa, nesse intervalo de temperatura, com menor área, seguido pelo RCV. Esse comportamento está relacionado com a capacidade das duas argilas calcinadas em consumir hidróxido de cálcio. A pasta PQ gera menor teor de CH do que a pasta de referência, pois, sendo produzida com consumo de cimento menor do que a pasta referência, a disponibilidade de produtos hidratados tende a ser menor.

A curva TG/DTG, apresentadas na Figura 30, mostram que os picos endotérmicos da perda de massa da portlandita do RCV e do PQ aos 28 dias tem amplitude similar. Porém, eles possuem áreas diferente, pois as temperaturas de início e fim delas são diferentes.

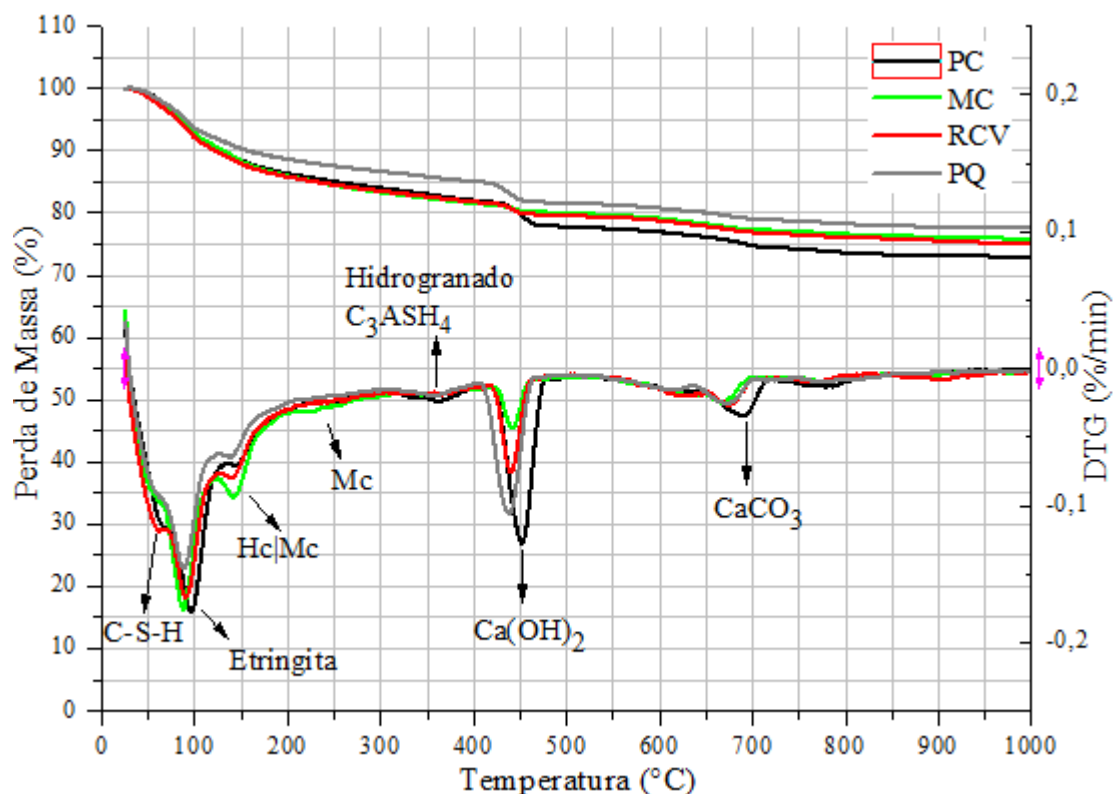
Figura 30 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 28 dias



Fonte: elaborado pela autora.

Os resultados obtidos para a idade de 91 dias de hidratação das pastas são apresentados nas curvas TG/DTG da Figura 31. Percebe-se que a tendência de comportamento é a mesma observada nas demais análises térmicas.

Figura 31 - Curvas TG/DTG das pastas de cimento com MCS aos 91 dias



Fonte: elaborado pela autora.

A Tabela 18 apresenta a quantificação do teor de hidróxido de cálcio presente na pasta ao longo do tempo. O decréscimo de portlandita aos 91 dias em relação aos 28 dias nas pastas de CP não é um comportamento esperado, no entanto, tendo em vista que esta diferença é de apenas de 1%, o que poderia ser atribuído ao erro da técnica, no entanto para confirmar esta hipótese seria necessário medir esse erro. Além disso, pode ser observar que 88% da portlandita presente na pasta hidratada foi formada até os 7 dias, havendo um aumento de 12% neste teor dos 7 para os 28 dias. Estes valores confirmam o comportamento esperado para o CP V, pois, sendo um cimento de alta resistência inicial, a maior parte das reações de hidratação ocorrem logo nas primeiras idades.

Tabela 18 –  $\text{Ca(OH)}_2$  medido nas pastas de cimento ao longo do tempo

Idade	CP(%)	RCV(%)	MC(%)	PQ(%)
7	10,74	6,71	3,14	9,33
28	12,26	6,80	3,56	9,60
91	12,13	4,88	2,15	9,74

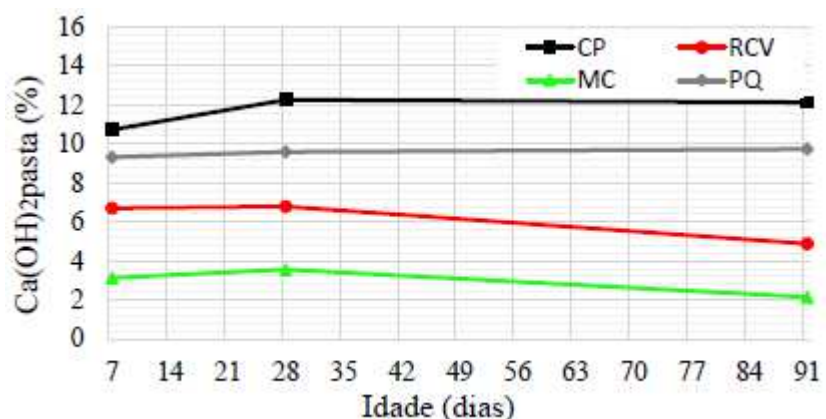
Fonte: elaborado pela autora.

O teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  presentes nas amostras da pasta PQ são praticamente estáveis ao longo das idades de análise. O motivo pelo qual não houve aumento do teor de portlandita ao longo das idades possivelmente deve-se à presença do fíler, que intensifica as reações de hidratação nas primeiras idades, proporcionando mais área/pontos de nucleação, gerando maior quantidade de produtos hidratados (GUTTERIDGE e DALZIEL, 1990; DAL MOLIN, 2011). Isso pode provocar a estabilização da quantidade de produtos hidratados em relação a pasta referência ao longo da idade.

Quanto às pastas produzidas com metacaulim, foi observado aumento no teor de CH, de 7 para 28 dias de 12%. A hipótese para esta variação pode ser explicada pelo fato que o cimento continua hidratando ao longo do tempo e o aporte de portlandita continuou ocorrendo que pode ser associado ao erro da técnica. No entanto, ao comparar os teores de CH com os resultados obtidos para a pasta PQ aos 7 dias, observa-se uma redução de 66%, indicando que há reação do MC com consumo de CH importante. Este nível de consumo de CH pelo MC é característico, tanto o é que a NBR 15894-2 (ABNT, 2010) estabelece que o índice de desempenho com cimento deve ser medido aos sete dias, com requisito mínimo de desempenho igual a 105%, quando comparado com argamassa produzida com 100% de cimento. Já aos 91 dias, esse consumo, tendo como base de comparação a pasta PQ, é de 78%, evidenciando que o metacaulim continua reagindo em idades mais avançadas.

Comparando-se as pastas com RCV e com PQ, havendo o mesmo consumo de cimento e mesmo potencial de aporte de portlandita ao sistema, a análise de reatividade do RCV indica que houve um consumo de 28%, 29% e 50% respectivamente para 7, 28 e 91 dias. Da mesma forma que ocorreu na pasta MC, aos 28 dias houve um acréscimo de 1% no teor medido de hidróxido de cálcio em relação aos 7 dias, porém, ao se comparar o teor de CH remanescente na pasta aos 28 dias com 91 dias, observa-se um aumento no consumo de portlandita de 21%. Esse padrão de reatividade pode indicar, como já observado nas pesquisas de Bektas (2007) e Naceri e Hamina (2009), que o RCV precisa de mais tempo para que as reações aconteçam.

A Figura 32 apresenta o gráfico com o teor de portlandita presente nas pastas com MCS ao longo do tempo, ilustrando os comportamentos supracitados.

Figura 32 – Teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  presente na pasta ao longo do tempo

Fonte: elaborado pela autora.

É possível fazer uma análise por outra perspectiva, quanto à remoção/consumo de hidróxido de cálcio. Dessa forma é possível perceber melhor a eficiência das argilas calcinadas quanto a atividade pozolânica. Aos 91 dias, o metacaulim removeu 82% de CH em relação a pasta CP e 78% da pasta PQ. Já o RCV, removeu 50% e 60% de portlandita, respectivamente.

As análises das curvas TG/DTG de Sebastiany (2014) resultaram em uma tendência similar com este trabalho em relação ao consumo de CH. É lógico que o metacaulim, constituído em grande parte por metacaulinita, possua uma maior reatividade. No entanto, não deve ser desprezado o comportamento pozolânico do RCV, sendo este um aspecto relevante para considerar este resíduo como fonte de material cimentício suplementar alternativa.

### 6.2.3 Resistência Mecânica e Índice de Atividade Pozolânica em pasta

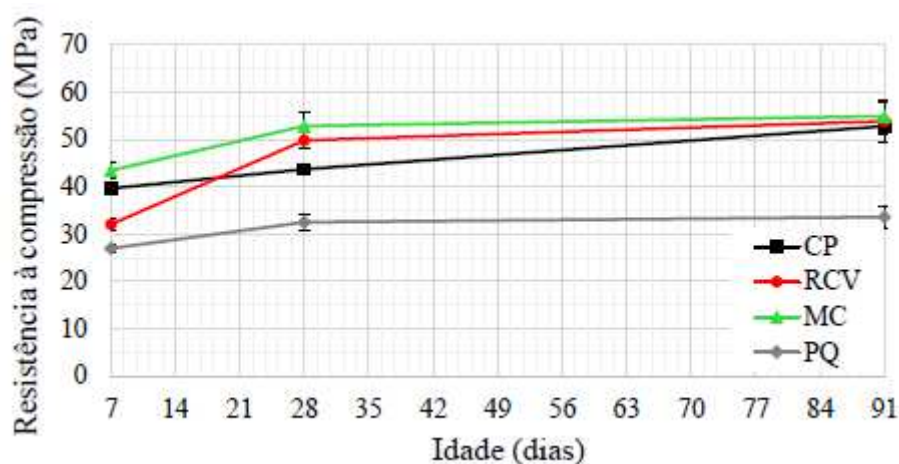
Os resultados de resistência à compressão das pastas para determinar o IAP estão apresentados na Tabela 19 e Figura 33.

Tabela 19 – Resultados de resistência à compressão do IAP-P

Mistura	Idade (dias)		
	7 (MPa)	28 (MPa)	91 (MPa)
CP	39,69	43,70	52,84
RCV	32,08	49,86	53,89
MC	43,48	52,88	54,95
PQ	27,00	32,55	33,63

Fonte: elaborado pela autora.

Figura 33 – Resistência à compressão de pastas ao longo da idade.



Fonte: elaborado pela autora.

Para todas as misturas é possível observar um ganho de resistência ao longo da idade. A pasta produzida com adição de PQ apresenta o menor desempenho entre as pastas estudadas. Esse comportamento já era esperado já que o PQ é quimicamente inerte e foi utilizado como uma adição não reativa para formar um padrão secundário, com igualdade de consumo de cimento das pastas com argila calcinada.

Os resultados de resistência à compressão foram submetidos a análise estatística com o auxílio do software *PALEontological STatistic – PAST versão 3.23*. Em um primeiro momento, foi realizado o teste de Shapiro-Wilk para verificar a normalidade dos resultados, considerando que cada tipo de cimento e cada idade é um grupo de amostragem. De acordo com o teste, os resultados de resistência possuem distribuição normal.

Então, foi realizada uma análise de variância (ANOVA) para verificar a existência de médias estatisticamente diferentes entre os grupos. Os resultados da ANOVA mostram que, com um intervalo de confiança de 95%, há diferença estatisticamente significativa em pelo menos um dos grupos. Em sequência foi aplicado o teste Tukey para comparar média dos grupos, de duas a duas (*pairwise comparison*), no intuito de identificar quais os grupos que possuem diferenças significativas (167APÊNDICE H). As principais observações que se pode fazer, com um intervalo de confiança de 95%, são:

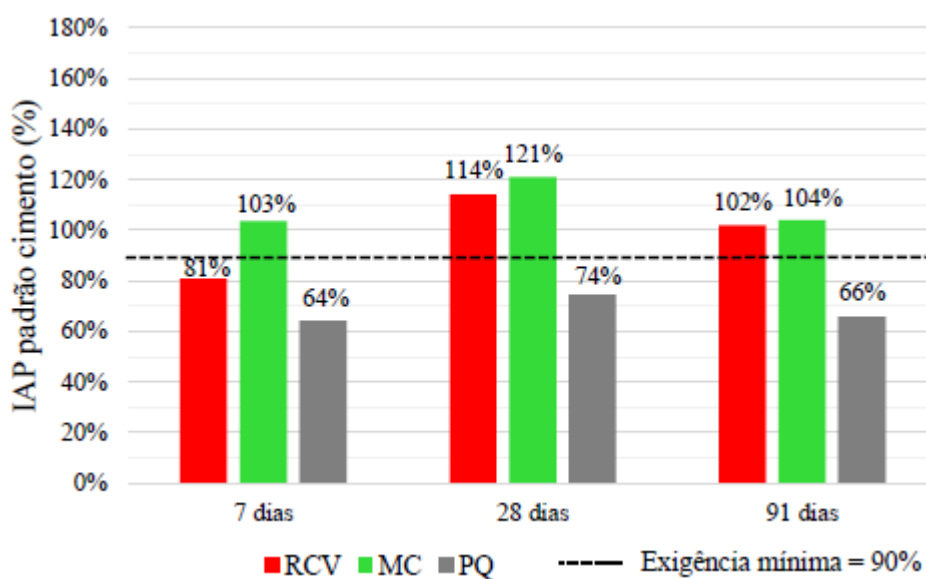
- não há diferença significativa entre nas médias de resistência à compressão aos 91 dias do CP, RCV e MC;
- a média da resistência à compressão do metacaulim é maior e significativamente diferente em relação ao CP aos 7 e 28 dias. Já o resíduo cerâmico apresentou média de resistências significativamente menor aos 7 dias de hidratação;

- c) quando comparadas as médias de resistência do MC e RCV, observa-se que o metacaulim supera a resistência do RCV em todas as idades, porém a diferença é significativa apenas aos 7 dias;
- d) a mistura PQ apresenta média de resistência à compressão com diferença significativa em relação ao CP V, RCV e MC para todas as idades estudadas.

Os resultados de resistência à compressão possibilitaram determinar o índice de atividade pozolânica adaptado para pastas, conforme NBR 5752 (ABNT, 2014). O IAP-P foi calculado de duas formas: I) em relação à pasta com 100% de cimento CP V e II) em relação à pasta padrão secundária (pasta produzida com pó de quartzo). Segundo a NBR 12653 (ABNT, 2014) o índice de desempenho mínimo em argamassa, em relação ao controle com 100% CP, é de 90%. Este valor foi adotado como parâmetro para análise das pastas.

A Figura 34 apresenta o gráfico com o índice de atividade pozolânica em relação a pasta padrão cimento CP V.

Figura 34 – IAP-P em relação a pasta padrão cimento CP V



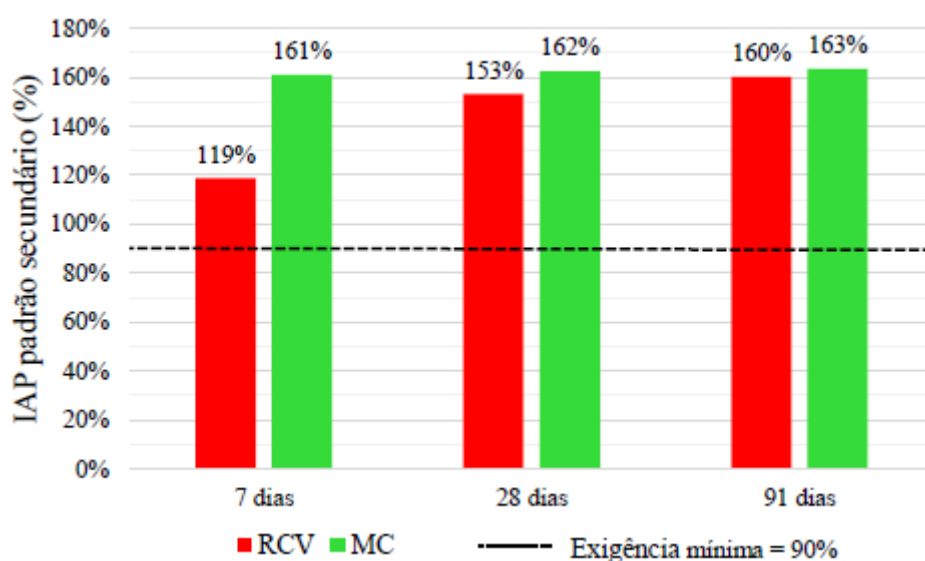
Fonte: elaborado pela autora.

O metacaulim superou o limite mínimo de 90% de IAP em todas as idades analisadas. O RCV apresentou IAP aos 28 e 91 dias satisfatórios, sendo eles 114% e 102%, respectivamente. O baixo desempenho do resíduo cerâmico em idades iniciais também foi observado por outros autores (BEKTAS, 2007; NACERI e HAMINA, 2009). Em ambos os estudos, o resíduo obteve baixo desempenho mecânico em idades curtas, porém em idades tardias há um aumento da resistência que superam a resistência mecânica da pasta/argamassa

referência. Como já observado nas análises de TG, isso pode ser um indício de que o RCV necessita de mais tempo para que as reações pozolânica contribuam com o aumento da resistência mecânica.

O IAP adaptado para pastas, tendo como pasta de referência a pasta PQ, é apresentado na Figura 35.

Figura 35 – IAP-P em relação a pasta PQ



Fonte: elaborado pela autora.

Para o IAP em relação a pasta padrão secundário, também adotou-se como critério de desempenho mínimo um índice de 90%. Neste caso, observa-se que as duas argilas calcinadas não só superaram o IAP mínimo de 90% em todas as idades, como também apresentaram IAP superior aos valores obtidos em relação à pasta padrão cimento. Esse comportamento é justificado pelo fato de que a pasta padrão secundário possui menor consumo de cimento do que na pasta padrão cimento CP e, assim, a resistência obtida deve-se à presença de produtos gerados na hidratação da fração de cimento presente e ao efeito fíler do PQ. No entanto, deve-se observar que nas pastas PQ a relação água-cimento é maior do que nas demais misturas. No caso das pastas produzidas com argilas calcinadas, que retornaram maiores resistências do que a pasta PC, a relação água-aglomerante é menor do que a pasta PQ, tendem a produzir menos poros, que são preenchidos por produtos de hidratação e de reação pozolânica, bem como pelo efeito fíler dos MCS e, dessa forma, é lógico que o IAP em relação à pasta PQ seja na ordem de 40% maior.

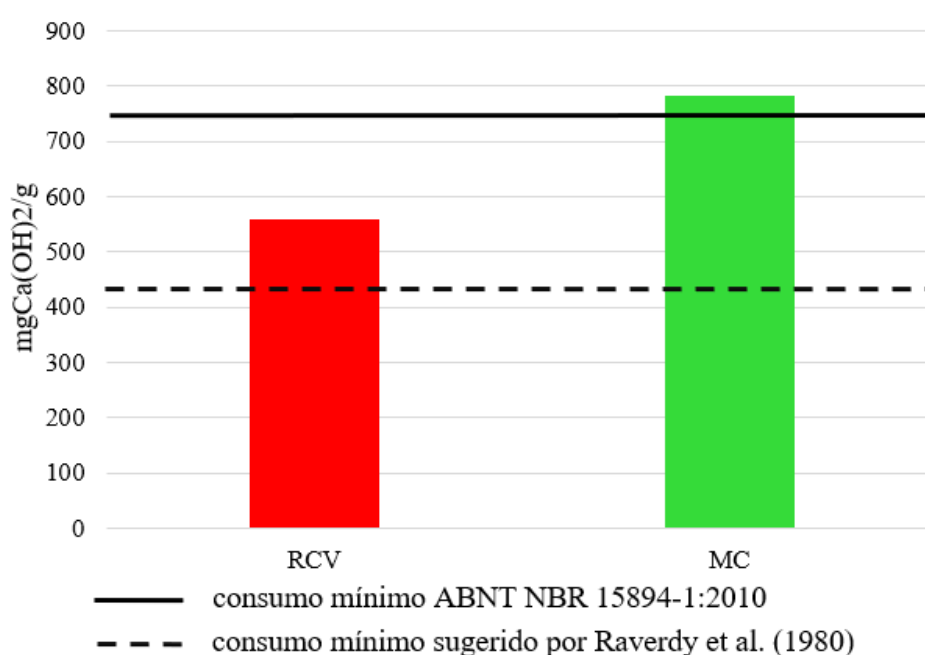


Resumidamente, considerando que a NBR 12653 (ABNT, 2014) estabelece que o IAP em argamassas seja considerado aos 28 dias, e tomando os resultados de IAP desta idade tanto para o metacaulim quanto para o RCV, pode-se afirmar que ambas pozolanas atendem ao requisito adaptado para pastas.

#### 6.2.4 Método Chapelle modificado

Os resultados do ensaio de Chapelle modificado estão apresentados na Figura 36.

Figura 36 - Teor de hidróxido de cálcio fixado pela atividade pozolânica



Fonte: elaborado pela autora.

Observa-se que o metacaulim apresentou o índice de atividade pozolânica Chapelle acima do mínimo preconizado pela NBR 158794-1 (ABNT, 2010), com teor de 785,05 $\text{mgCa(OH)}_2$  fixado por grama (g) de material. Conseqüentemente, o MC também supera o valor mínimo estabelecido por Raverdy et al. (1980) de 436 $\text{mgCa(OH)}_2/\text{g}$  material. O resíduo cerâmico fixou 559,26 $\text{mgCa(OH)}_2/\text{g}$  material, teor de hidróxido de cálcio acima do mínimo estabelecido pelos autores do método.

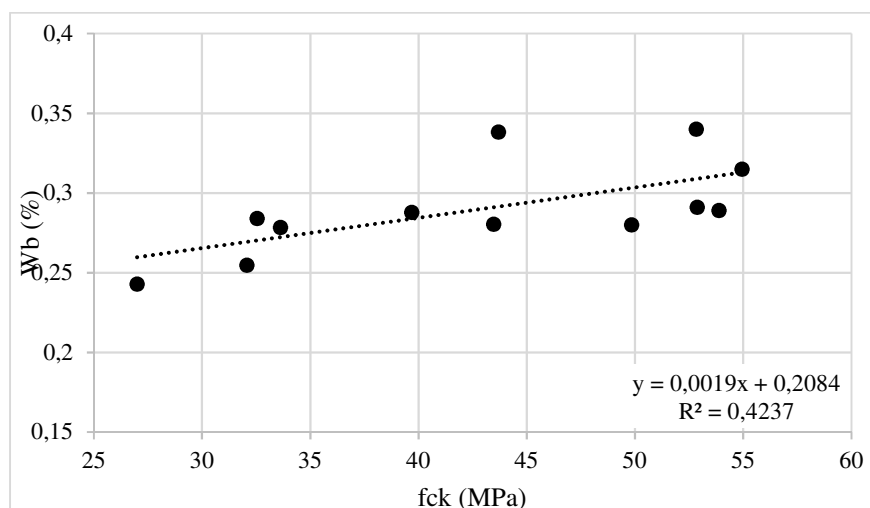
### 6.2.5 Considerações gerais quanto à pozolanicidade

De forma geral, os quatro métodos de ensaio de pozolanicidade utilizados neste programa experimental, indicaram uma mesma tendência de comportamento dos resultados. O metacaulim resultou no melhor desempenho em relação à atividade pozolânica, entre as argilas calcinadas estudadas. O metacaulim teve a maior reatividade em todas as idades analisadas e em todos os métodos de ensaio testados. No ensaio de Fratini, os resultados do MC aparecem bem abaixo da curva de saturação, mostrando elevada remoção de CaO e OH corroborando com os resultados de análise térmica, onde ocorre a remoção quase que total de  $\text{Ca(OH)}_2$  aos 91 dias, ao elevado IAP aos 7 dias e também com o teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  fixado no ensaio de Chapelle.

Em relação ao resíduo cerâmico, houve divergência de resultados entre os métodos analisados em uma das idades. No ensaio de Fratini, a amostra de RCV ficou abaixo da curva de saturação aos 7 dias, sendo assim classificando como material pozolânico. Porém, o IAP do resíduo cerâmico aos 7 dias foi inferior a 90%. Já para as demais idades, o RCV foi classificado como material pozolânico em todos os métodos estudados.

A Figura 37 apresenta a correlação entre a fração de água combinada (*fac*) para cada tipo de combinação de cimento e a resistência mecânica. A fração da água combinada é um indicador de eficiência da pasta de cimento quanto a reatividade e demanda de água. O *fac* é quociente entre a água quimicamente combinada em determinada idade e água adicionada (ABRÃO et al., 2019). Observa-se que há uma tendência de comportamento, quanto maior o teor de água combinada maior e a resistência à compressão.

Figura 37 – Correlação entre resistência à compressão e *fac*



Fonte: elaborado pela autora.

### 6.3 CIMENTOS TERNÁRIOS TIPO LC<sup>3</sup>

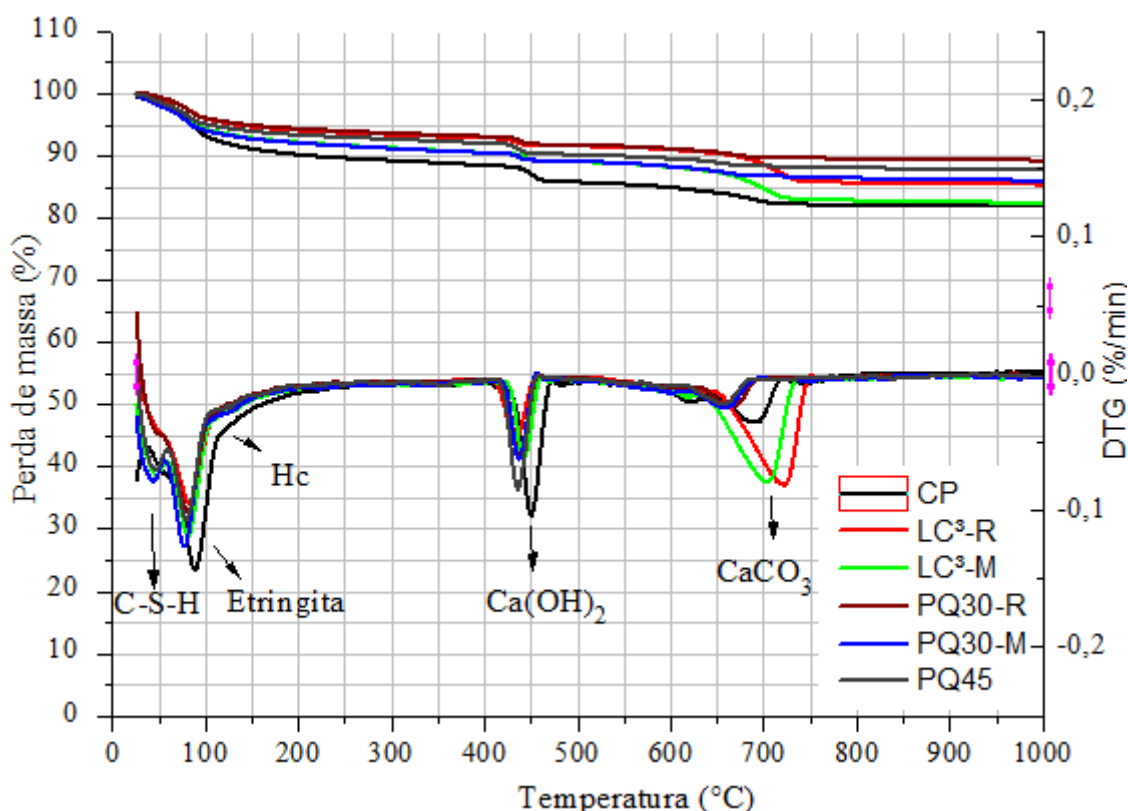
Neste item serão apresentados e discutidos os resultados das análises realizadas em pasta de cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup>.

#### 6.3.1 Análise Térmica

Neste subcapítulo serão apresentados e discutidos os resultados encontrados a partir do ensaio de análise térmica. Primeiramente, serão apresentados os gráficos com as curvas TG/DTG das pastas e será realizada uma discussão de maneira global. E, então, serão discutidos por assunto: consumo de Ca(OH)<sub>2</sub>, CaCO<sub>3</sub> e grau de hidratação.

As curvas de TG/DTG dos cimentos estudados a 1 dia de hidratação estão apresentados na Figura 38.

Figura 38 - Curvas TG/DTG das pastas de cimento LC<sup>3</sup> a 1 dia



Fonte: elaborado pela autora.

De uma forma geral é possível perceber que o pico referente ao C-S-H + etringita é maior para a pasta PC para todas as idades, o que já era esperado, pois é a mistura com maior

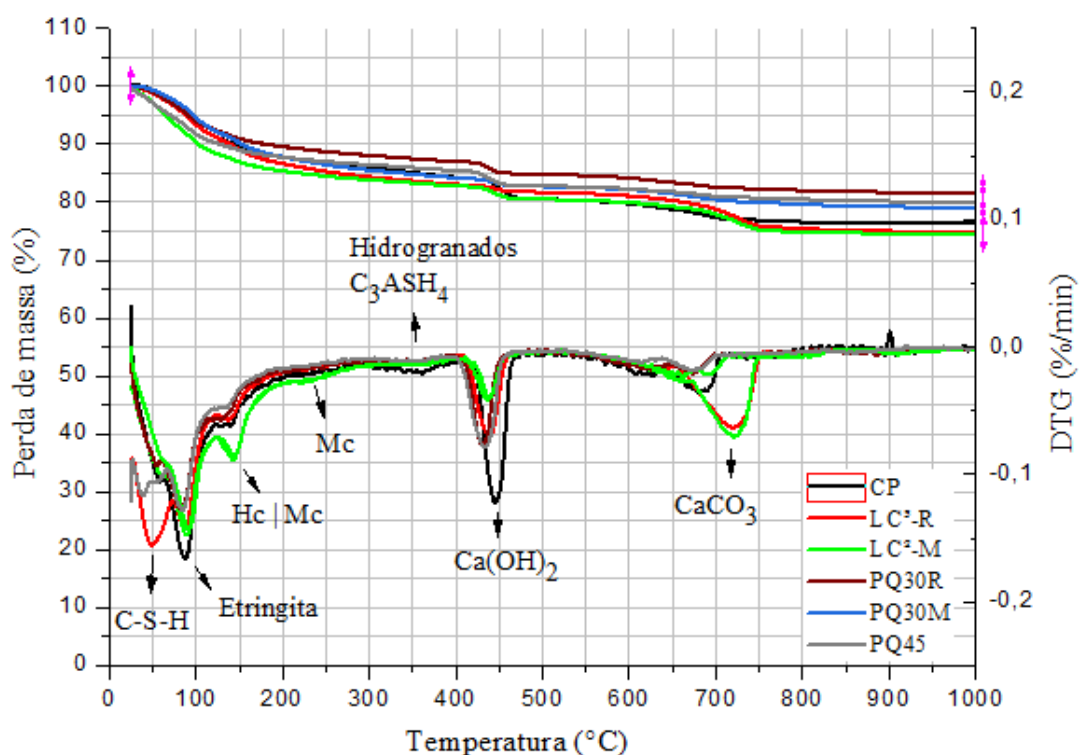
teor de clínquer na composição. No primeiro dia de hidratação, os picos endotérmicos de C-S-H + etringita das pastas LC<sup>3</sup>M e PQ30M estão sobrepostos. Da mesma forma os picos do C-S-H das pastas LC<sup>3</sup>-R e PQ30R estão sobrepostos, porém são menos intensos que as misturas com metacaulim.

Não foram detectados picos nas curvas TG/DTG referentes a desidratação da fase hidrogranada que deveriam ocorrer por volta de 340°C a 360°C. Em relação ao pico de perda de massa do Ca(OH)<sub>2</sub>, todas as pastas de cimentos ternários (LC<sup>3</sup>-M, LC<sup>3</sup>-R, PQ30M e PQ30R) possuem picos de intensidade muito próximos. Isso pode ser explicado pelo fato de nas primeiras horas de hidratação o efeito pozolânico não ser expressivo.

Os cimentos ternários LC<sup>3</sup>-R e LC<sup>3</sup>-M apresentam maior pico de descarbonatação de calcita, entre 650° e 750°C, pois são as misturas onde foram adicionados o calcário extra. Todas as outras misturas apresentam picos de intensidade similares. Percebe-se que a adição de calcário modificou o posicionamento do pico de descarbonatação que passa a ocorrer em uma temperatura maior, esse comportamento foi observado para todas as idades estudadas.

As Figura 39 e Figura 40 apresentam o gráfico com as curvas TG/DTG das pastas referência, de cimentos ternários e padrão secundário aos 7 e 28 dias de hidratação, respectivamente.

Figura 39 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento LC<sup>3</sup> aos 7 dias

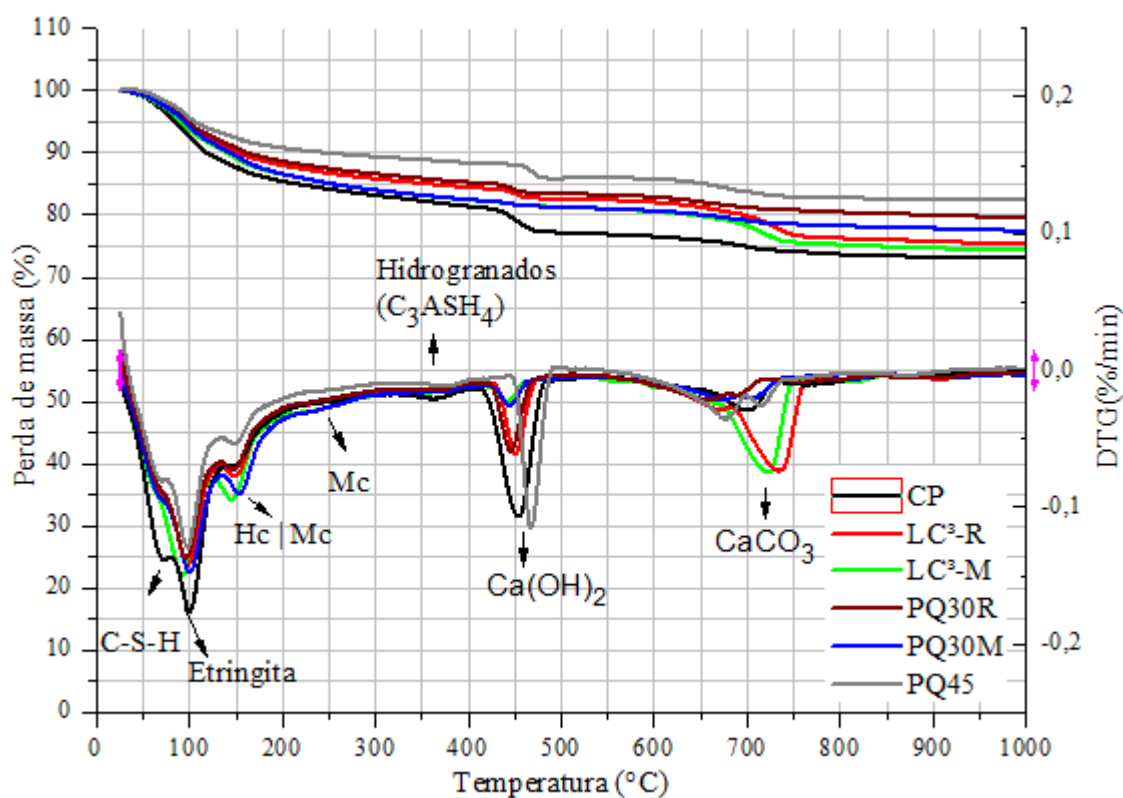


Fonte: elaborado pela autora.

A curva TG/DTG das misturas aos 7 dias, já apresentam picos de C-S-H maiores para todas as misturas se comparado as curvas de 1 dia, devido a progressão da hidratação do cimento. Nessa idade o pico aos 170°C é evidenciado, e é relacionado a decomposição das fases Hc e Mc. Observa-se um pequeno pico que ocorre em aproximadamente 240°C nas pastas que é relacionado com a desidroxilação do H<sub>2</sub>O da camada octaédrica do monocarbonato.

O pico que ocorre em 360°C é relacionado com a presença de hidrogranada. De acordo com Lothenbach, Durdzinski e De Weerd (2016) para esta posição é provável que o hidrogranada seja o C<sub>3</sub>ASH<sub>4</sub>. Os picos decorrentes da perda de massa da portlandita se apresentam mais intensos e os de descarbonatação permanecem similares aos de 1 dia.

Figura 40 – Curvas TG/DTG das pastas de cimento LC<sup>3</sup> aos 28 dias



Fonte: elaborado pela autora.

É possível perceber que há pico duplo para a descarbonatação da calcita em todas as pastas e se acentua com o incremento do tempo. De acordo com a literatura, isso pode ocorrer porque há diferentes fontes de carbonatos nas pastas de cimentos estudadas: I) a calcita já presente no cimento, II) a calcita adicionada ao cimento, III) a descarbonatação dos carbonatos das fases Hc e Mc e IV) uma possível carbonatação dos materiais cimentícios:

- a) a carbonatação de materiais cimentícios levam a formação de  $\text{CaCO}_3$  estáveis, metaestáveis e amorfos, que se decompõem em temperatura distintas. Por exemplo, a carbonatação de portlandita resulta em calcita bem cristalizada e decompõe em temperaturas mais altas do que calcitas amorfas e metaestáveis resultado da carbonatação de C-S-H (THIERY et al., 2007);
- b) Conforme Lothenbach, Durdzinski e De Weerd (2016) a descarbonatação dos carbonatos presentes nas fases Hc e Mc ocorre aproximadamente em  $650^\circ\text{C}$ , na mesma faixa de intervalo de temperatura da descarbonatação da calcita;
- c) Além disso, a temperatura exata de decomposição da calcita também depende da quantidade relativa de calcita e da finura das partículas. Dois picos consecutivos podem se sobrepor quando há partículas mais grossas, já que elas demandam mais tempo para difusão do calor e liberação de  $\text{CO}_2$  (COLE e KROONE, 1977).

A hipótese mais provável é que o primeiro pico seja oriundo dos carbonatos presentes nas fases AFm (Hc e Mc) e o pico consecutivo seja da calcita presente no cimento (adição mineral).

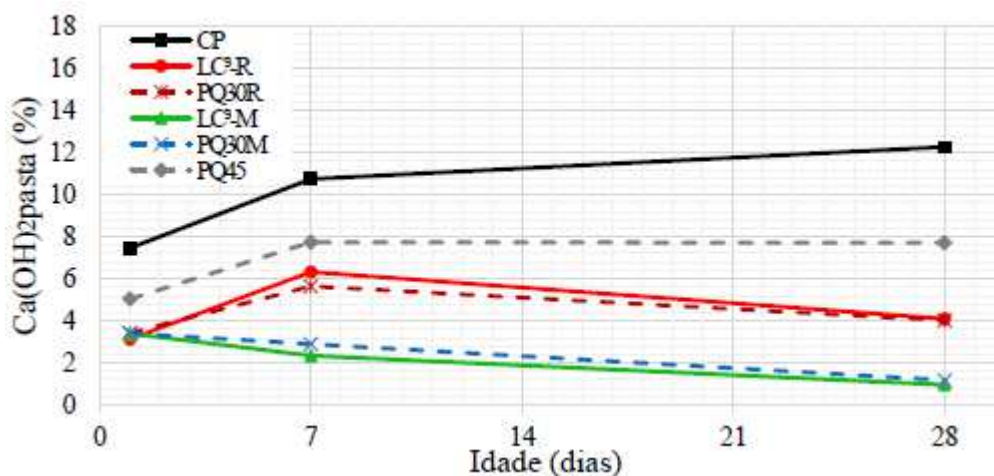
#### 6.3.1.1 Consumo de $\text{Ca(OH)}_2$

A Tabela 20 e a Figura 41 apresentam o teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  presente nas pastas de cimento nas idades de 1, 7 e 28 dias.

Tabela 20 – Teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  medido nas pastas de cimento

Composto	Idade (dias)	Misturas					
		CP	LC <sup>3</sup> -R	PQ30R	LC <sup>3</sup> -M	PQ30M	PQ45
$\text{Ca(OH)}_2$ (%)	1	7,46	3,13	3,42	3,39	3,40	5,03
	7	10,74	6,32	5,64	2,34	2,89	7,74
	28	12,26	4,10	4,01	0,96	1,17	7,71

Fonte: elaborado pela autora.

Figura 41 – Teor de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  nas pastas de cimento  $\text{LC}^3$  ao longo do tempo

Fonte: elaborado pela autora.

As pastas referência (CP) e de padrão secundário (PQ45) foram as que apresentaram maior teor de hidróxido de cálcio, respectivamente, enquanto que os cimentos  $\text{LC}^3$  são as misturas que retornaram menor valor de hidróxido de cálcio. O  $\text{LC}^3$ -M apresentou teores de portlandita na ordem de 3,39%, 2,34% e 0,96% aos 1, 7 e 28 dias, respectivamente. Estes valores são menores do que os teores de CH do PQ 45, para quantidade de clínquer na composição retornou 5,03%, 7,74% e 7,71%, a 1, 7 e 28 dias respectivamente.

O teor de portlandita das pastas produzidas com metacaulim decrescem ao longo do tempo, mostrando que as reações pozolânicas superam a formação de CH devido a hidratação do cimento. Aos 91 dias houve quase o consumo total de hidróxido de cálcio na mistura  $\text{LC}^3$ -M, mostrando que a proporção entre metacaulim e clínquer é adequada, já que o metacaulim consome quase que 100% do CH gerado por aquele teor de clínquer.

Já o  $\text{LC}^3$ -R teve um desempenho inferior ao cimento  $\text{LC}^3$ -M em relação a consumo de CH. Mesmo assim, houve uma redução do teor de hidróxido de cálcio medido em relação ao CP V e ao PQ 45. O  $\text{LC}^3$ -R obteve valores de 3,39%, 5,64% e 4,01% a 1, 7 e 28 dias. Percebe-se que houve aumento da portlandita medida de 1 para 7 dias, seguido por uma redução aos 28 dias. Evidenciando que a produção de CH superou a capacidade de consumo pelo RCV aos 7 dias.

Quando se compara o consumo de CH entre as pastas PQ30M e  $\text{LC}^3$ -M, observa-se que os teores dos dois é muito parecido, essa diferença não é tecnicamente significativa. Esse mesmo comportamento é observado entre as pastas PQ30R e  $\text{LC}^3$ -R. Portanto, não há efeito do material carbonático/fíler nas reações pozolânicas.

Esses resultados corroboram com os resultados encontrado no estudo da pozolanicidade (item 6.2), onde também se observou maior reatividade do metacaulim em relação ao RCV, destacando o consumo quase que total do CH pelo metacaulim em longas idades.

### 6.3.1.2 Consumo de $\text{CaCO}_3$

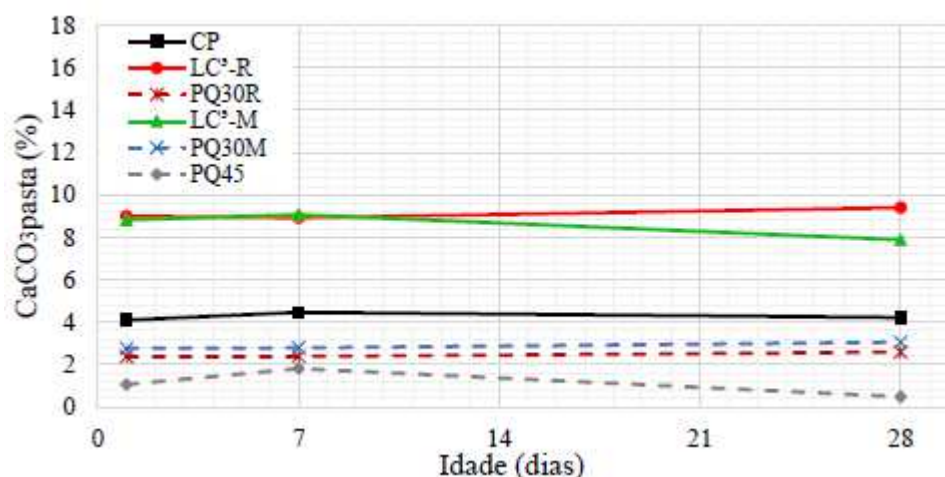
A Tabela 21 e a Figura 42 apresentam os resultados da quantificação de carbonato de cálcio para as pastas de cimento  $\text{LC}^3$  e referência nas idades de 7, 28 e 91 dias.

Tabela 21 - Teor de  $\text{CaCO}_3$  medido nas pastas de cimento  $\text{LC}^3$

Composto	Idade (dias)	Misturas					
		CP	$\text{LC}^3\text{-R}$	PQ30R	$\text{LC}^3\text{-M}$	PQ30M	PQ45
$\text{CaCO}_3$ (%)	1	4,09	8,99	2,37	8,82	2,77	1,06
	7	4,46	8,91	2,38	9,07	2,79	1,81
	28	4,22	9,40	2,59	7,88	3,05	0,48

Fonte: elaborado pela autora.

Figura 42 – Teor de  $\text{CaCO}_3$  nas pastas de cimento  $\text{LC}^3$  ao longo do tempo



Fonte: elaborado pela autora

Percebe-se que a pasta referência, possui aproximadamente 4,5% de carbonato de cálcio em sua composição. A redução da quantidade desse composto em relação ao cimento anidro (5,55%), pode ser relacionado com a capacidade do calcário em dissolver íons Ca em pH alcalino (BERODIER e SCRIVENER, 2014). Além disso, foi utilizado o método tangencial para quantificar o teor de calcita no cimento anidro.

Observa-se que para uma mesma quantidade de calcita presente na pasta, a mistura  $\text{LC}^3\text{-M}$  possui capacidade maior de reagir com o calcário do que o  $\text{LC}^3\text{-R}$ . Esse comportamento se

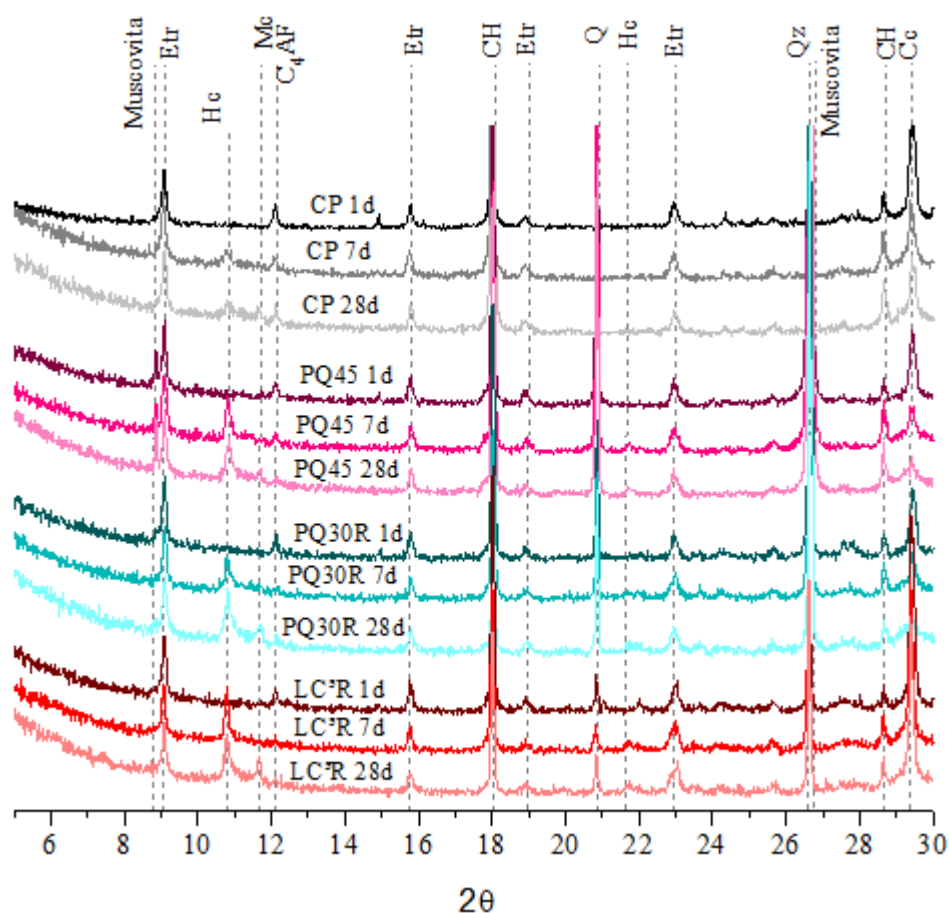


intensifica com o incremento da idade. Aos 1 e 7 dias, o LC<sup>3</sup>-R apresenta 8,99% e 8,91%, respectivamente, e o LC<sup>3</sup>-M resultou em 8,82% e 9,07%, respectivamente, que não representa diferença significativa sob uma análise técnica. Porém, aos 28 dias a quantidade de calcita presente no LC<sup>3</sup>-R é maior do que na LC<sup>3</sup>-M com teores de 9,40% e 7,88%, respectivamente. As hipóteses podem ser que o metacaulim possui maior quantidade de Al disponíveis em sua composição, já que o MC possui grau de amorfismo e teor de alumina em composição maior do que o RCV.

### 6.3.2 Difração de raios X

A evolução da formação dos produtos de hidratação das pastas de cimento ternários foi monitorada ao longo do tempo por DRX. A Figura 43 apresenta os difratogramas das pastas de cimento ternários contendo RCV, padrão secundário e das pastas referência, aos 1, 7 e 28 dias.

Figura 43 - Difratogramas de raios X dos cimentos referência e cimentos ternários com RCV ao longo do tempo



Fonte: elaborado pela autora.

De acordo com os resultados de DRX, uma vez que a comparação entre os difratogramas na posição em torno de  $18,06^\circ 2\theta$  mostra que a intensidade do pico diminui ao longo da idade, é possível inferir, assim como na análise realizada por Tironi et al. (2015), que a quantidade de portlandita presente no cimento LC<sup>3</sup>R diminui ao longo do tempo. Da mesma forma, é possível deduzir que o teor de portlandita remanescente nas pastas LC<sup>3</sup>R e PQ30R são similares entre si, e que são menores tanto em relação ao CP V quanto em relação ao PQ 45. Conforme esperado, a pasta de CP foi a que apresentou maior teor de CH dentre as amostras, em todas as idades, porque tem o maior teor de clínquer. O difratograma do padrão secundário PQ45, que possui o mesmo teor de clínquer que os cimentos ternários, apresentou picos menores de CH do que o observado no difratograma da pasta referência, bem como em relação aos difratogramas das pastas compostas com RCV, posto que, conforme Berodier e Scrivener (2014), pode ser assumido que o pó de quartzo não interfere nas reações químicas.

Entre os ângulos  $9$  e  $12^\circ 2\theta$  são identificadas as ocorrências de diversas fases AFt e AFm. A formação de etringita ocorre para todas as pastas de cimento, como observado nos difratogramas da Figura 43, permanecendo constante ao longo do tempo, conforme a intensidade dos picos nas posições  $9,2^\circ$ ,  $15,8^\circ$ ,  $18,8^\circ$ , e  $23^\circ 2\theta$ . Os picos relativos ao Hc foram identificados a partir de 7 dias de hidratação, em todas as pastas. No caso dos cimentos com RCV, foi observado aos 28 dias uma diminuição de intensidades do pico  $10,8^\circ 2\theta$  relativo ao Hc em relação aos 7 dias, bem como a presença de picos de Mc, o que pode significar a transformação do primeiro no segundo.

A transformação de Hc em Mc nas pastas que contém RCV acontece porque há um teor maior de alumina disponível em longas idades, o que pode indicar que o RCV fornece efetivamente Al ao sistema. Conforme explicado por Ipavec et al. (2011), é comum que ocorra primeiramente a formação de Hc na matriz cimentícia, que é lentamente convertido em Mc. Este comportamento se deve à alta relação Al/CO<sub>3</sub> em idade iniciais. Com a evolução do tempo e, em função das condições termodinâmicas devidas às reações de hidratação, um teor maior de CO<sub>3</sub> é liberado, provocando a transformação de Hc em Mc.

Outro comportamento observado foi que, para todas as pastas analisadas, não há formação de Hc no primeiro dia de hidratação, o que pode ser relacionado com a presença de gipsita no sistema nesta idade. O esgotamento total da gipsita é uma condição básica para que as fases Hc e Mc se formem (MATSCHEI, LOTHENBACH e GLASSER, 2007b).

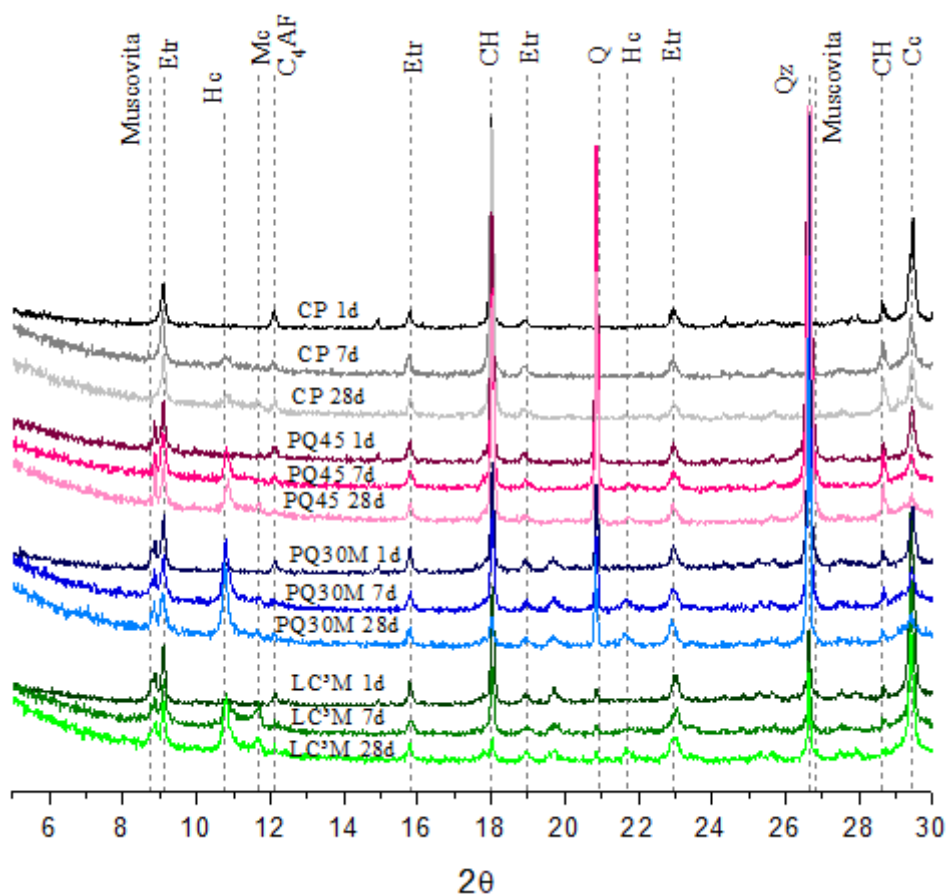
Nos difratogramas das pastas de referência, também ocorre a formação de hemicarbonato aos 7 dias, que permanece constante ao longo do tempo, não havendo a transformação de Hc em Mc. Em nenhuma das pastas de CP analisadas foi observada a

formação de monossulfato. Essa ausência de monossulfoaluminato pode ser associada à presença de calcita, que, mesmo em pequeno teor, modifica a formação dos produtos hidratados, fazendo com que os aluminatos sejam estabilizados como hemicarbonato ao invés de monossulfato (IPAVEC et al., 2011). Esse é o caso das pastas de referência desse estudo, cujo cimento empregado foi um CP V ainda produzido em atendimento aos requisitos da norma NBR 5733 (ABNT, 1991).

Não foram detectados picos de fases C-A-H e C-A-S-H que comumente ocorrem em sistemas de cimento Portland com argilas calcinadas. Por exemplo, a *stratlingite* ( $C_2ASH_8$ ) tem a mesma estrutura de camadas básica que outras fases AFm de arranjo estrutural cristalino (RINALDI, SACERDOTI e PASSAGLIA, 1990; MATSCHEI, LOTHENBACH e GLASSER, 2007a), por isso é facilmente detectada pelo DRX quando está presente na matriz cimentícia. As posições dos seus picos característicos deveriam ocorrer próximos as posições  $2\theta$   $7,0^\circ$ ,  $14,15^\circ$  e  $21,25^\circ$   $2\theta$  (RINALDI; SACERDOTI e PASSAGLIA, 1990). Como já comentado no referencial teórico, Krishnan e Bishnoi (2018) explicam que a condição básica para a formação desse mineral é o esgotamento da portlandita. Identificou-se portlandita no difratograma de todas as pastas, o que pode explicar a ausência de *stratlingite*.

A Figura 44 apresenta os difratogramas dos cimentos referência e dos cimentos ternários compostos com MC aos 1, 7 e 28 dias.

Figura 44 – Difratoformas de raios X dos cimentos referência e cimentos ternários com MC ao longo do tempo



Fonte: elaborado pela autora.

Nas pastas de cimento que contém adição de metacaulim, LC<sup>3</sup>-M e PQ30M, observa-se uma relevante diminuição no teor de hidróxido de cálcio ao longo do tempo. Aos 28 dias, os difratogramas dessas pastas apresentaram picos de intensidade muito baixas de portlandita, evidenciando que houve quase que o esgotamento desse mineral na matriz cimentícia.

Da mesma forma que ocorreu com a mistura LC<sup>3</sup>-R, o difratograma da pasta de cimento LC<sup>3</sup>-M apresentou pico de Hc em 7 dias de hidratação. No entanto, nos difratogramas das pastas de LC<sup>3</sup>-M observa-se que a presença do Mc é observada aos 7 dias, enquanto que esse mineral é identificado apenas aos 28 dias na pasta LC<sup>3</sup>-R. É provável que a associação de metacaulim e calcário tenha acelerado os processos de hidratação do cimento, o que, por sua vez pode levar à liberação mais rápida dos carbonatos. Além disso, o MC também possui maior grau de amorfismo do que o resíduo cerâmico, logo maior teor de aluminatos reativo fica disponível no sistema do que o resíduo cerâmico.

Na posição  $8,8^\circ 2\theta$  ocorre pico de mesma intensidade para todas as idades analisadas e para as misturas contendo MC. Esse pico pode ser relacionado com a presença da muscovita que está presente no metacaulim. Observa-se esse pico também nas pastas PQ45, que pode estar relacionado com a muscovita presente no pó de quartzo.

Nas misturas contendo metacaulim também não foram observados picos de monossulfato, já que esse é substituído pelo Hc e Mc. Diferente dos resultados encontrados por Antoni et al. (2012), e tal qual a pasta LC<sup>3</sup>-R para a pasta LC<sup>3</sup>-M também não foi identificado a *stratlingite* (C<sub>2</sub>ASH<sub>8</sub>) nos difratogramas. Da mesma forma, foram observados picos de CH de baixa intensidade, o que pode ter inibido a formação tanto de C<sub>2</sub>ASH<sub>8</sub>, bem como da fase C<sub>4</sub>AH<sub>13</sub>. Os aluminatos oriundos do metacaulim combinaram parcialmente para formar as fases Hc e Mc, podendo ter formado também C-A-S-H e/ou C-A-H, que não são detectáveis pelo DRX por serem semicristalino.

### 6.3.3 Resistência à compressão

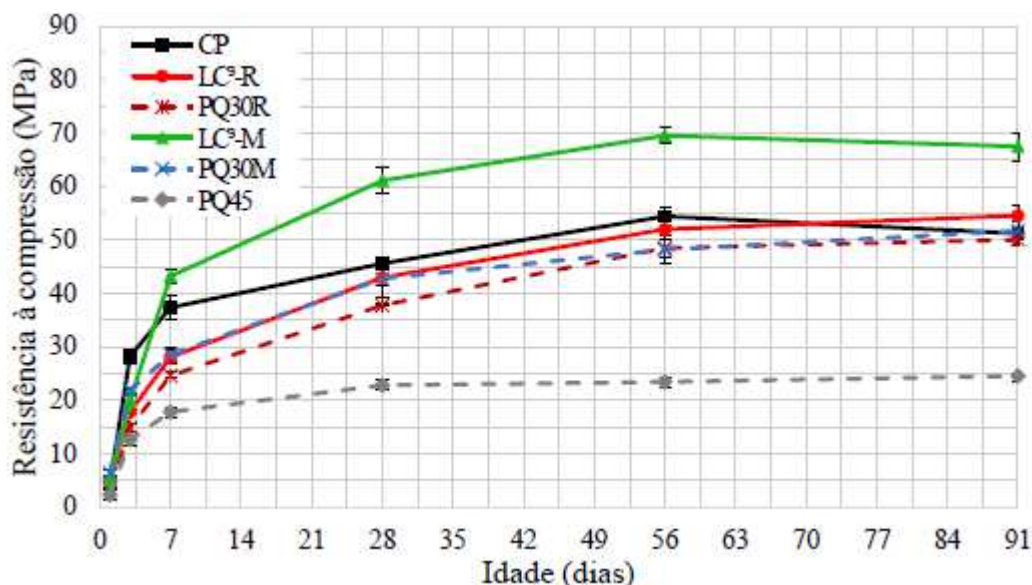
Os valores individuais de resistência, o tratamento dos dados pelo desvio relativo conforme NBR 7215 (ABNT, 2019) e o desvio padrão de cada conjunto de resultados são apresentados no APÊNDICE I. Para cálculo da média foram considerados os valores cujo desvio relativo fosse menor ou igual a 6%. As médias dos resultados de resistência à compressão das pastas são apresentados na Tabela 22 e Figura 45.

Tabela 22 – Resultados da resistência à compressão ao longo da idade

Mistura	Resistência à compressão (MPa)					
	1 dia	3 dias	7 dias	28 dias	56 dias	91 dias
CP	4,25	28,21	37,35	45,61	54,42	51,20
LC <sup>3</sup> -R	4,65	17,81	28,08	42,98	51,97	54,55
PQ30R	3,30	14,86	24,63	37,78	48,48	50,04
LC <sup>3</sup> -M	5,12	19,93	43,23	61,12	69,51	67,52
PQ30M	6,41	21,84	28,53	42,74	48,18	51,71
PQ45	2,31	12,62	17,81	22,83	23,42	24,56

Fonte: elaborado pela autora.

Figura 45 – Resultados de resistência à compressão dos cimentos ao longo da idade.



Fonte: elaborado pela autora.

Comprovando os resultados apresentados no referencial teórico, o cimento ternário produzido com o metacaulim (LC<sup>3</sup>-M) obteve o melhor desempenho relativo à resistência à compressão dentre todos os cimentos. Comparando-se a média das resistências das pastas LC<sup>3</sup>-M com a média de todas as demais pastas, excetuando a PQ45, obteve-se por volta de 47% de aumento na resistência. A pasta de cimento LC<sup>3</sup>-M supera a resistência mecânica da pasta de referência (CP) já aos 7 dias, evidenciando a elevada reatividade do MC e corroborando os resultados encontrados nos ensaios de atividade pozolânica (item 6.2). O bom desempenho do metacaulim é consequência do seu elevado grau de amorfismo, conforme a análise por difração de raios X, associado à sua elevada finura (item 6.1.2). Aos 91 dias o LC<sup>3</sup>-M possui 67,52 MPa enquanto que a pasta CP V apresenta 51,20 MPa, superando 25% do desempenho mecânico.

Quanto à mistura LC<sup>3</sup>-R, a partir dos 28 dias, obteve-se níveis de resistência análogos às resistências das pastas de cimento referência. Esses resultados seguem a mesma tendência de comportamento dos resultados obtidos nos ensaios de IAP-P (item 6.2.3). Os dados da Tabela 22 apresentam variações entre as resistências dessas pastas entre 2 e 3 MPa, ou seja, na ordem de 6%, o que, tecnicamente, pode ser considerado não significativo. Tanto a atividade pozolânica, quanto a finura do cimento ternário LC<sup>3</sup>-R parecem contribuir para o desenvolvimento de resistências à compressão similares às apresentadas pelo CP.

Outro aspecto a ser considerado é o desempenho do calcário nos cimentos ternários. Percebe-se que nas misturas de cimentos ternários com metacaulim, o calcário contribui com o ganho de resistência. Pois, na mistura em que o calcário foi substituído pelo pó de quartzo

(PQ30M), o desempenho foi em média 30% menor. Esse comportamento pode ser associado a formação de maior quantidade de carbonatos (Hc e Mc), que contribuem para o refinamento dos poros da matriz cimentícia. E o próprio efeito fíler e de nucleação do calcário, que tende a atrair e promover a formação de cristais de C-S-H em sua superfície, é mais efetivo do que o efeito do fíler de quartzo, conforme explicado por Berodier e Scrivener (2014).

Quanto às pastas obtidas com a associação de resíduo cerâmico e calcário (LC<sup>3</sup>-R), tomando-se as médias de 28 e 91 dias, obteve-se resistências à compressão apenas 14% e 9% maiores do que as pastas produzidas com RCV e pó de quartzo (PQ30R), com diferenças na ordem de 5 MPa. Isso pode ser um indício de que não houve formação de Hc e Mc, pela menor disponibilidade de alumina, bem como pela forma como ela está presente nos minerais.

O intuito da produção da pasta PQ45 era obter uma mistura que contivesse o mesmo consumo de CP e a mesma quantidade total de água de todas as misturas de forma a verificar o quanto somente o efeito fíler contribui para a resistência. Contudo, é preciso observar que as relações água-cimento são bem distintas. O desempenho mecânico da pasta PQ45 foi em média 47,5% da resistência da pasta CP, sendo o consumo de cimento 45% menor e, como consequência, um aumento de 82% na relação água-cimento.

A Tabela 23 apresenta o desempenho mecânico das pastas de cimento ternário e com adição das argilas calcinadas em relação ao cimento de referência em porcentual. Em geral, os cimentos tipo LC<sup>3</sup> atingiram e/ou superaram a resistência da pasta CP. As pastas de cimento ternários com pó de quartzo atingiram a resistência da pasta referência na idade mais longa estudada, aos 91 dias.

Tabela 23 – Resistência à compressão normalizado com a resistência da pasta referência (CP)

Mistura	Resistência à compressão (%)					
	1 dia	3 dias	7 dias	28 dias	56 dias	91 dias
<b>CP</b>	100	100	100	100	100	100
<b>LC<sup>3</sup>-R</b>	109	63	75	94	95	107
<b>PQ30R</b>	78	53	66	83	89	98
<b>LC<sup>3</sup>-M</b>	120	71	116	134	128	132
<b>PQ30M</b>	151	77	76	94	88	101
<b>PQ45</b>	54	45	48	50	43	45

Fonte: elaborado pela autora.

Foi realizada a análise estatística dos resultados de resistência à compressão dos cimentos ternários pelo mesmo método utilizado no IAP (item 6.2.3). O teste de normalidade mostrou que todos os grupos de amostragem, todos os tipos de cimentos e todas as idades,

possuem distribuição normal. A análise de variância retornou que pelo menos um dos grupos possui média com diferença significativa (APÊNDICE J).

As principais observações que podem ser realizadas a partir do teste Tukey, com um intervalo de confiança de 95%, é que:

- a) a partir dos 7 dias, a média da resistência mecânica do cimento LC<sup>3</sup>-M apresentou diferença significativa em relação ao desempenho de CP V e ao LC<sup>3</sup>-R. Portanto, é possível afirmar que o cimento com adição de metacaulim e calcário, ao diminuir o teor de clínquer e superarem a resistência do CP em torno de 30% a partir dos 28 dias, são mais eficazes do que o cimento referência;
- b) o cimento LC<sup>3</sup>-R apresentou média de resistência significativamente inferior ao CP V até os 28 dias, a partir dos 56 dias estes valores não são significativamente diferentes. Sendo assim, é possível afirmar que a partir dos 56 dias o cimento com adição de resíduo cerâmico e calcário possui desempenho mecânico igual ao cimento CP V. Logo, os cimentos ternários produzidos com RCV, são eficientes ao manterem a resistência e diminuir o teor de clínquer na mistura;
- c) a partir dos 7 dias, a média da resistência mecânica entre LC<sup>3</sup>-M e PQ30M é significativamente diferente. Já para o desempenho entre LC<sup>3</sup>-R e PQ30R, apenas aos 28 e 91 dias há diferença significativa entre suas médias de resistência. Sendo assim, o calcário contribui de forma mais significativa no ganho de resistência mecânica quando combinado com o metacaulim do que quando combinado com o RCV;
- d) observando-se o ganho de resistência do LC<sup>3</sup>-M ao longo do tempo, apenas o aumento da resistência entre 56 e 91 dias não são significativamente diferentes. Ou seja, a idade possui influência na resistência mecânica, exceto aos 91 dias. Já para o cimento LC<sup>3</sup>-R, a comparação da média de resistência mecânica resultou em diferença significativa em todas as idades estudadas, ou seja, o ganho de resistência mecânica é significativo para todas as idades estudadas;
- e) a partir dos 7 dias, a média de resistência mecânica do PQ 45 é significativamente inferior à do restante dos cimentos estudados. Essa diferença entre as médias de resistência mecânicas é atribuída pela diferença entre relação água/cimento, que pode ter impactado no ganho de resistência do PQ45.

De uma forma geral é possível afirmar que, sob as condições estudadas o LC<sup>3</sup>-M supera a resistência mecânica do cimento CP V. O cimento LC<sup>3</sup>-R igualou o desempenho mecânico do cimento referência. Sendo assim, baseado na análise isolada das propriedades mecânicas, é possível afirmar que cimentos produzidos com resíduo cerâmico combinado com material



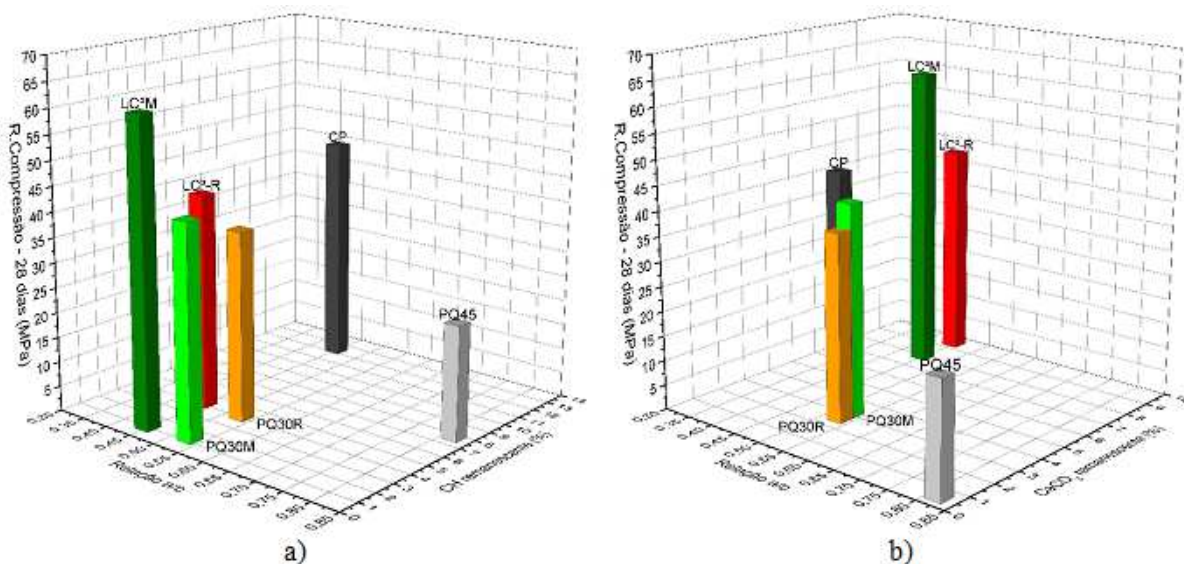
carbonático possuem potencial a ser utilizado comercialmente, quando as propriedades mecânicas são analisadas isoladamente. É importante ressaltar que o teor de caulinita na argila favorece a reatividade da argila calcinada com o calcário.

### 6.3.4 Relação entre os ensaios aplicados aos cimentos ternários.

De uma forma geral, os resultados extraídos da análise térmica TG/DTG e difração de raios X indicam a mesma tendência de comportamento.

Nos cimentos com argilas calcinadas, tanto a redução de perda de massa de CH ao longo do tempo obtidos por TG/DTG, quanto a diminuição da intensidade dos picos de portlandita ao longo do tempo no difratograma de raios X podem ser relacionados como progresso da reação pozolânica. Nas duas análises, observou-se um consumo maior de CH para as pastas contendo metacaulim do que com o RCV (Figura 46a), corroborando com os resultados de ensaio de atividade pozolânica realizadas no início deste programa experimental.

Figura 46 – Relação entre resistência à compressão, a/c e a) CH remanescente e b)  $\text{CaCO}_3$  remanescente



Fonte: elaborado pela autora.

A contribuição do calcário no desempenho mecânico é evidenciada pela diferença de resistência à compressão obtida entre as pastas com LC<sup>3</sup>-M e com PQ30M, onde a diferença da composição do cimento é apenas a substituição de calcário pelo pó de quartzo, respectivamente. A reatividade do calcário também é evidenciada na quantificação do teor remanescente de carbonato de cálcio pela análise térmica (Figura 46b), que foi menor no cimento LC<sup>3</sup>-M do que

no cimento LC<sup>3</sup>-R, mostrando que o calcário reage mais na presença do metacaulim do que no RCV. No caso específico do RCV a dissolução do Al também pode ser mais lenta devida à presença de teor elevado de Fe, o que merece maiores investigações.

Em relação a formação de fases AFm, a partir de ambas as técnicas, AT e DRX, observou-se que houve a formação da fase Hc e Mc em todas os cimentos estudados a partir dos 7 dias de hidratação. Porém, apenas nos difratogramas de DRX das pastas foi possível distinguir as fases hemi das fases monocarbonato. Observou-se que ocorreu a formação de Hc para todas os cimentos estudados aos 7 dias, porém a ocorrência de Mc foi notada apenas nas pastas de cimento que contém argila calcinada, o que foi relacionado com o teor de alumina extra disponível no sistema.

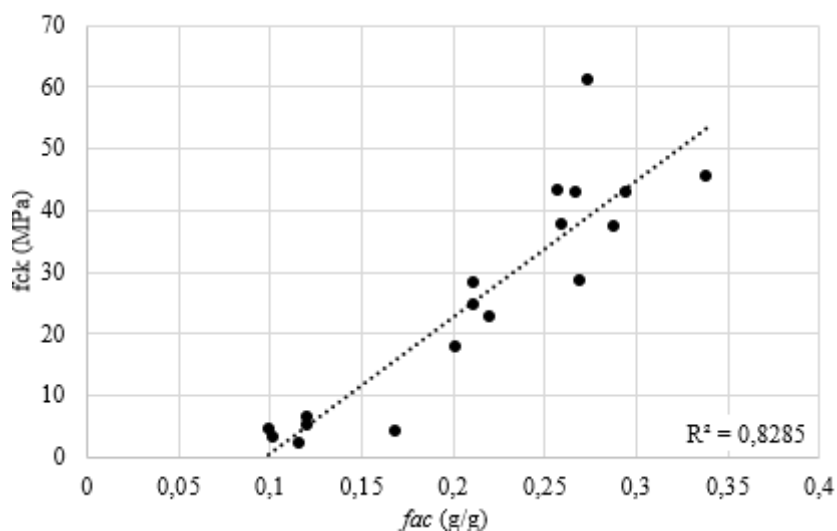
Os diferentes produtos formados durante a hidratação do cimento conferem propriedades mecânicas distintas na matriz cimentícia. Os produtos da reação pozolânica são essencialmente as fases C-S-H, principal composto responsável pelo ganho de resistência em cimentos de base de clínquer Portland, e por isso, contribuem com o ganho de resistência. A disponibilidade de alumina extra conferida pelas argilas calcinadas, especialmente pelo metacaulim, produzem hemi e monocarbonato, fases que contribuem com o preenchimento de poros porque possuem volume maior do que monossulfato, e por isso, também passam a contribuir com o ganho de resistência mecânica (DAMIDOT et al., 2011). Além disso, o calcário ainda promove maior formação de produtos de hidratação em sua superfície do que pó de quartzo (JUILLAND et al., 2010). Sendo assim, é possível afirmar que o elevado desempenho mecânico do cimento ternário LC<sup>3</sup>-M é associado a um conjunto de fatores: I) reação pozolânica, II) formação das fases de Hc e Mc e III) o efeito fíler mais acentuado promovido pelo calcário.

A contribuição do calcário no desempenho mecânico é evidenciada pela diferença de resistência à compressão obtida entre os cimentos ternários o LC<sup>3</sup>-M e PQ30M, onde a diferença da composição do cimento é apenas a substituição de calcário pelo pó de quartzo, respectivamente. A reatividade do calcário também é evidenciada na quantificação do teor remanescente de carbonato de cálcio pela análise térmica, que foi menor no cimento LC<sup>3</sup>-M do que no cimento LC<sup>3</sup>-R, mostrando que o calcário reage mais na presença do metacaulim do que no RCV.

A Figura 47 apresenta o gráfico da correlação entre a resistência à compressão e a fração de água combinada (*fac*). Observa-se que há uma tendência de comportamento em relação a água combinada e a resistência mecânica. As pastas CP apresentam os maiores teores de água combinada e resistência mecânica, por que ela possui o maior teor de clínquer na composição

do cimento. A pasta produzida com LC<sup>3</sup>-M também apresentou elevada quantidade de água combinada a partir dos 7 dias, mesmo que esse cimento tem menos clínquer na composição. A elevada quantidade de água combinada é resultado da atividade pozolânica já nas primeiras idades. O LC<sup>3</sup>-R apresentou menos teor de água combinada a 1 e 7 dias de hidratação, porém se igualou aos 28 dias, mostrando que a atividade pozolânica demora um pouco mais para ocorrer se comparado ao LC<sup>3</sup>-M.

Figura 47 – Correlação entre a resistência à compressão e a fração de água combinada



Fonte: elaborado pela autora.

## 7 CONCLUSÃO

Neste capítulo serão apresentadas as considerações finais e as sugestões para trabalhos futuros.

### 7.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Quanto a caracterização química, o metacaulim e o resíduo cerâmico atenderam ao requisito químico estabelecido na NBR 12653 (ABNT, 2014), em relação ao somatório de óxidos pozolânicos e ao valor máximo de  $SO_3$ . Porém, no quesito equivalente alcalino apenas o RCV, CC e PQ apresentaram valores abaixo do estabelecido na norma, enquanto que o metacaulim apresentou valores maiores do que o permitido. A perda ao fogo do resíduo cerâmico e do metacaulim resultaram em valores abaixo do mínimo estabelecido na norma supracitada. O calcário utilizado na pesquisa atende ao requisito químico de no mínimo de 75% de calcita, conforme a NBR 16697 (ABNT, 2018).

Todos os MCS apresentaram finura menor do que a do cimento, sendo adequado para uso como fíler. Quanto a caracterização mineralógica o RCV e MC apresentaram menor incidência de picos, picos de menor intensidade e o deslocamento da linha de base típico de materiais que possuem fases amorfas em sua constituição.

Quanto ao potencial pozolânico das argilas calcinadas, as duas argilas calcinadas em estudo mostraram ser materiais pozolânicos. As principais observações sobre os ensaios e os resultados obtidos foram:

- a) no ensaio de Fratini, as argilas calcinadas apresentaram atividade pozolânica em todas as idades estudadas. Sendo que o metacaulim removeu teor maior de CaO e OH do que o RCV, mostrando ser mais reativo. Observou-se que o metacaulim removeu aproximadamente 95% do CaO aos 91 dias, enquanto que o RCV removeu 63,93%;
- b) no ensaio de análise termogravimétrica, as duas pozolanas apresentaram consumo de hidróxido de cálcio já aos 7 dias, em relação ao CP e a pasta PQ. Aos 91 dias o RCV foi capaz de remover 60% do  $Ca(OH)_2$  da pasta CP e 50% da pasta PQ. O metacaulim removeu, 78% e 92%, respectivamente;
- c) No ensaio de IAP-P se observou que as duas argilas calcinadas apresentaram atividade pozolânica. O metacaulim resultou em IAP maior que estabelecido na NBR 12653 (ABNT, 2014) já aos 7 dias, resultando em 103%. O RCV apresentou atividade pozolânica de 81% aos 7 dias, não atendendo a exigência mínima da norma

supracitada. Porém, a partir dos 28 dias observou-se que o resíduo resultou em IAP-P maior que o estabelecido.

Em relação aos resultados obtidos dos produtos de hidratação das pastas de cimento ternários através da AT, observou-se que o consumo de hidróxido de cálcio foi maior o cimento tipo LC<sup>3</sup> produzido com metacaulim do que com o RCV, estando de acordo com os ensaios de pozolanidade. Aos 28 dias, observou-se que a pasta produzida com LC<sup>3</sup>-M removeu 92% do CH da pasta LC<sup>3</sup>-M em relação a pasta PC e 87,5% em relação a pasta PQ45, apresentando apenas teor CH remanescente de 0,96%. Já a mistura contendo RCV (LC<sup>3</sup>-R), apresentou teor de CH remanescente de 4,01%, ou seja, houve remoção de 67% e 46% em relação as pastas CP e PQ45, respectivamente.

Em relação a reatividade do calcário nas pastas de cimento tipo LC<sup>3</sup>, observou-se através da quantificação do teor de CaCO<sub>3</sub> remanescente pela AT, que a reatividade é maior entre calcita e metacaulim do que com o resíduo cerâmico. Aos 28 dias, foi quantificado o teor de 7,88% de CaCO<sub>3</sub> remanescente para a pasta de cimento LC<sup>3</sup>-M, enquanto que na pasta LC<sup>3</sup>-R o teor de calcita detectado foi de 9,40%.

A difração de raios X evidenciou que a presença do calcário nas pastas de cimento influencia nos produtos da hidratação. Uma pequena fração desse material no cimento Portland é suficiente para formar fases AFm como carbonatos. Quando o calcário é combinado com uma fonte de alumina, como as argilas calcinadas, essas reações se intensificam, ocorrendo a formação de Hc e a posterior transformação em Mc. Além, disso a técnica mostrou que os aluminatos oriundos das argilas calcinadas não formaram *stratlingite*, confirmando a hipótese encontrada pela AT que é a precipitação em forma de hidrogranada.

Em relação ao desempenho mecânico, as misturas de cimento tipo LC<sup>3</sup> atenderam ao objetivo proposto de atingir a resistência do cimento referência. As principais conclusões que podem ser feitas a partir do ensaio realizado com embasamento teórico são:

- a) O cimento LC<sup>3</sup>-M levou ao melhor desempenho mecânico em relação a todos os cimentos estudados. Este cimento superou 30% da resistência no cimento CP;
- b) O cimento LC<sup>3</sup>-R resultou em desempenho mecânico semelhante ao referência e inferior ao cimento LC<sup>3</sup>-M. O desempenho em relação a pasta referência foi de 7% maior aos 91 dias e 20% menor em relação ao LC<sup>3</sup>-M;

De uma forma geral, conclui-se que a argila calcinada mais eficiente para se utilizar como pozolana em cimentos ternários tipo LC<sup>3</sup> é o metacaulim, conforme já esperado. Porém, o resíduo cerâmico utilizado neste estudo apresentou atividade pozolânica adequada, e quando utilizado em cimento ternários tipo LC<sup>3</sup>, leva a resistência mecânica similares aos cimentos

comerciais classe 40, possivelmente não só pela reatividade, mas também pelo reduzido tamanho das suas partículas, que ficou por volta de 4 vezes menor que o CP, que também deve ter atuado como fíler. Assim, tendo em vista as condições de desenvolvimento deste estudo, pode ser possível produzir cimento alternativo com resíduo de cerâmica vermelha.

## 7.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados obtidos e das discussões realizadas, observou-se que alguns aspectos ainda ficaram em aberto e podem ser sugeridos como trabalhos futuros, por exemplo:

- a) utilizar micropartículas de polímero como material inerte ao invés do pó de quartzo, já que esse material pode dissolver íons na solução da matriz cimentícia;
- b) ajustar o teor de gipsita nos cimentos LC<sup>3</sup> por a calorimetria isotérmica;
- c) fixar a relação água/cimento para igualar minimizar o efeito da porosidade.

## REFERÊNCIAS

- ABRÃO, P. C. R. A.; CECEL, R. T.; CARDOSO, F. A.; JOHN, V. M. **Comparing the ecoefficiency of cements containing calcined clay and limestone filler**. 3<sup>rd</sup> International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete. Índia, 2019. (no prelo).
- ABRAHÃO, I. O. **Rochas calcárias e sua ocorrência**. Estudo Nacional do Calcário Agrícola – Relatório final de estudo elaborado para a Financiadora de Estudos e Projetos - FINEP. Volume I. 189 p., 1983.
- ADU-AMANKWAH, S.; ZAJAC, M.; STABLER, C.; LOTHENBACH, B.; BLACK, L. **Influence of limestone on the hydration of ternary slag cements**. Cement and Concrete Research. V. 100, pg., 96-109, 2017.
- ALLMAN, R. **Refinement of the Hybrid Layer Structure  $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6 \cdot 1/2\text{SO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$** , Neues Jahrb. Mineral. Montash. V. 217, PG. 136–44, 1977.
- ALMENARES, R. S.; VIZCAÍNO, L. M.; DAMAS, S.; MATHIEU, A.; ALUJAS, A.; MARTIRENA, F. **Industrial calcination of kaolinitic clays to make reactive pozzolans**. Case Studies in Construction Materials. V. 6, pg. 225-232, 2017.
- ALUJAS, A.; FERNANDEZ, R.; QUINTANA, R.; SCRIVENER, K. L.; MARTIRENA, F. **Pozzolanic reactivity of low grade kaolinitic clays: Influence of calcination temperature and impact of calcination products on OPC hydration**. Applied Clay Science, V. 108, pg. 94-101, 2015.
- AMBROISE, J.; MAXMILIEN, S.; PERA, J. **Properties of metakaolin blended cements**. Advanced cement based materials. V. 1, I. 4, pg. 161-168, 1994.
- AMER, A.; EL-HOSEN, S. **Properties and performance of metakaolin pozzolanic cement pastes**. Journal of thermal analysis and calorimetry. V. 129, pg. 33-44, 2017.
- AMERICAN CONCRETE INSTITUTE. **ACI Concrete Terminology**. [s.l.: s.n.]. 11 jun. 2010.
- ANDRÉS, L. M. V.; ANTONI, M.G.; DIAZ, A. A.; HERNANDEZ, J. F. M.; SCRIVENER, K. L. **Effect of fineness in clinker-calcined clays-limestone cements**. Advances in Cement Research. V. 27, I.9, PG. 546-556, 2015.
- ANTONI, M.; ROSSEN, J.; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. **Cement substitution by a combination of metakaolin and limestone**. Cement and Concrete Research v. 42 p.1579 – 1589, 2012.
- ANTONI, M. **Investigation of cement substitution by blends of calcined clays and limestone**. 2013. Thesis (Doctor of Science). Laboratory of Building Materials – École Polytechnique Fédérale de Lausanne. Switzerland, 2013.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA (ABCERAM). **Cerâmicas no Brasil – Informações Técnicas**. São Paulo, 2016. Disponível em: <<http://abceram.org.br/processo-de-fabricacao/>>. Acesso em 18 ago. 2017. Norma eletrônica.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 5733:1991**. Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, 1991. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 5751:2015**. Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias. Rio de Janeiro, 2015. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 5752:2014**. Materiais pozolânicos – Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro, 2014. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 5753:2016**. Cimento Portland – Ensaio de pozolanicidade para cimento Portland pozolânico. Rio de Janeiro, 2016. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 7215: 2019**. Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2019. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 12653: 2014**. Materiais Pozolânicos – Requisitos. Rio de Janeiro, 2014. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 15894-2:2010**. Metacaulim para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 2: Determinação do índice de desempenho com cimento aos sete dias. Rio de Janeiro, 2010. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 15895:2010**. Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado – Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro, 2010. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **NBR 16697:2018**. Cimento Portland - Requisitos. Rio de Janeiro, 2018. Norma eletrônica.

ASSOCIAÇÃO NACIONAL DA INSÚSTRIA CERÂMICA (ANICER). **Dados do Setor**. Rio de Janeiro, [2015?]. Disponível em: < <http://anicer.com.br/setor/>>. Acesso em: 02 set 2017.

AVET, F; SNELLINGS, R.; DIAZ, A. A.; BEN HABA, M.; SCRIVENER, K. **Development of a new rapid, relevant and reliable (R<sup>3</sup>) test method to evaluate the pozzolanic reactivity of calcined kaolinitic clays**. Cement and Concrete Research. V. 85, pg. 1-11, 2016.

BALDUSCO, R.; NOBRE, T. R. S.; ANGULO, S. C.; QUARCIONI, V. A. **Reatividade e resistência mecânica de pastas reidratadas de cimento de alto forno**. Encontro Nacional sobre Aproveitamento de Resíduos na Construção (ENARC), 2017.

BARATA, M. S. **Concreto de alto desempenho no estado do Pará**: Estudo de viabilidade técnica e econômica de produção de concreto de alto desempenho com os materiais disponíveis em Belém através do emprego de adições de sílica ativa e metacaulim. Dissertação de Mestrado, UFRGS. Porto Alegre, 1998.

BARONIO, G.; BINDA, L. **Study of the pozzolanicity of some bricks and clays**. Construction and Building Materials. V.11, I. 1, pg., 41-46 1997.



BEKTAS, F. **Use of ground clay bricks as a supplementary cementitious material in concrete hydration characteristics, mechanical properties, and ASR durability.** Doctor dissertation, Iowa State University. Iowa, 2007.

BELLOTTO, M.; REBOURS, B.; CLAUSE O.; LYNCH, D.; BAZIN, D.; ELKAIM, E. **A reexamination of hydrotalcite crystal chemistry.** Journal of Physics and Chemistry. V. 100, pg. 8257-8534, 1996.

BENTZ, D.P.; SATO, T.; DE LA VARGA, I.; WEISS, W.J.; **Fine Limestone Additions to Regulate Setting in High Volume Fly Ash Mixtures.** Cement and Concrete Composites. V. 34 I.1, pg.11-17, 2012.

BERODIER, E. M. J. **Impact of the supplementary cementitious materials on the kinetics and microstructural development of cement hydration.** Tese de doutorado, EPFL. Switzerland, 2015.

BERODIER, E.; SCRIVENER, K. **Understanding the filler effect on the nucleation and growth of C-S-H.** Journal American Ceramic. V. 97, pg. 3764-3773, 2014.

BETTAGIN, A. F.; BETTAGIN, I. L. S. **O Cimento Portland no Brasil. Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais.** Editor Geraldo C. Isaia – São Paulo: IBRACON, 2010.2º Edição Atualizada e Ampliada. V1. p.761– 790.

BIZZOZZERO, J.; SCRIVENER, K. L. **Limestone reaction in calcium aluminate cement-calcium sulfate systems.** Cement and Concrete Research. V. 76, pg. 159-169, 2015.

BONAVETTI, V. L.; RAHHAL V. F.; IRASSAR, E. F. **Studies on the carboaluminate formation in limestone filler-blended cements.** Cement and Concrete Research. V. 31, p. 853-859, 2001.

CABRAL, A. E. B.; SCHALCH, V.; DA MOLIN, D. C. C.; RIBEIRO, J. L. D.; RAVINDRARAJAH, R. S. **Desempenho de concretos com agregados reciclados de cerâmica vermelha.** Cerâmica, v. 55, pg. 448-460, 2009.

CACHEPA, M. M. **Mitigação da reação álcali-agregado em concreto com o emprego de resíduo de cerâmica vermelha e metacaulim.** Dissertação de Mestrado. UNISINOS, 2017.

CALLISTER, W.; D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 8. ed. Rio de Janeiro. 817 p., 2012.

CEMENT SUSTAINABILITY INITIATIVE / EUROPEAN CEMENT RESEARCH ACADEMY – CSI/ECRA. **Development of State of the Art-Techniques in Cement Manufacturing: Trying to Look Ahead.** Dusseldorf, Germany, Revision 2017.

CEN – EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION – **EN 197-1.** Cement – Part 1: Composition, specification and conformity criteria for common cements. Junho, 2011.

CHAIX-PLICHERY, O.; PANNETIER, J.; BOUILLOT, J.; NIEPCE, J.C. **Journal of Solid State Chemistry.** 67, p. 225-234, 1987

CHAPEXX, T.; SCRIVENER, K. L. **The influence of aluminium on the dissolution of amorphous silica and its relation to alkali silica reaction.** Cement and Concrete Research. V. 42, I. 12, pg. 1645-1649, 2012.

CHATTERJEE, A. K. **X-Ray diffraction.** Em: Handbook of analytical techniques in concrete science and technology – Principles, techniques and applications. Ed: V.S Ramachandran e J. J. Beaudin, USA. Cap. 8. Pg.275 – 332, 2001.

CHOU, L.; GARRELS, R. M.; WOLLAST, R. **Comparative study of the kinetics and mechanisms of dissolution of carbonate mineral.** Chemical Geology. V. 78. P. 269-282. 1989.

CINCOTTO, M. A. **Reações de Hidratação e Pozolânicas.** Concreto: Ciência e Tecnologia. Editor Geraldo c. Isaia. Volume 1. Pg 387, 2011.

CINCOTTO, M. A. et al. **Cal na Construção Civil.** Materiais de construção Civil. Editado por Geraldo C. Isaia. 2ª edição ampliada e revisada. Cap. 22,V.2, pg.695-726, 2010.

COLE, W. F.; KROONE, B. Carbon dioxide in hydrated Portland cement. Journal American Concrete Institute. V. 31, pg. 1275–1295, 1960.

COOK, D. J. **Calcined clay, shale and other soils.** Cement Replacement Materials. Ed. Surrey University Press, London, p 40-72, 1986.

DAL MOLIN, D. C. C. **Adições Minerais.** In Concreto: Ciência e Tecnologia. Editor Geraldo C. Isaia. Volume 1, Cap. 8, pg 276, 2011.

DAL MOLIN, D. C. C. **Adições Minerais para Concreto Estrutural.** Em: Concreto - Ensino Pesquisa e Realizações. Editor Geraldo C. Isaia. Volume 1, p 347- 349, 2005.

DAMIDOT, D.; LOTHENBACH, B.; HERFORT, D.; GLASSER, F. P. **Thermodynamics and cement science.** Cement and Concrete Research v. 41 p.679-695, 2011.

DE LA TORRE, A.G.; BRUQUE, S.; CAMPO, J.; ARANDA, M.A.G. **The superstructure of C<sub>3</sub>S from synchrotron and neutron powder diffraction and its role in quantitative phase analysis.** Cement and Concrete Research. V.32, p1347-1356, 2002.

DE WEERDT, K.; BEN HAHA, M.; LE SAOUT, G.; KJELLEN, K. O.; JUSTNES, H.; LOTHENBACH, B. **Hydration mechanisms of ternary Portland cements containing limestone powder and fly ash.** Cement and Concrete Research, v.41 p.279 – 291, 2011a.

DESCHNER, F.; WINNEFELD, F.; LOTHENBACH, B.; SEUFERT, S.; SCHWESIG, P.; DITTRICH, S.; GOETZ-NEUNHOEFFER, F.; NEUBAUER, J. **Hydration of Portland cement with high replacement by siliceous fly ash.** Cement and Concrete Research. v. 42, p. 1389–1400, 2012.

DILNESA, B. Z.; WIELAND, E.; LOTHENBACH, B.; DÄHN, R.; SCRIVENER, K. L. **Fe-containing phases in hydrated cements.** Cement and Concrete Research. V. 58, p. 45-55, 2014a.

DILNESA, B. Z.; LOTHENBACH, B.; RENAUDIN, G. WICHSER, A.; KULIK, D. **Synthesis and characterization of hydrogarnet  $\text{Ca}_3(\text{Al}_x\text{Fe}_{1-x})_2(\text{SiO}_4)_y(\text{OH})_{4(3-y)}$** . Cement and Concrete Research. V. 59, pg. 96-111, 2014b.

DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. R. **Comparison of test methods to assess pozzolanic activity**. Cement and Concrete Composites. V. 32, pg. 121-127, 2010.

DUBINA, E.; PLANK J.; WADSÖ, L, BLACK, L.; KÖNIG, H. **Investigation of the long-term stability during storage of cement in dry mix mortars. Part 1. Pre-hydration of clinker phases, free lime and sulfate phases under different relative humidities (RH)**. Alitinform V. 3 (2), pg. 38–45, 2011.

DUDA, W. H. **Manual química del cemento**. Barcelona: Tecnicos Asociados, 1. Ed., 332 p., 1977.

DWECK, J.; CUNHA, A. L. C.; PINTO, C. A.; GONÇALVES, J. P.; BÜCHLER, P. M. **Thermogravimetric on calcined mass basis – Hydrated cement phases and pozzolanic activity quantitative analysis**. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. V. 97, pg. 85-89, 2009.

ÉCOLE POLYTECHNIQUE FEDERALE DE LAUSANE. **Cement Chemistry and Sustainable Cementitious Materials**. Lausanne, 2017. Disponível em: <<https://www.edx.org/course/cement-chemistry-sustainable-epflx-cementx>>. Acesso em: 10 nov. 2017. Curso online.

FARIAS FILHO, J.; ROLIM, J. S.; TOLEDO FILHO, R. D. **Potencialidades da metacaolinita e do tijolo queimado moído como substitutos parciais do cimento Portland**. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, V. 4, pg. 437-444, 2000.

FERNANDES, A. J. M. **Influência do teor de sílica e alumina no comportamento pozolânico de materiais cimentícios suplementares**. Dissertação de mestrado. UNISINOS. 165p. 2018.

FERNANDEZ, R. **Calcined clay soils as a potential replacement for cement in developing countries**. Tese de doutorado (2009). Escola Politécnica Federal de Lausana. Suíça, 178p, 2009.

FERNANDEZ, R; MARTIRENA, F.; SCRIVENER, K. L. **The origin of the pozzolanic activity of calcined clay minerals: A comparison between kaolinite, illite and montmorillonite**. Cement and Concrete Research. V. 41, p. 115, 2011.

FRACALOSSO, R. A. R. **Aditivos à base de policarboxilatos: Influência nos tempos de pega e na manutenção do abatimento em pastas de cimento Portland**. Dissertação de Mestrado. Porto Alegre, 2011.

FRANCOIS, M.; RENAUDIN, G.; EVRARD, O. **A cementitious compound with composition  $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{CaCO}_3 \cdot 11\text{H}_2\text{O}$** . Acta Crystallographica Section C.54, pg. 1214-1217, 1998.

FRÖHLICH, J. **Viabilidade de uso de resíduo cerâmico vermelho na produção de cimento ecoeficiente**. Trabalho de conclusão de curso de Graduação, UNISINOS. São Leopoldo, 2016.

GARCIA, E.; CABRAL JUNIOR, M.; QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. **Resíduo de Cerâmica Vermelha (RCV): Uma alternativa como Material Pozolânico**. *Cerâmica Industrial*. V. 19, I.4, pg. 31-38, 2014.

GARCIA, E.; CABRAL JÚNIOR, M.; QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F. **Avaliação da atividade pozolânica dos resíduos de cerâmica vermelha produzidos nos principais polos ceramistas do Estado de S. Paulo**. *Cerâmica*, v.61, p. 251-258, sem local, 2015.

GAO, G.; REN, J.; LUI, Y.; GUO, J.; LI, J. **Interaction of polycarboxylate-based superplasticizer with clay in Portland cement systems**. *Advances in cement research*. V. 30, I6, pg 270-276, 2018.

GE, Z.; WANG, Y.; SUN, R.; WU, X.; GUAN, Y. **Influence of ground waste clay brick on properties of fresh and hardened concrete**. *Construction and Buildings Materials*. V. 98, pg. 128-136, 2015.

GOETZ-NEUENHOEFFER, F.; NEUBAUER, J. Refined ettringite ( $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12}\cdot 26(\text{H}_2\text{O})$ ) structure for quantitative X-ray diffraction analysis. **Powder Diffraction**. V. 21, p. 4-11, 2006.

GONÇALVES, J. P. **Desenvolvimento e caracterização de concretos de baixo impacto ambiental contendo argila calcinada e areia artificial**. Tese de Dissertação, UFRJ. Rio de Janeiro, 2005.

GONÇALVES, J. P.; TAVERES, L. M.; TOLEDO FILHO, R. D.; FAIRABAIM, E. M. R. **Performance of cement mortar modified with metakaolin or ground brick**. *Construction and Building Materials*. V. 23, p. 1971-1979, 2009.

GOMES, C. F. **Argilas: O que são e para que servem**. Lisboa, Fundação Calouste Gulbenkian, 1 ed., 457 p., 1988.

GHORBEL, H.; SAMET, B.. Effect of iron on pozzolanic activity of kaolin. **Construction and Building Materials**. v. 44, p.185–191, 2013.

GRIM, R.E. (1968). **Clay Mineralogy**, 2nd Edition. McGraw-Hill, New York, 596pp, 1968

GUILLANTE, P. **Avaliação de parâmetros químicos e mineralógicos de materiais cimentícios suplementares na mitigação da reação álcali agregado**. Dissertação de Mestrado (2018). São Leopoldo, Unisinos. 157p.

GUILLANTE, P.; ABREU, A. G.; KULAKOWSKI, M. P.; MANCIO, M.; KAZMIERCZAK, C. S. **Synergetic effect of RHA and FCW in alkali-aggregate reaction mitigation**. *Ambiente Construído*. V. 19, n. 2, pg., 7-20, 2019.

GUIMARÃES, J. E. P. **A cal Fundamentos e Aplicações na Engenharia Civil**. São Paulo, Ed. Pini, 1997.

GUTTERIDGE, W.A.; DALZIEL, J. A. **Filler cement: The effect of the secondary component on the hydration of Portland cement: Part I. A fine non-hydraulic filler**. *Cement and Concrete Research*. V. 20, i.5, pg. 778-782, 1990.

HANSEN, D. M. **Avaliação das propriedades pozolânicas de um resíduo de cerâmica vermelha para emprego como material cimentício suplementar.** Dissertação de mestrado. UNSINOS. 141p. Março, 2016.

HARTMAN, M. R.; BERLINER, R. **Investigation of the structure of ettringite by time-of-flight neutron powder diffraction techniques.** Cement and Concrete Research. V.36, pg. 364-370, 2006.

HAUSNER, H. H. In Sintering New Development, M.M. Ristic (ed.), Amsterdam: Elsevier Scientific Publishing Co., p. 3, 1979.

HOLLANDERS, S.; ADRIAENS, R.; SKIBSTED, J.; CIZER, Ö.; ELSEN, J. **Pozzolanic reactivity of pure calcined clays.** Applied Clay Science. V. 132-133, pg. 552-560, 2016.

HOPPE FILHO, J. et al Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte D): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios-X (DRX), ermogravimetro (TD/DTG) e Capelle modificado. **Revsita Matéria.** v. 22, n.03, 2017, 18p.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA - IBGE. Pesquisa Industrial anual – Produto. Fonte: SIDRA, 2017. Disponível em: <https://sidra.ibge.gov.br/tabela/5806>. Acesso em: 19 de junho de 2019.

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY. **Technology Roadmap-Low-carbon Transition in the Cement Industry.** World Business Council for Sustainable Development, France, 66pg, 2018. Disponível em.: <https://www.iea.org/publications/freepublications/publication/TechnologyRoadmapLowCarbonTransitionintheCementIndustry.pdf>. Acesso em: 18 de junho de 2019.

IPAVEC, A.; GABROVSEK, R.; VUK, T.; KAUCIC, MACEK, J.; MEDEN A. **Carboaluminate phases Formation During the hydration of calcite- containing Portland cement.** Journal American Ceramic. V. 94, pg. 1238-1242, 2011.

IRASSAR, E.; RAHHAL, V.; TIRONI, A.; TREZZA, M.; PAVLÍK, Z.; PVLÍKOCÁ, M.; JERMAN, M.; CERNY, R. **Utilization of cermamic waste as pozzolanic material.** Clean Technology 2014: Energy, Renewables, Environment & Materials. pg. 316-319, 2014.

JOHN, V. M. **Concreto Sustentável.** Concreto: Ciência e Tecnologia. Editor Geraldo C. Isaia. Ibracon.V 2. Cap. 50. USP, 2011.

JOHN, V. M.; ÂNGULO, S.C. **Metodologia para desenvolvimento de reciclagem de resíduos.** Utilização de Resíduos na Construção Habitacional. Vol 4, 2003.

JOHN, V. M.; DAMINELI, B. L.; QUATTRONE, M.; PILEGGI, R. G. Fillers in cementitious materials – Experience, recent advances and future potencial. Cement and Concrete Research. V. 114, pg. 65-78, 2018.

JUILLAND, P.; KUMAR, A.; GALLUCCI, E.; FLATT, R.; SCRIVENER, K. L. **Effect of mixing on the early hydration of alite and OPC systems.** Cement and Concrete Research. V. 42, pg. 1175-1188, 2012.

JUILLAND, P., GALLUCCI, E.; FLATT, R.; SCRIVENER, K. **Dissolution theory applied to the induction period in alite hydration.** Cement and Concrete Research. V. 40, I.6, pg. 831-844, 2010.

KAZMIERCZAK, C. S. **Produtos de Cerâmica Vermelha.** Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. Editor Geraldo C. Isaia – São Paulo. 2ª Edição Atualizada e Ampliada. V1. p.565 – 588. IBRACON, 2010.

KRISHNAN, S.; BISHNOI, S. **Understanding the hydration of dolomite in cementitious systems with reactive aluminosilicates such as calcined clay.** Cement and concrete research. V. 108, pg., 116-128, 2018.

LAVAT, A. E.; TREZZA, M.; POGGI, M. **Characterization of ceramic roof wastes as pozzolanic admixture.** Waste Management. V.29, I.5, pg. 1666-1674, 2009.

LC<sup>3</sup>a. **Limestone calcined clay cement. The material.** Switzerland, 2014b. Disponível em: <<http://www.lc3.ch/the-material/>>. Acesso em 15 set 2017b.

LC<sup>3</sup>b. **Limestone calcined clay cement.** Lausanne, 9 abr. [2014a]. (6 mim 10 s). Disponível em: <<http://www.lc3.ch/media/videos/>>. Acesso em: 15 set 2017a.

LIN, K. L.; CHEN, B. Y.; CHIOU, C. S.; CHENG, A. **Waste brick's potential for use as a pozzolan in blended Portland cement.** Waste management and research. V. 28, pg. 647-652, 2010.

LOTHENBACH, B.; DILNESA, B. Z.; WIELAND, E. **Fate of iron during the hydration of cements.** 18<sup>o</sup> Internationale Baustofftagung (IBAUSIL). Weimar, Germany. V.11, 12 pg, 2012.

LOTHENBACH, B.; SCRIVENER, K.; HOOTON, R. D. **Supplementary cementitious materials.** Cement and Concrete Research. V. 41, Pg. 1244-1256, 2011.

LOTHENBACH, B.; LE SAOUT, G.; GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K. **Influence of limestone on the hydration of Portland Cements.** Concrete and Cement Research v. 38 p. 848 – 860, 2008.

LOTHENBACH, B.; DURDZINKI, P.; DE WEERDT, K. **Thermogravimetric Analysis.** In A practical guide to microstructural analysis of cementitious materials. Scrivener, K. Chapter 5. Pg. 178-208, 2016.

LOVE, C.A.; RICHARDSON, I. G.; BROUGH, A. R. **Composition and structure of C-S-H in white Portland cement-20% metakaolin pastes hydrated at 25 degrees C.** Cement and Concrete Research. V. 37, pg. 109–117, 2007.

MALSEN, E.N.; STRELTSOV, V.A.; STRELTSOVA, N.R. X Ray Study of the electron density in calcite CaCO<sub>3</sub>. **Acta Crystallographica**, Section B: Structural Science V.49, p. 636-641, 1993.

MAS, M. A.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J.; REIG, L.; BORRACHERO, M, V. **Ceramic waste as replacement material in Portland cement.** Advances in Cement Research. V. 28, I. 4, pg 221-232, 2016.

MASSAZZA, F. **Pozzolana e pozzolanic cements**. Lea's Chemistry of Cement and Concrete. Edited by Peter C. Hewlett. Elsevier, 4ª Edição. 2004.

MATSCHEI T.; LOTHENBACH, B.; GLASSER, F. P. **The AFm phase in Portland cement**. Cement and Concrete Research. v. 37 p. 118-130, 2007a.

MATSCHEI T.; LOTHENBACH, B.; GLASSER, F. P. **The role of calcium carbonate in cement hydration**. Cement and Concrete Research. v. 37 p. 551-558, 2007b.

MEDEIROS, M. H. F.; SOUZA, D. J.; HOPPE FILHO, J.; ADORNO, C. S.; QUARCIONI, V.A.; PEREIRA, E. Resíduo de cerâmica vermelha e fíler calcário em compósito de cimento. V. 21, pg, 282-300, 2016.

MEHTA, P.K., MONTEIRO, P.J.M. **Concreto: microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: IBRACON, 2011. 573p.

MINARD, H.; GERRAULT, S.; REGNAUD, L.; NONAT, A. **Mechanisms and parameters controlling the tricalcium aluminate reactivity in the presence of gypsum**. Cement and Concrete Research 37(10): 1418–1426, 2007.

MONDAL, P.; JEFFERY, J. W. **The crystal structure of tricalcium aluminate**. Acta Crystallographica - Section B: Structural Crystallography and Crystal Chemistry. B. 31, p. 689-697, 1975.

MONTEAGUDO, S. M.; MORAGUES, A.; GÁLVEZ, J. C.; CASATI, M. J.; REYES, E. **The degree of hydration assessment of blended cement pastes by differential thermal and thermogravimetric analysis. Morphological evolution of the solid phases**. Thermochemica Acta. V. 592, pg. 37-51, 2014.

MORSE, J. W.; ARVIDSON, R. S. **The dissolution kinetics of major sedimentary carbonate minerals**. Earth-science Reviews. V. 58. P. 51-58. 2002.

MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D. **Análise térmica de materiais**. Editora Artliber. São Paulo, 2009.

MOTTA, J. F. M.; CABRAL JUNIOR, M.; TANNO, L. C.; ZANARDO, A. **As Matérias-Primas Cerâmicas. Parte II: Os Minerais Industriais e as Massas da Cerâmica Tradicional**. Cerâmica Industrial. V. 7, 2002.

MUMME, W. G.; HILL, R. J.; BUSHNELL, G. W.; SEGNET, E. R. **Rietveld crystal structure refinements, crystal chemistry and calculated powder diffraction data for the polymorphs of dicalcium silicate and related phases**. Neues Jahrbuch für Mineralogie, Abhandlungen. V 169, I.1, pg. 35-68, 1995.

MURAT, M. **Hydration reaction and hardening of calcined clays and related materials. Part I: preliminary investigation of metakaolinite**. Cement and Concrete Research. V. 13, pg. 259-266, 1983.

MURAT, M.; COMEL, C. **Hydration reaction and hardening of calcined clays and related materials. Part II: Influence of calcination process of kaolinite on mechanical strength of hardened metakaolinite**. Cement and Concrete Research. V. 13, pg. 631-667, 1983.

NACERI, A.; HAMINA, M. C. **Use of waste brick as a partial replacement of cement in mortar.** Waste Management. V. 29, p 2378-2384, 2009.

NEVILLE, A. M. **Propriedades do concreto.** Tradução Ruy Alberto Cremonini. 5ª Edição. Cap 1. Editora Bookman, recurso eletrônico. Porto alegre, 2016.

NISHI, F.; TAKEUCHI, Y. **The Al<sub>2</sub>O Rings of tetrahedra in the structure of Ca<sub>8.5</sub>NaAl<sub>6</sub>O<sub>18</sub>.** Acta Crystallographica, Section B: Structural Crystallography and Crystal Chemistry. V. 31, p1169-1173, 1975.

NG, S.; PLANK, J. **Interaction between mechanisms between Na montmorillonite clay ans MPGEC-based polycarboxylate superplasticizers.** Cement and Concrete Research. V. 42, I. 6, pg. 847-854, 2012.

ODLER, I. **Hydration, Setting and Hardening of Portland Cement.** Lea's Chemistry of Cement and Concrete. Edited by Peter C. Hewlitt. Elsevier. Cap. 6. 4º Edição. 1998.

PANE, I.; HANSEN, W. **Investigation of blended cement hydration by isothermal calorimetry and thermal analysis.** Cement and Concrete Research. V. 35, pg. 1155-1164. 2005.

POON, C. S.; LAM, L.; KOU, S. C.; WONG, Y. L.; WONG, R. **Rate of pozzolanic reaction of metakaolin in high-performance cement pastes.** Cement and Concrete Research. V. 31, I. 9, pg. 1301– 1306, 2001.

PONTES, J. M. P. N. **Reatividade de Pozolanas para Argamassas e Betões.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, 106 pg., 2011.

RAHHAL, V.; PAVLÍK, Z.; TREZZA, M.; CASTELLANO, C.; TIRONI, A.; KULOVANÁ, T.; POKORNY, J.; CERNY, R.; IRASSAR, E. F. **Red Ceramic Wastes: A calcined Clay Pozzolan.** Em: Calcined Clay for Sustainable Concrete - Proceedings of the 1st International Conference on Calcined Clays for Sustainable Concrete. Ed.: K. Scrivener e A. Favier, pg. 179-187, 2015.

RAJABIPOUR, F.; GIANNINI, E.; DUNANT, C.; IDEKER, J. H.; THOMAS, M. D. A. **Alkali-Silica Reaction: current understanding of the reaction mechanisms and the knowledge gaps.** Cement and Concrete Research, v. 76, p. 130-146, 2015.

RASHAD, A. M. **Metakaolin as cementitious materials: History, scours, production and composition: A comprehensive overview.** Construction and Building Materials. V. 41, p. 303-318, 2013.

RAVERDY, M.; BRIVOT, F.; PAILLIERE, A. M.; DRON, R. **Appreciation de l'activité pouzzolanique des constituants secondaires.** 7<sup>th</sup> Congrès international de la chimie des ciments. Paris, 1980.

REDHAMMER, G. J.; TIPPELT, G.; ROTH, G.; AMTHAUER, G. **Structural variations in the brownmillerite series Ca<sub>2</sub>(Fe<sub>2-x</sub>Al<sub>x</sub>)O<sub>5</sub>: single-crystal X-ray diffraction at 25°C and high-temperature X-ray powder diffraction (25°C ≥ T ≤ 1000°C).** American Mineralogist V. 89, p. 405-42, 2004.



REDIVO, I. M. **Utilização de resíduo de cerâmica vermelha em misturas com solo para construção de camadas de pavimentos com baixo volume de tráfego.** Dissertação de Mestrado, UFSC. Florianópolis, 2011.

RICHARDSON, I. G. **The calcium silicate hydrates.** Cement and concrete research. V. 38, pg 137-158, 2008.

RICHARDSON, I.G.; GROVES, G. W. **The incorporation of minor and trace elements into calcium silicate hydrate (C-S-H) gel in hardened cement pastes.** Cement and concrete research. V. 23, pg. 131-138, 1993.

RINALDI, R.; SACERDOTI, M.; PASSAGLIA, E. Straetlingite: crystal structure, chemistry and a reexamination of its polytype vertumnite. **European Journal of Mineralogy.** V. 2, p. 841-849, 1990.

ROCHA, J. C.; JOHN, V. M. Introdução. **Utilização de Resíduos na Construção Habitacional. Vol 4.** 2003.

RUNCEVSKI. T.; DINNEBIER, R. E.; MAGDYSYUK, O. V.; PÖLLMANN, H. **Crystal structures of calcium hemicarboaluminate and carbonated calcium hemicarboaluminate from synchrotron powder diffraction data.** Acta Crystallographic. Section B, 68, I.5, pg. 493–500, 2012.

SABIR, B. B.; WILD, S.; BAI, J. **Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete: a review.** Cement and Concrete Composites. V. 23, pg. 441-454, 2001.

SALVADOR, S. **Pozzolanic properties of flash-calcined kaolinite: a comparative study with soak-calcined products.** Cement and Concrete Research. V. 25, pg. 102-112, 1995.

SCHACKOW, A.; STRINGARI, D.; SENFF, L.; CORREIA, S. L.; SEGADÃES, A. M. **Influence of fired clay brick waste additions on the durability of mortars.** Cement and Concrete Composites. V. 62. p. 82 – 89. 2015.

SCHNEIDER, M.; ROMER, M.; TSCHUDIN, M.; BOLIO, H. **Sustainable cement production – present and future.** Cement and Concrete Research V.41, p.642-650, 2011.

SCHÖLER, A.; LOTHENBACH B.; WINNEFELD F.; ZAJAC, M. **Hydration of quaternary Portland cement blends containing blast-furnace slag, siliceous fly ash and limestone powder.** Cement and Concrete Composites, v. 55, p. 374–382, 2015.

SCRIVENER, Karen. **Hydration 3: aluminate hydrates.** Lausanne: École Polytechnique Federale de Lausanne, 2017. Disponível em: <<https://www.edx.org/course/cement-chemistry-sustainable-epflx-cementx>>. Acesso em: 9 nov. 2017. Parte do curso online Cement Chemistry and Sustainable Cementitious Materials.

SEBASTIANY, L. D. **Avaliação de métodos de determinação do potencial pozolânico de resíduos da indústria de cerâmica vermelha.** Dissertação de Mestrado, UNISINOS. São Leopoldo, 2014.

SIDDIQUE, R.; KLAUS, J. **Influence of metakaolin on the properties of mortar and concrete.** Applied Clay Science. V. 43, pg. 392-400, 2009.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO (SNIC). Coordenado por Gonzalo **Roadmap tecnológico do cimento – Potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050**. Visedo e Marcelo Pecchio. Rio de Janeiro, 64pg, 2019.

SINGER, F. **Industrial ceramics**. 1. ed. London: Chapman & Hall. 1452 p., 1963.

SNELLINGS, R. **X-Ray powder diffraction applied to cement**. Em: A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials. Editores: K. Scrivener, R. Snellings e B. Lothenbach. Cap. 4., Pg. 107-162, 2016.

SNELLINGS, R.; MERTENS, G.; ELSSEN, J. **Supplementary Cementitious Materials**. Reviews in Mineralogy and Geochemistry. Vol. 74, p 226, 2012.

SOUZA, P. S. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 2ª Edição Revisada e Ampliada. V1. Editora Edgard Blücher. 1989.

SOUZA, P. S. L.; DAL MOLIN, D. C. C. **Estudo de viabilidade do uso de argilas calcinadas, como metacaulim de alta reatividade (MCAR)**. Engenharia Civil-UM, V. 15, pg. 45-54, 2002.

STEPKOWSKA, E. T. **Simultaneous IR/TG study of calcium carbonate in two aged cement pastes**. Journal of thermal analysis and calorimetry. V. 84, pg. 175-180, 2006.

TAKEUSHI, Y.; NISHI, F.; MAKI, I. **Crystal-chemical characterization of  $3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Na}_2\text{O}$  solid-solution series**. Zeitschrift fuer Kristallographie. 152, p259-307, 1980.

TAVARES, S. F.; GRIMME, F. W. **Análises de processos produtivos em cerâmica vermelha-Estudo de caso comparativo entre Brasil e Alemanha**. ENTAC. Brasil, 2002.

TAYLOR, H. F. W. **Cement Chemistry**. 2ª Edition. London: Thomas Telford Publishing, 1997.

THIERY, M.; VILLAIN, G.; DANGÇA, P.; PLATRET, G. **Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics**. Cement and Concrete Research. v. 37, p. 1047-1058, 2007.

TIRONI, A.; TREZZA, M. A.; SCIAN, A. N.; IRASSAR, E. F. **Assessment of pozzolanic activity of different Calcined clays**. Cement and Concrete Composites. V. 37. P. 319-327, 2013.

TIRONI, A.; CASTELLANO, C. C.; BONAVETTI, V. L.; TREZZA, M. A. **Kaolinitic calcined clays – Portland cement system: Hydration and properties**. Construction and Building Materials. V. 64, pg. 215-221, 2014.

TIRONI, A.; TREZZA, M. A.; SCIAN, A. N.; IRASSAR, E. F. **Kaolinitic calcined clays: Factors affecting its performance as pozzolans**. Construction and Building Materials, v. 28 p. 276-281, 2012.

TOLEDO FILHO, R.D.; GONÇALVES, J. P.; AMERICANO, B. B.; FAIRBAIRN, E. M. R. **Potential for use crushed waste calcined-clay brick as a supplementary cementitious material in Brazil.** Cement and Concrete Research, v37 p. 1357-1365. 2007.

TURANLI, L.; BEKTAS, F.; MONTEIRO, P. J. M. **Use of ground clay brick as a pozzolanic material to reduce the alkali-silica reaction.** Cement and Concrete Research. V. 33, pg. 1539-1542. 2003.

VAN VLACK, L. H. **Princípio de ciência dos materiais.** Traduzido por Eng. Luiz Paulo Camargo Ferrão. Ed. Blücher. São Paulo, 427p., 1973.

VANCE, K.; AGUAYO, M.; OEY, T.; SANT, V.; NEUTHALATH, N. **Hydration and strength development in ternary Portland cement blends containing limestone and fly ash or metakaolin.** Cement and Concrete Composites. V. 39, pg, 93-103, 2013.

VERONELLI, D. D. Durabilidad de los hormigones: Reacción árido-álcalis. In Materiales de Construcción. V. 28, pg. 5-33, 1978.

VILAGRÁN-ZACCARDI, Y. A.; EGÜEZ-ALAVA, H.; DE BUYSSER, K.; GRUYAERT, E.; DE BELIE, N. **Calibrated quantitative thermogravimetric analysis for the determination of portlandite and calcite content in hydrated cementitious systems.** Materials and Structures. V50. I. 179, 10 pg., 2017.

WHITTAKER, M.; DUBINA, E.; AL-MUTAWA, F.; ARKLESS, L.; PLANK, J.; BLACK, L. **The effect of prehydration on the engineering properties of CEM I Portland Cement.** Advances in Cement Research. V. 25 (1), p. 12-20, 2013.

WILD, S.; KHATIB, J. M, JONES, A. **Relative strength, pozzolanic activity and cement hydration in superplasticised metakaolin concrete.** Cement and Concrete Research. V. 26, I. 10, pg., 1537-1544, 1996.

WILSON, I. R.; SANTOS, H. S.; SANTOS, P. S. **Caulim brasileiros: Alguns aspectos da geologia e da mineralogia.** Cerâmica, V. 44. São Paulo, 1998.

WINNELFELD, F.; SCHÖLER, A.; LOTHENBACH, B. **Sample Preparation.** Em: A Practical guide to microstructural analysis of cementitious materials. Ed.: K. Scrivener, R. Snellings e B. Lothenbach. Cap. 1, pg. 1-32, 2016.

ZAJAC, M.; ROSSBERG, A.; LE SAOUT, G.; LOTHENBACH, B. **Influence of limestone and anhydrite on the hydration of Portland cements.** Cement and Concrete Composites. V. 46, pg. 99-108, 2014.

ZAMPIERI, V. A. **Mineralogia e mecanismos de ativação das pozolanas de argilas calcinadas.** Dissertação de Mestrado, USP, Instituto de Geociências. 191 p. São Paulo, 1989.

ZENDRI, E.; LUCCHINI, V.; BISCONTIN, G.; MORABITO, Z. M. **Interaction between clay and lime in “cocciopesto” mortars: a study by <sup>29</sup>Si MAS spectroscopy.** Applied Clay Science, V. 25, p. 7, 2004.

## APÊNDICE A - BENEFICIAMENTO E ARMAZENAGEM DE MATERIAIS

Neste capítulo serão discutidos os processos de moagem e armazenamento dos materiais que compõem os cimentos ternários. O tempo de moagem para cada material foi definido através de diversos testes até atingir o  $d_{50}$  estabelecido para a pesquisa,  $3,5\mu\text{m}\pm 1\mu\text{m}$ . Serão apresentados apenas os processos de moagem que foram adotados para o programa experimental.

Importante salientar que após os processos de moagem, todos os materiais foram secos em estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  até constância de massa e armazenados em embalagens (sacos) plásticas duplas.

Os materiais que não foram moídos, cimento e pó de quartzo, foram retirados da embalagem original, e embalados novamente em embalagens plásticas menores, para minimizar o contato com umidade, em função dos diversos abrimentos das embalagens para retirada dos materiais.

### A.1 RESÍDUO DE CERÂMICA VERMELHA

Primeiramente, o resíduo foi moído no Britador de Mandíbulas (Figura 48a), no Laboratório de Construção Civil (LCC), depois o resíduo, que ainda em forma de fragmentos, foi cominuído no Moinho de Rolos (Figura 48b), com distância entre rolos de 3mm, o equipamento está disponível no Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMC). No processo final da moagem, o material foi moído no Moinho de Bolas de Alumina (Figura 48c), sendo a proporção necessária para a moagem em cada lote será de 3kg de bolas de alumina de diâmetro de 2cm para 1,5 kg de resíduos de cerâmica e tempo de moagem de 4 horas via seca.

Figura 48 – Processo de moagem a) Britador de mandíbulas, b) Moinho de Rolos e c) Moinho de Bolas de Alumina.

(a)

(b)

(c)

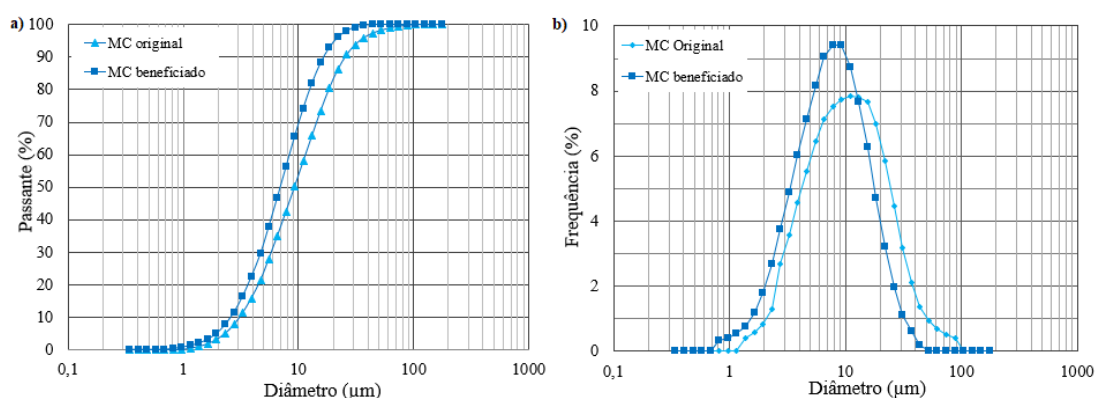


Fonte: Fröhlich (2016) e Hansen (2016).

## A.2 METACAULIM

O metacaulim foi fornecido em pó, mas com  $d_{50}$  elevado,  $9,23 \mu\text{m}$ , por isso passou processo de moagem também. O material foi moído apenas no moinho de bolas horizontal. Foram utilizados 1,5kg de material para 2,5kg de bolas de alumina de 2cm de diâmetro e 2,5kg de bolas de alumina de 1cm de diâmetro, via seca. A duração da moagem foi de 4 horas. A Figura 49 apresenta a distribuição granulométrica do metacaulim original e o processado.

Figura 49 - a) Curva de distribuição granulométrica e b) histograma da distribuição granulométrica do metacaulim original e beneficiado

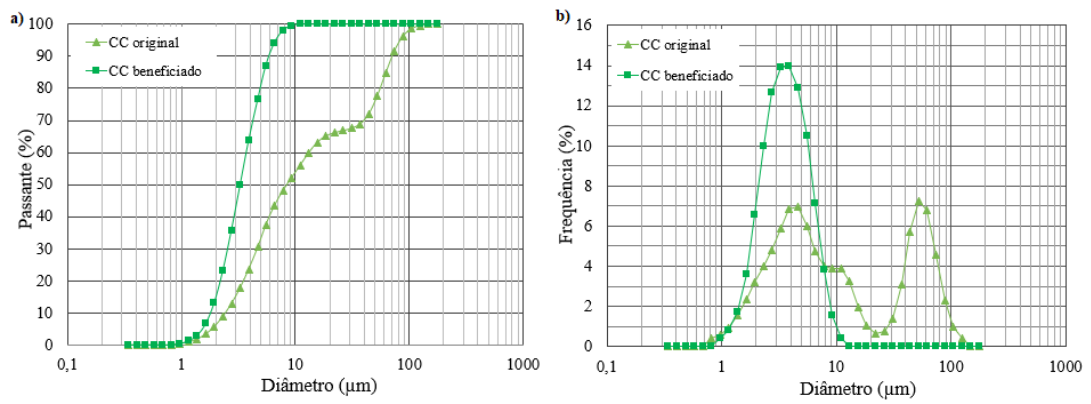


Fonte: elaborado pela autora.

## A.3 CALCÁRIO

O calcário também foi fornecido em pó, porém apresentou curva de distribuição granulométrica irregular. Por isso, o material foi moído no moinho de bolas horizontal durante 4 horas. Foram utilizados 1,5kg de material para 5kg de bolas de alumina de 2cm de diâmetro. As Figura 50a e Figura 50b apresentam a distribuição e o histograma de distribuição granulométrica do calcário original e o processado, respectivamente.

Figura 50 – a) Curva de distribuição granulométrica e b) histograma da distribuição granulométrica do calcário original e beneficiado



Fonte: elaborado pela autora.

## APÊNDICE B – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO PRESENTE DO CALCÁRIO E DO CIMENTO ANIDRO

Este subcapítulo apresenta o detalhamento dos cálculos da quantificação do teor de carbonato de cálcio presente no cimento anidro e calcário, respectivamente.

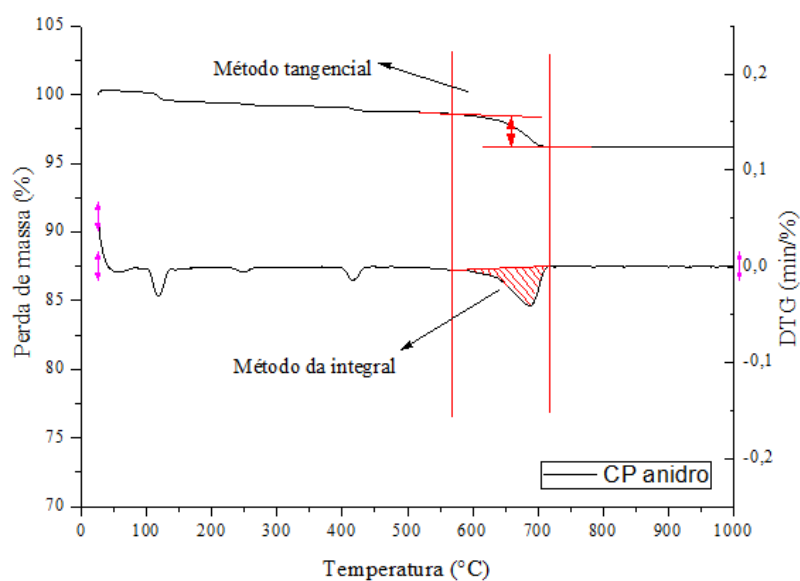
### B.1 CIMENTO ANIDRO

A determinação do teor de carbonato de cálcio no cimento anidro foi realizada através da perda de massa obtido pela curva TG/DTG do ensaio de análise térmica. Considerou-se que toda a calcita presente na amostra seja decorrente da adição mineral realizada durante a produção do cimento, desconsiderando a pré-hidratação e carbonatação do cimento.

O método utilizado para determinar o teor de calcita foi o tangencial, porque quando se iniciou o desenvolvimento do programa experimental não se tinha o conhecimento do método da integral. Optativamente determinou-se pelo método da integral para saber a variação de resultados entre os métodos.

Foram definidos os pontos inicial e final do pico endotérmico correspondente a descarbonatação, pelas curvas TG/DTG, conforme Figura 51. Lembrando que a temperatura inicial e final permanece a mesma para ambos os métodos.

Figura 51 – Curvas TG/DTG do cimento CPV anidro



Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 24 – Dados para a determinação do teor de  $\text{CaCO}_3$  no cimento anidro

	Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	Método Tangencial	Método Integral
		Perda de massa (%)	Área (%)
<b>Ponto Inicial</b>	545,79	98,67	2,27
<b>Ponto Final</b>	714,97	96,22	

Fonte: elaborado pela autora.

A seguir serão demonstrados os dois métodos de cálculo: I) método tangencial e II) método da integral.

### B.1.1 Método Tangencial

Primeiramente foi determinado a quantidade de calcita presente na amostra de cimento anidro, a partir da perda de massa.

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = \text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{100}{44} \quad [\text{Equação 24}]$$

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = (98,6657514 - 96,22489277) * \frac{100}{44} \text{ g} \quad [\text{Equação 25}]$$

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = 5,55\% \quad [\text{Equação 26}]$$

Então, foi determinado o teor de cada composto do cimento tipo LC<sup>3</sup> pela Equação 26, considerado 100g de cimento.

$$A + B + C = 100 \quad [\text{Equação 27}]$$

Onde:

A = cimento (g);

B = argila calcinada (g)

C = calcário (g)

O valor de cimento não é sabido já que nele está embutido certo teor de carbonato de cálcio, logo A é igual a x. O valor de argila calcinada é fixo em 30g, logo B é igual a 30. É sabido que a quantidade total de calcário é de 15g, mas deve ser descontado a quantidade já presente no cimento, logo o valor de C é igual 15 menos 5,55% do valor do cimento (x). Assim temos que:

$$x + 30 + (15 - 0,0555 * x) = 100$$



$$x = 58,23g \quad [\text{Equação 28}]$$

Logo,

$$x = A = 58,23g \quad [\text{Equação 29}]$$

E

$$C = 15 - 0,0555 * x \quad [\text{Equação 30}]$$

$$C = 15 - 0,0555 * 58,23 \quad [\text{Equação 31}]$$

$$C = 11,77g \quad [\text{Equação 32}]$$

### B.1.2 Método da Integral

É sabido que a perda de massa é igual área do pico endotérmico. Logo, temos que:

$$PM_{CaCO_3} = A_{pico} = 2,27\% \quad [\text{Equação 33}]$$

Então,

$$CaCO_{3,medido} = 2,27 * \frac{100}{44} \quad [\text{Equação 34}]$$

$$CaCO_{3,medido} = 5,17\% \quad [\text{Equação 35}]$$

A determinação da quantidade de cada composto no cimento LC<sup>3</sup> foi determinado considerando um total de 100g de pasta:

$$A + B + C = 100 \quad [\text{Equação 36}]$$

Logo,

$$x + 30 + (15 - 0,0517 * x) = 100 \quad [\text{Equação 37}]$$

$$x = 58g \quad [\text{Equação 38}]$$

Sendo assim,

$$x = A = 58g \quad [\text{Equação 39}]$$

$$C = 15 - 0,0517 * x \quad [\text{Equação 40}]$$

$$C = 15 - 0,0555 * 58,23 \quad [\text{Equação 41}]$$

$$C = 12g \quad [\text{Equação 42}]$$

A Tabela 25 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** apresenta os valores de necessários de cimento Portland, argila calcinada e calcário, necessários para a composição do cimento tipo LC<sup>3</sup> a partir dos dois métodos de quantificação. A diferença entre os valores encontrados não é relevante. Essa diferença poderia ser relacionada à repetibilidade dos ensaios, já que a própria a técnica de análise possui erro.

Tabela 25 - Composição do cimento tipo LC<sup>3</sup> pelos métodos tangencial e da integral

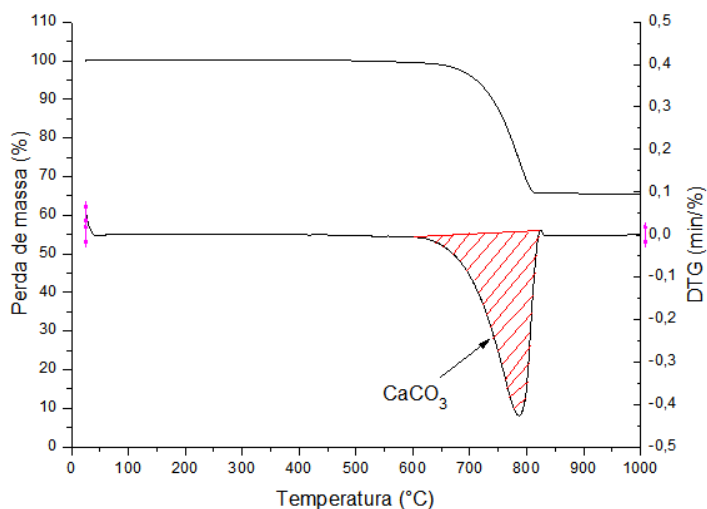
<b>Erro! Fonte de referência não encontrada.</b>	<b>Cimento</b>	<b>Argila</b>	<b>Calcário</b>
<b>Método</b>	58,23	30	11,77
<b>Método</b>	58	30	12

Fonte:

## B.2

A Figura 52 apresenta as curvas TG/DTG do calcário. A curva DTG mostra um pico de amplitude elevada que ocorre entre 600 e 850°C, aproximadamente. Este pico é decorrente da descarbonatação de CaCO<sub>3</sub>, e possivelmente outras formas de carbonato, por exemplo, MgCO<sub>3</sub>, pois há Mg na composição do calcário (Tabela 14) e dolomita foi identificada na análise mineralógica. Neste estudo, foi considerado que toda a perda de massa devido a descarbonatação é de calcita.

Figura 52 - Curva TG/DTG do calcário



Fonte:

Para a determinação do teor de calcita foi utilizado o método da integral. A Tabela 26 apresenta os dados utilizados para a quantificação do teor de calcita. Os dados foram aplicados a  $\text{CaCO}_3$ , medido =  $\text{PM}_{\text{CaCO}_3} * \frac{100}{44}$  [Equação 24] e obteve-se calcita no teor de 77,33%.

Tabela 26 – Dados para a quantificação do teor de  $\text{CaCO}_3$  no calcário

	Temperatura (°C)	Método Integral Área (%)
<b>Ponto Inicial</b>	602,93	34,03
<b>Ponto Final</b>	824,86	

Fonte: elaborado pela autora.

### APÊNDICE C – ESTUDO DA PRÉ-HIDRATAÇÃO DO CIMENTO CP V

O cimento CP V apresentou perda de massa entre 400°C e 500°C característico da desidroxilação de  $\text{Ca(OH)}_2$ , calculada em 1,21% (Figura 53). A presença de portlandita no cimento anidro é considerada usual, pois é associado a hidratação da cal livre e não necessariamente a hidratação do  $\text{C}_3\text{S}/\text{C}_2\text{S}$ . O  $\text{CaO}$  livre é extremamente reativo na presença de umidade. Quando não há evidência de formação de outros hidratos na amostra é considerado que a formação de portlandita se dá a partir da pré-hidratação da pequena quantidade de cal livre (DUBINA et al., 2011). Porém, a perda de massa visível na amostra estudada em torno de 245°C é atribuído a presença C-A-H, proveniente da hidratação do  $\text{C}_3\text{A}$ , indicando que houve sim pré-hidratação do cimento (WHITTAKER et al., 2013). Winnefeld, Schöler e Lothenbach (2016) explicam que é comum que ocorra a pré-hidratação já que o cimento fica exposto a umidade já no silo de produção na planta cimenteira, e ainda passa por diversos processo até o uso final.

A perda de massa que ocorre entre 100 e 150°C pode ser associada a presença de etringita ou de hemihidrato ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ). O hemihidrato ainda pode ter duas origens:

I) adição de gipsita como hemihidrato na produção do cimento, já que nas plantas cimenteiras brasileiras a gipsita é adicionada em forma de anidrita ou hemihidrato;

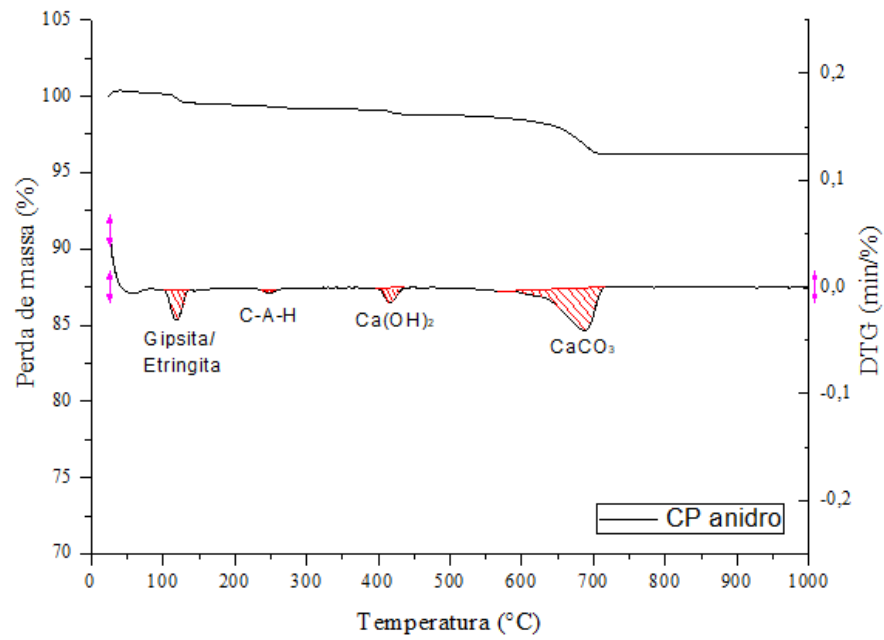
II) hidratação da gipsita ( $\text{CaSO}_4$ ) para formar hemihidrato ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ ), já que há um indício de pré-hidratação na amostra estudada.

A análise térmica unicamente não permite identificar qual dos dois compostos, etringita ou hemihidrato, é associado a este pico endotérmico, já que eles ocorrem na mesma região.

Importante salientar que se a hipótese da pré-hidratação do cimento é aceita, é provável que parte da calcita presente na amostra seja decorrente da carbonatação da portlandita. Não foi realizada a separação e a quantificação da calcita quanto a origem (adição e/ou carbonatação).

A coleta do cimento foi realizada no centro de distribuição da empresa, localizada na cidade de Canoas – RS. O lote foi produzido em 29 de dezembro de 2017 e coletado em 8 de janeiro de 2018.

Figura 53 – Picos endotérmicos da curva TG/DTG do cimento CP V anidro.



Fonte: elaborado pela autora.

## APÊNDICE D – RESULTADOS DO ENSAIO DE FRATINI

Tabela 27 – Resultados do ensaio de Fratini aos 7 dias

	CPV ARI		RCV		MC		PQ	
	A	B	A	B	A	B	A	B
pH inicial	13,55	13,47	13,59	13,68	13,44	13,56	13,48	13,49
Volume de solução HCL (ml)	30,00	29,20	22,60	22,70	19,30	18,50	25,10	25,40
[OH] - Concentração de íons hidroxila (mmol/L)	61,52	59,88	46,34	46,55	39,58	37,94	51,47	52,09
Média [OH]	60,70		46,45		38,76		51,78	
Desvio padrão [OH]	1,16		0,15		1,16		0,44	
pH ajustado	12,94	12,87	12,88	12,88	12,97	12,87	12,92	12,87
Volume de solução EDTA (ml)	11,70	11,10	8,10	6,00	2,50	3,20	13,30	14,50
[CaO] - Determinação da concentração de óxido de cálcio (mmol/L)	10,73	10,18	7,43	5,50	2,29	2,93	12,20	13,30
Média [CaO]	10,45		6,46		2,61		12,75	
Desvio padrão [CaO]	0,39		1,36		0,45		0,78	

Fonte: elaborado pela autora

Tabela 28 – Resultados do ensaio de Fratini aos 28 dias

	CPV ARI – 28D		RCV – 28D		MK - 28D		PQ - 28D	
	A	B	A	B	A	B	A	B
pH inicial	13,74	13,67	13,31	13,33	13,23	13,25	13,56	13,52
Volume de solução HCL (ml)	33,30	33,20	22,40	24,10	19,90	18,80	26,40	27,70
[OH] - Concentração de íons hidroxila (mmol/L)	68,18	67,98	45,87	49,35	40,75	38,49	54,14	56,80
Média [OH]	68,08		47,61		39,62		55,47	
Desvio padrão [OH]	0,14		2,46		1,59		1,89	
pH ajustado	12,80	12,85	12,83	12,89	12,91	12,89	12,91	12,82
Volume de solução EDTA (ml)	7,60	9,20	3,50	4,20	1,60	1,20	9,30	9,80
[CaO] - Determinação da concentração de óxido de cálcio (mmol/L)	6,97	8,44	3,21	3,85	1,47	1,10	8,53	8,99
Média [CaO]	7,70		3,53		1,28		8,76	
Desvio padrão [CaO]	1,04		0,45		0,26		0,32	

Fonte: elaborado pela autora

Tabela 29 – Resultados do ensaio de Fratini aos 91 dias

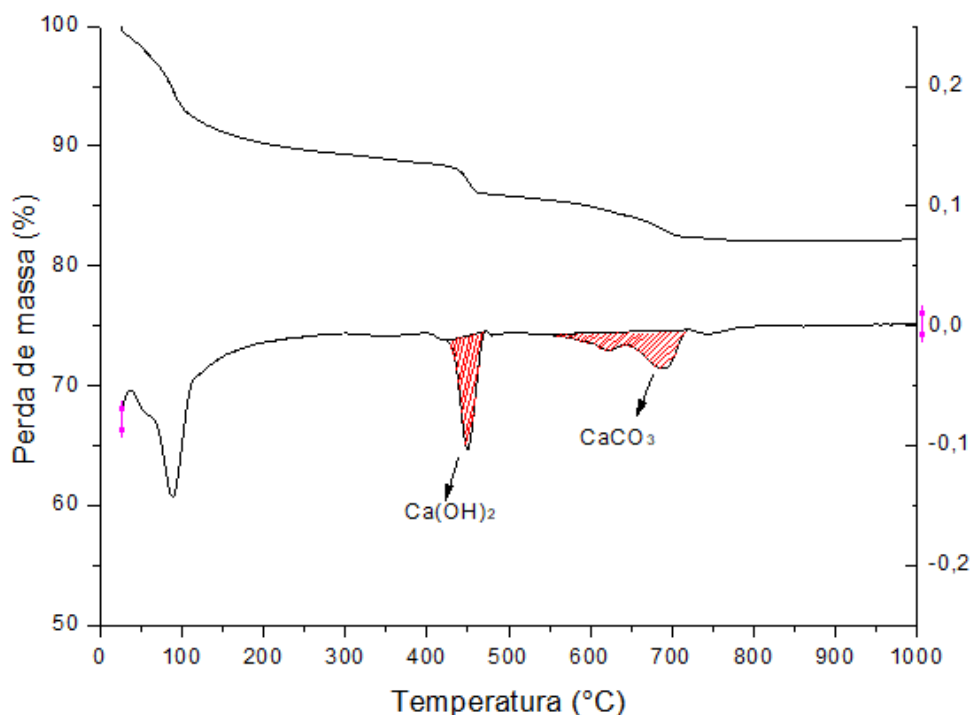
Amostras 91 dias	CPV ARI - 91D		RCV - 91D		MK - 91D		PQ - 91D	
	A	B	A	B	A	B	A	B
pH inicial	13,65	13,70	12,54	12,35	12,41	12,36	13,61	13,58
Volume de solução HCL (ml)	32,5	32,8	28,00	23,00	19,10	20,70	28,80	29,10
[OH] - Concentração de íons hidroxila (mmol/L)	66,55	67,16	57,33	47,09	39,11	42,38	58,97	59,58
Média [OH]	66,85		52,21		40,75		59,28	
Desvio padrão [OH]	0,43		7,24		2,32		0,43	
pH ajustado	12,80	12,75	12,82	12,83	12,80	12,85	12,91	12,83
Volume de solução EDTA (ml)	10,8	11,2	3,60	3,80	0,80	0,70	9,30	9,80
[CaO] - Determinação da concentração de óxido de cálcio (mmol/L)	9,90	10,27	3,30	3,48	0,73	0,64	8,53	8,99
Média [CaO]	10,09		3,39		0,69		8,76	
Desvio padrão [CaO]	0,26		0,13		0,06		0,32	

Fonte: elaborado pela autora.

## APÊNDICE E – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO E CALCÁRIO NAS PASTAS DE CIMENTO

A seguir será explanado o passo a passo para determinar o teor de  $\text{Ca(OH)}_2$  e  $\text{CaCO}_3$  presente na pasta de cimento. Para a exemplificação foi utilizada a pasta de referência CP a 1 dia de hidratação, conforme retrata a Figura 54.

Figura 54 – Pasta de cimento CP a 1 dia



Fonte: elaborado pela autora.

1) Primeiramente foram determinados a área do pico endotérmico referente a cada um dos compostos químicos (área em vermelho) com o auxílio do *software Origin versão Pro 8*. O programa retornou valor de 1,96421 para o  $\text{Ca(OH)}_2$  e 2,21959 para  $\text{CaCO}_3$ ;

2) Os valores das áreas foram aplicados nas equações 18 e 20, respectivamente:

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{medido}} = 2,23541 * \frac{74}{18} \quad [\text{Equação 43}]$$

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{medido}} = 9,19\% \quad [\text{Equação 44}]$$

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = 2,21959 * \frac{100}{44} \quad [\text{Equação 45}]$$

$$\text{CaCO}_{3,\text{medido}} = 5,04\% \quad [\text{Equação 46}]$$



Os valores ainda foram normalizados para pasta, conforme  $\text{Ca(OH)}_{2,\text{pasta}} = \frac{\text{Ca(OH)}_{2,\text{medido}}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+\alpha/\text{mt})}$  [Equação 17] e  $\text{CaCO}_{3,\text{pasta}} = \frac{\text{CaCO}_{3,\text{medido}}}{\text{peso em } 600^\circ\text{C} (1+\alpha/\text{mt})}$  [Equação 21]. A massa da amostra em  $600^\circ\text{C}$  foi extraído da planilha exportada do software da termobalança.

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{pasta}} = \frac{9,19}{84,98*(1+0,45)} \quad [\text{Equação 47}]$$

$$\text{Ca(OH)}_{2,\text{pasta}} = 7,46\% \quad [\text{Equação 48}]$$

$$\text{Ca(CO)}_{3,\text{pasta}} = \frac{5,04}{84,98*(1+0,45)} \quad [\text{Equação 49}]$$

$$\text{Ca(CO)}_{3,\text{pasta}} = 4,09\% \quad [\text{Equação 50}]$$

As Tabela 30, Tabela 31 e Tabela 32 apresentam os valores de portlandita e calcita encontrada para todos os cimentos e idades.

Tabela 30 - Valores de  $\text{Ca(OH)}_2$  para as pastas de cimento IAP-P

Idade	Pasta	Área (%)	$\text{Ca(OH)}_{2,\text{med}}$ (%)	W $600^\circ\text{C}$ (%)	$\text{Ca(OH)}_2$ pasta
7 dias	PC	3,02	12,41	79,73	10,74
	RCV	1,92	7,89	81,09	6,71
	MC	0,88	3,60	79,26	3,14
	PQ	2,74	11,25	83,15	9,33
28 dias	PC	3,31	13,61	76,54	12,26
	RCV	1,90	7,81	79,23	6,80
	MC	0,99	4,07	78,69	3,56
	PQ	2,72	11,16	80,18	9,60
91 dias	PC	3,29	13,54	76,96	12,13
	RCV	1,36	5,58	78,79	4,88
	MC	0,60	2,46	79,12	2,15
	PQ	2,77	11,40	80,78	9,74

Fonte: elaborado pela autora

Tabela 31 - Valores de  $\text{Ca(OH)}_2$  para as pastas de cimento tipo LC<sup>3</sup>

Idade	Pasta	Ti (°C)	Tf (°C)	Área (%)	$\text{Ca(OH)}_2$ med (%)	Massa 600°C (%)	$\text{Ca(OH)}_2$ pasta (%)
1 dia	CP	399,09	472,27	2,24	9,19	84,98	7,46
	LC <sup>3</sup> -R	406,95	467,28	1,01	4,13	91,07	3,13
	PQ30R	415,52	457,69	1,10	4,52	91,20	3,42
	LC <sup>3</sup> -M	418,96	464,56	1,06	4,34	88,29	3,39
	PQ30M	417,47	456,89	1,06	4,36	88,32	3,40
	PQ45	412,47	457,76	1,59	6,54	89,62	5,03
7 dias	CP	420,52	479,55	3,02	12,41	79,73	10,74
	LC <sup>3</sup> -R	413,51	474,72	1,78	7,33	79,91	6,32
	PQ30R	406,00	462,92	1,67	6,88	84,13	5,64
	LC <sup>3</sup> -M	416,15	468,98	0,67	2,75	81,06	2,34
	PQ30M	408,36	473,59	0,84	3,44	82,15	2,89
	PQ45	400,72	469,26	2,24	9,23	82,26	7,74
28 dias	CP	407,88	483,01	3,31	13,61	76,54	12,26
	LC <sup>3</sup> -R	423,73	476,50	1,19	4,88	82,06	4,10
	PQ30R	419,06	475,31	1,17	4,82	82,89	4,01
	LC <sup>3</sup> -M	418,21	464,87	0,27	1,12	80,57	0,96
	PQ30M	420,04	466,21	0,33	1,37	80,66	1,17
	PQ45	443,38	492,82	2,33	9,59	85,79	7,71

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 32 - Valores de CaCO<sub>3</sub> para as pastas de cimento LC<sup>3</sup>

Idade	Pasta	Ti (°C)	Tf (°C)	Área (%)	Ca(CO) <sub>3</sub> med (%)	Massa 600°C(%)	CaCO <sub>3</sub> paste (%)
1 dia	CP	536,27	722,89	2,22	5,04	84,98	4,09
	LC <sup>3</sup> -R	526,99	751,37	5,23	11,88	91,07	8,99
	PQ30R	504,20	699,38	1,38	3,14	91,20	2,37
	LC <sup>3</sup> -M	516,04	747,58	4,97	11,29	88,29	8,82
	PQ30M	508,28	697,19	1,56	3,54	88,32	2,77
	PQ45	614,10	686,44	0,61	1,38	89,62	1,06
7 dias	CP	543,59	720,49	2,27	5,16	79,73	4,46
	LC <sup>3</sup> -R	543,76	765,57	4,54	10,33	79,91	8,91
	PQ30R	535,31	713,16	1,28	2,91	84,13	2,38
	LC <sup>3</sup> -M	509,71	764,90	4,69	10,65	81,06	9,07
	PQ30M	535,60	725,58	1,46	3,32	82,15	2,79
	PQ45	526,17	713,52	0,95	2,16	82,26	1,81
28 dias	CP	561,44	828,84	2,06	4,68	76,54	4,22
	LC <sup>3</sup> -R	532,24	767,32	4,92	11,18	82,06	9,40
	PQ30R	539,27	719,57	1,37	3,11	82,89	2,59
	LC <sup>3</sup> -M	574,47	751,75	4,05	9,21	80,57	7,88
	PQ30M	549,84	764,69	1,57	3,57	80,66	3,05
	PQ45	697,13	738,21	0,27	0,60	85,79	0,48

Fonte: elaborado pela autora.

**APÊNDICE F - RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO PARA IAP-P**

Neste capítulo serão apresentados os resultados de resistência à compressão, desvio relativo máximo (DRM) e desvio padrão (DP) obtidos para o Índice de Atividade Pozolânica em pasta(IAP-P) de acordo com a NBR 5752 (ABNT, 2014). As amostras em cinza foram excluídas da amostragem, pois os resultados estão fora do desvio padrão estabelecido pela NBR 7125 (ABNT, 2019). As amostras com asterisco vermelho (\*) não tiveram a resistência testada, pois quebraram durante a retifica das arestas

Tabela 33 – Resultados do ensaio de resistência à compressão para o Índice de Atividade Pozolânica aos 7 dias

RESULTADOS ENSAIO IAP-P - 7 DIAS																		
Mistura	Amostra	Moldagem	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel d/h	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	IAP	DP (MPa)
CP	CP 1	14/06/2018	16,46	16,58	16,50	16,51	33,02	33,00	32,95	32,99	0,50	214,17	8577	40,05	39,69	5,2	-	1,27
	CP 2	14/06/2018	16,83	16,96	16,90	16,90	33,10	33,26	33,16	33,17	0,51	224,23	8774	39,13				
	CP 3	14/06/2018	16,43	16,42	16,33	16,39	32,37	32,49	32,48	32,45	0,51	211,07	4172	19,77				
	CP 4	14/06/2018	16,53	16,55	16,53	16,54	32,70	32,65	32,62	32,66	0,51	214,78	8301	38,65				
	CP 5	14/06/2018	16,56	16,56	16,43	16,52	32,89	32,99	32,86	32,91	0,50	214,26	8943	41,74				
	CP 6	14/06/2018	16,58	16,75	16,51	16,61	32,96	32,91	32,97	32,95	0,50	216,77	8424	38,86				
RCV	RCV 1	14/06/2018	16,53	16,50	16,46	16,50	34,19	34,11	34,12	34,14	0,48	213,74	6855	32,07	32,08	6,1	81%	1,25
	RCV 2	14/06/2018	16,49	16,62	16,45	16,52	33,63	33,74	33,67	33,68	0,49	214,34	7110	33,17				
	RCV 3	14/06/2018	16,39	16,38	16,38	16,38	32,79	32,83	32,81	32,81	0,50	210,81	6950	32,97				
	RCV 4	14/06/2018	16,44	16,51	16,63	16,53	33,73	33,73	33,80	33,75	0,49	214,52	6459	30,11				
	RCV 5	14/06/2018	16,53	16,62	16,71	16,62	32,99	32,96	32,98	32,98	0,50	216,95	7177	33,08				
	RCV 6	14/06/2018	16,52	16,52	16,52	16,52	32,85	32,85	32,81	32,84	0,50	214,34	6661	31,08				
PQ	PQ 1	15/06/2018	16,47	16,42	16,51	16,47	33,00	32,96	32,96	32,97	0,50	212,96	5542	26,02	27,00	4,3	68%	1,86
	PQ 2	15/06/2018	16,53	16,50	16,47	16,50	33,12	33,18	33,12	33,14	0,50	213,82	5657	26,46				
	PQ 3	15/06/2018	16,41	16,46	16,34	16,40	32,83	32,94	33,82	33,20	0,49	211,33	5820	27,54				
	PQ 4	15/06/2018	16,66	16,74	16,57	16,66	33,10	33,17	33,16	33,14	0,50	217,90	5466	25,08				
	PQ 5	15/06/2018	16,48	16,58	16,61	16,56	32,83	32,84	33,40	33,02	0,50	215,30	5771	26,80				
	PQ 6	15/06/2018	16,45	16,49	16,40	16,45	32,89	32,77	32,95	32,87	0,50	212,44	5981	28,15				
MC	MC 1	15/06/2018	16,40	16,52	16,44	16,45	33,18	33,22	33,26	33,22	0,50	212,62	9654	45,41	43,48	4,4	110%	0,85
	MC 2	15/06/2018	16,52	16,66	16,52	16,57	31,68	31,66	31,71	31,68	0,52	215,56	7512	34,85				
	MC 3	15/06/2018	16,72	16,85	16,75	16,77	32,35	32,32	32,34	32,34	0,52	220,97	9574	43,33				
	MC 4	15/06/2018	16,51	16,71	16,44	16,55	32,37	33,02	33,03	32,81	0,50	215,21	8100	37,64				
	MC 5	15/06/2018	16,45	16,65	16,42	16,51	33,43	33,37	33,53	33,44	0,49	214,00	7431	34,72				
	MC 6	15/06/2018	16,41	16,62	16,51	16,51	33,23	33,18	33,22	32,81	0,50	214,17	8931	41,70				

Tabela 34 - Resultados do ensaio de resistência à compressão para o Índice de Atividade Pozolânica aos 28 dias

RESULTADOS ENSAIO IAP - 28 DIAS																		
Mistura	Amostra	Moldagem	D1	D2	D3	Média	H1	H2	H3	Média	Rel	Área	Carga	Resistência	Média	DRM	IAP	DP
			(mm)	(mm)	(mm)	D	(mm)	(mm)	(mm)	H	d/h	(mm <sup>2</sup> )	(N)	(MPa)	(MPa)	(%)		
CP	CP 1	14/06/2018	16,66	16,6	16,62	16,63	32,29	32,39	32,34	32,34	0,51	217,12	4744	21,85	43,7	2,3	-	0,99
	CP 2	14/06/2018	16,55	16,61	16,62	16,59	33,1	33,16	33,16	33,14	0,5	216,25	10354	47,88				
	CP 3	14/06/2018	16,59	16,58	16,55	16,57	33,18	33,17	33,29	33,21	0,5	215,73	9209	42,69				
	CP 4	14/06/2018	16,65	16,79	16,66	16,7	32,14	32,29	32,25	32,23	0,52	219,04	8206	37,46				
	CP 5	14/06/2018	16,53	16,52	16,51	16,52	34,28	34,37	34,41	34,35	0,48	214,34	9573	44,66				
	CP 6	14/06/2018	16,88	16,98	17	16,95	33,16	33,11	33,14	33,14	0,51	225,74	9877	43,75				
RCV	RCV 1	14/06/2018	16,65	16,51	16,49	16,55	33,96	34,05	34,15	34,05	0,49	215,12	11069	51,45	49,86	4,9	114%	1,81
	RCV 2	14/06/2018	16,44	16,42	16,41	16,42	33,46	33,4	33,57	33,48	0,49	211,84	10041	47,4				
	RCV 3	14/06/2018	16,6	16,6	16,71	16,64	33,3	33,45	33,47	33,41	0,5	217,38	7990	36,76				
	RCV 4	14/06/2018	16,53	16,51	16,69	16,58	33,08	33,08	33,11	33,09	0,5	215,82	10994	50,94				
	RCV 5	14/06/2018	16,56	16,55	16,57	16,56	34,07	34,11	34,07	34,08	0,49	215,38	10696	49,66				
	RCV 6	14/06/2018	16,59	16,52	16,69	16,6	33,06	33,11	33,09	33,09	0,5	216,42	7734	35,74				
PQ	PQ 1	15/06/2018	16,59	16,58	16,57	16,58	33,57	33,35	33,38	33,43	0,5	215,9	7233	33,5	32,55	5,4	74%	2,93
	PQ 2	15/06/2018	16,66	16,69	16,7	16,68	33,03	33,09	33,17	33,1	0,5	218,6	7356	33,65				
	PQ 3	15/06/2018	16,57	16,54	16,6	16,57	33,1	33,11	33,15	33,12	0,5	215,64	7321	33,95				
	PQ 4	15/06/2018	16,74	16,74	16,76	16,75	32,93	32,97	33,03	32,98	0,51	220,27	6784	30,8				
	PQ 5	15/06/2018	16,67	16,74	16,89	16,77	32,9	32,94	33,07	32,97	0,51	220,79	6816	30,87				
	PQ 6 *	15/06/2018	16,65	16,73	16,51	16,63	33,49	33,56	33,52	33,52	0,5	217,21	-	-				
MC	MC 1	15/06/2018	16,42	16,41	16,38	16,4	33,75	33,6	33,65	33,67	0,49	211,33	10162	48,09	52,88	-5,6	121%	1,58
	MC 2	15/06/2018	16,56	16,67	16,67	16,63	32,47	32,57	32,5	32,51	0,51	217,29	12585	57,92				
	MC 3	15/06/2018	16,53	16,51	16,58	16,54	33,65	33,77	33,68	33,7	0,49	214,86	11346	52,81				
	MC 4	15/06/2018	16,44	16,69	16,47	16,53	33,67	33,66	33,7	33,68	0,49	214,69	9795	45,62				
	MC 5	15/06/2018	16,54	16,55	16,58	16,56	33,65	33,62	33,56	33,61	0,49	215,3	12023	55,84				
	MC 6	15/06/2018	16,55	16,53	16,66	16,58	33,48	33,56	33,68	33,68	0,49	215,9	10793	49,99				

## RESULTADOS ENSAIO IAP - 91 DIAS

Mistura	Amostra	Moldagem	D1	D2	D3	Média	H1	H2	H3	Média	Rel	Área	Carga	Resistência	Média	DRM	IAP	DP
			(mm)	(mm)	(mm)	D	(mm)	(mm)	(mm)	H	d/h	(mm <sup>2</sup> )	(N)	(MPa)	(MPa)	(%)	(%)	(MPa)
CP	CP 1	14/06/2018	16,3	16,31	16,3	16,303	34,06	34,04	34,13	34,077	0,48	208,76	9340	44,74	52,84	6,0	-	1,66
	CP 2	14/06/2018	16,56	16,58	16,62	16,587	31,94	31,96	31,97	31,957	0,52	216,08	10689	49,47				
	CP 3	14/06/2018	16,60	16,58	16,59	16,59	33,04	33,14	33,05	33,08	0,50	216,16	11500	53,20				
	CP 4	14/06/2018	16,45	16,46	16,49	16,47	32,42	32,42	33,39	32,74	0,50	212,96	11362	53,35				
	CP 5	14/06/2018	16,48	16,49	16,52	16,50	31,15	31,19	31,20	31,18	0,53	213,74	11977	56,04				
	CP 6	14/06/2018	16,57	16,51	16,39	16,49	33,61	33,74	33,70	33,68	0,49	213,57	11134	52,13				
RCV	RCV 1	14/06/2018	16,48	16,50	16,51	16,50	33,01	33,06	33,14	33,07	0,50	213,74	11492	53,77	53,89	5,6	102	1,50
	RCV 2	14/06/2018	16,56	16,52	16,60	16,56	32,32	32,02	32,07	32,14	0,52	215,38	11135	51,70				
	RCV 3	14/06/2018	16,65	16,58	16,53	16,59	32,53	32,55	32,56	32,55	0,51	216,08	13204	61,11				
	RCV 4	14/06/2018	16,87	16,77	16,72	16,79	32,87	32,81	32,79	32,82	0,51	221,32	13113	59,25				
	RCV 5	14/06/2018	16,38	16,39	16,39	16,39	31,92	31,92	31,90	31,91	0,51	210,90	12748	60,45				
	RCV 6	14/06/2018	16,67	16,67	16,68	16,67	32,15	32,20	32,22	32,19	0,52	218,34	11103	50,85				
PQ	PQ 1	15/06/2018	16,51	16,77	16,77	16,68	32,23	32,19	32,09	32,17	0,52	218,60	7315	33,463	33,63	5,8	64	1,27
	PQ 2	15/06/2018	16,49	16,51	16,60	16,53	32,88	32,94	32,90	32,91	0,50	214,69	7380	34,375				
	PQ 3	15/06/2018	16,33	16,54	16,63	16,50	33,11	33,14	33,13	33,13	0,50	213,82	6351	29,702				
	PQ 4	15/06/2018	16,33	16,37	16,34	16,35	33,11	33,03	33,08	33,07	0,49	209,87	6647	31,672				
	PQ 5	15/06/2018	16,43	16,57	16,58	16,53	33,12	33,01	33,01	33,05	0,50	214,52	7521	35,060				
	PQ 6	15/06/2018	16,46	16,63	16,47	16,52	32,35	32,15	32,15	32,22	0,51	214,34	7197	33,577				
MC	MC 1	15/06/2018	16,57	16,68	16,62	16,62	33,25	33,25	33,28	33,26	0,50	217,03	11843	54,57	54,95	6,0	104	3,11
	MC 2	15/06/2018	16,40	16,47	16,58	16,48	33,53	33,57	33,60	33,57	0,49	213,39	7116	33,35				
	MC 3	15/06/2018	16,55	16,55	16,55	16,55	33,44	33,48	33,49	33,47	0,49	215,12	11199	52,06				
	MC 4	15/06/2018	16,54	16,56	16,54	16,55	33,46	33,41	33,40	33,42	0,50	215,04	7846	36,49				
	MC 5	15/06/2018	16,61	16,50	16,61	16,57	33,61	33,60	33,57	33,59	0,49	215,73	12563	58,23				
	MC 6	15/06/2018	16,44	16,43	16,44	16,44	33,30	33,26	33,35	33,42	0,49	212,19	9376	44,19				

## APÊNDICE G – BASE DE DADOS PARA DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Tabela 35 – Base de dados utilizado para a interpretação dos difratogramas

<b>Composição Química</b>	<b>ICSD Code</b>	<b>Referência Bibliográfica</b>
Alite M3	94742	De La Torre et al. (2002)
Belite $\alpha$	81096	Mumme et al. (1995)
C <sub>3</sub> A Cubico	1841	Mondal e Jeffery (1975)
C <sub>3</sub> A ortorrombico	1880	Nishi e Takeuchi (1975)
C <sub>3</sub> A monoclinico	100221	Takeuchi, Nishi e Maki (1980)
Ferrite/Brownillerite	98839	Redhammer, Tippelt, Roth e Amthauer (2004)
Ferrite	98836	Redhammer, Tippelt, Roth e Amthauer (2004)
Ferrite	98830	Redhammer, Tippelt, Roth e Amthauer (2004)
$\alpha$ -Quartz	174	Redhammer, Tippelt, Roth e Amthauer (2004)
Calcite	73446	Maslen, Streltsov, Streltsova (1993)
Portlandite	202220	Chaix-Pluchery et al. (1987)
Etringite	155395	Goetz-Neunhoeffler e Neubauer (2006)
Straetlingite	69413	Rinaldi, Sacerdoti e Passaglia (1990)
Moncarboaluminato	59327	Francois, Renaudin e Evrard (1998)
Hemicarboaluminato	263124	Runcevski et al. (2012)

Fonte: modificado de Snellings (2016).



## APÊNDICE H – RESULTADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DE IAP-P

A Tabela 36, a Tabela 37 e a Tabela 38 apresentam os resultados da análise estatísticas dos resultados de resistência mecânica do ensaio da NBR 5752 (ABNT, 2014). Na Tabela 38, os valores acima da diagonal são os p-valores e abaixo da diagonal correspondem Q-valor. Considera-se que a diferença é significativa estatisticamente quando o p-valor menor que 0,05, estes valores estão destacados em vermelho.

Tabela 36 – Teste de normalidade dos resultados de resistência à compressão do IAP-P

Idade	Grupo	N	Shapiro-Wilk	
			W	p(normal)
7 dias	CP	5	0,8541	0,2079
	RCV	6	0,8654	0,2087
	MC	3	0,9951	0,8665
	PQ	5	0,967	0,856
28 dias	CP	3	0,9981	0,9161
	RCV	4	0,9174	0,5226
	MC	3	0,9996	0,9604
	PQ	5	0,7676	0,04294
91 dias	CP	5	0,966	0,8491
	RCV	4	0,8747	0,3166
	MC	5	0,9886	0,7953
	PQ	3	0,9051	0,402

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 37 – ANOVA dos resultados de resistência à compressão do IAP-P

	SQ	gl	MQ	F	Valor P
<b>Entre grupos</b>	4617,94	11	419,813	98,59	6,01E-24
<b>Dentro de grupos</b>	157,552	37	4,25815		
<b>Total</b>	4775,49	48			

SQ=soma dos quadrados | gl=grau de liberdade | MQ = média dos quadrado

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 38 – Teste Tukey dos resultados de resistência à compressão do IAP-P

	CP			RCV			MC			PQ		
	7dias	28dias	91dias	7dias	28dias	91dias	7dias	28dias	91dias	7dias	28dias	91dias
<b>CP 7dias</b>		0,2833	2,37E-10	2,81E-05	5,96E-07	1,44E-10	0,3609	9,51E-09	2,05E-10	6,21E-10	0,000188	0
<b>CP 28dias</b>	3,767		3,02E-05	9,58E-08	0,01688	8,78E-06	1	0,000198	4,59E-06	1,63E-11	5,21E-07	0,000338
<b>CP 91dias</b>	14,25	8,575		0	0,9997	0,9997	1,93E-05	1	0,9555	0	0	1,59E-12
<b>RCV 7dias</b>	8,608	11,26	23,49		0	0	1,50E-07	0	0	0,01097	1	0,7647
<b>RCV 28dias</b>	10,14	5,53	3,04	18,88		2,38E-01	0,0116	0,7431	0,09069	0	2,29E-13	1,02E-09
<b>RCV 91dias</b>	14,51	9,146	1,077	23,16	3,906		5,73E-06	0,9999	0,9999	0	0	1,04E-11
<b>MC 7dias</b>	3,56	0,1847	8,782	11,05	5,727	9,343		0,000133	3,08E-06	2,39E-11	8,09E-07	0,000501
<b>MC 28dias</b>	12,38	7,705	0,03941	20,16	2,708	0,9085	7,89E+00		0,9827	0	0	4,26E-11
<b>MC 91dias</b>	14,33	9,446	1,985	22,17	4,568	0,9519	9,63E+00	1,74		0	0	1,62E-12
<b>PQ 7dias</b>	13,75	15,68	28	5,756	23,36	27,48	1,55E+01	24,29	26,24		0,00649	0,000427
<b>PQ 28dias</b>	7,728	10,46	21,98	0,5365	17,68	21,8	1,03E+01	19,07	21,02	6,025		0,9302
<b>PQ 91dias</b>	4,566	7,454	16,91	2,656	13,5	17,11	7,27E+00	15,16	16,9	7,344	2,13E+00	

Fonte: elaborado pela autora.

## **APÊNDICE I - RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO DOS CIMENTOS TERNÁRIOS**

Neste capítulo serão apresentados os resultados de resistência à compressão, desvio relativo máximo (DRM) e o desvio padrão (DP) obtidos das pastas referência e de cimentos ternários. As amostras em cinza foram excluídas da amostragem, pois os resultados estão fora do desvio padrão estabelecido pela NBR 7125 (ABNT, 2019). As amostras com asterisco vermelho (\*) não tiveram a resistência testada, pois quebraram durante a retifica das arestas.

Tabela 39 – Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários a 1 dia

Cimento	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 1 DIA											Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)				
CP	CP 1	16,560	16,530	16,490	16,527	33,410	33,570	33,510	33,497	0,49	214,516	840	3,92	4,25	6,1	0,22
	CP 2	16,610	16,580	16,530	16,573	32,890	32,900	32,870	32,887	0,50	215,730	793	3,68			
	CP 3	16,710	16,710	16,690	16,703	32,230	32,320	32,310	32,287	0,52	219,127	833	3,80			
	CP 4	16,540	16,550	16,540	16,543	33,410	33,100	33,110	33,207	0,50	214,949	859	4,00			
	CP 5	16,770	16,720	16,720	16,737	33,000	33,020	33,030	33,017	0,51	220,003	967	4,40			
	CP 6	16,710	16,610	16,610	16,643	32,580	32,590	33,000	32,723	0,51	217,556	951	4,37			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,720	16,750	16,730	16,733	33,760	33,740	33,760	33,753	0,50	219,915	804	3,66	4,65	5,4	0,22
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,610	16,610	16,610	16,610	33,140	33,000	33,070	33,070	0,50	216,685	1028	4,74			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,670	16,690	16,670	16,677	33,270	33,290	33,250	33,270	0,50	218,428	960	4,40			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,990	16,940	16,950	16,960	33,610	33,610	33,600	33,607	0,50	225,913	754	3,34			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,670	16,690	16,640	16,667	33,620	33,590	33,530	33,580	0,50	218,166	1048	4,80			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,630	16,620	16,590	16,613	33,280	33,200	33,300	33,260	0,50	216,772	762	3,52			
PQ30R	PQ30R 1	16,460	16,490	16,470	16,473	33,180	33,170	33,230	33,193	0,50	213,134	730	3,43	3,30	4,9	0,15
	PQ30R 2	16,510	16,500	16,500	16,503	33,220	33,250	33,230	33,233	0,50	213,911	671	3,14			
	PQ30R 3	16,460	16,460	16,490	16,470	32,130	32,100	32,170	32,133	0,51	213,048	559	2,62			
	PQ30R 4	16,340	16,440	16,470	16,417	33,930	33,820	33,850	33,867	0,48	211,670	362	1,71			
	PQ30R 5	16,500	16,510	16,500	16,503	33,19	33,170	33,480	33,280	0,50	213,911	714	3,34			
	PQ30R 6	16,540	16,550	16,500	16,530	33,570	33,650	33,610	33,610	0,49	214,603	399	1,86			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,480	16,470	16,62	16,523	33,310	33,350	33,370	33,343	0,50	214,430	1131	5,27	5,12	4,1	0,14
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,450	16,410	16,490	16,450	32,960	32,960	32,960	32,960	0,50	212,531	1075	5,06			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,450	16,410	16,490	16,450	32,640	32,580	32,640	32,620	0,50	212,531	1043	4,91			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,550	16,360	16,360	16,423	32,880	32,840	32,920	32,880	0,50	211,842	1090	5,15			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,430	16,460	16,680	16,523	32,660	32,660	32,750	32,690	0,51	214,430	1114	5,20			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,460	16,750	16,790	16,667	32,960	32,98	33,020	32,880	0,51	218,166	888	4,07			

RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 1 DIA																
Mistura	Amostra	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
PQ30M	PQ30M 1	16,480	16,480	16,510	16,490	33,170	33,190	33,180	32,690	0,50	213,566	1296	6,07	6,41	5,4	0,51
	PQ30M 2	16,250	16,250	16,330	16,277	32,930	32,930	33,010	32,957	0,49	208,075	1452	6,98			
	PQ30M 3	16,320	16,390	16,380	16,363	33,110	33,120	33,210	33,147	0,49	210,297	1464	6,96			
	PQ30M 4	16,390	16,390	16,360	16,380	32,680	32,640	32,680	32,667	0,50	210,726	1205	5,72			
	PQ30M 5	16,27	16,250	16,240	16,253	32,770	32,730	32,740	32,747	0,50	207,479	1368	6,59			
	PQ30M 6	16,650	16,650	16,650	16,650	32,320	32,340	32,330	32,330	0,52	217,730	1343	6,17			
PQ45	PQ45 1	16,150	16,160	16,120	16,143	32,740	32,800	38,880	34,807	0,46	204,680	334	1,63	2,31	5,5	0,11
	PQ45 2	16,270	16,310	16,490	16,357	32,310	32,220	32,160	32,230	0,51	210,126	472	2,25			
	PQ45 3	16,080	16,130	16,180	16,130	32,690	32,700	32,680	32,690	0,49	204,342	468	2,29			
	PQ45 4	16,360	16,360	16,380	16,367	31,840	31,850	31,950	31,880	0,51	210,383	460	2,19			
	PQ45 5	16,08	16,130	16,170	16,127	33,070	33,190	33,120	33,127	0,49	204,258	497	2,43			
	PQ45 6	16,130	16,160	16,240	16,177	31,230	31,280	31,320	31,277	0,52	205,527	495	2,41			

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 40 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 3 dias

Mistura	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 3 DIAS														
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
CP	CP 1	16,310	16,480	16,330	16,373	33,950	33,950	33,960	33,953	0,48	210,554	5639	26,78	28,21	6,0	1,29
	CP 2	16,330	16,410	16,290	16,343	33,080	33,100	33,800	33,327	0,49	209,783	6271	29,89			
	CP 3	16,420	16,380	16,480	16,427	32,870	32,810	32,840	32,840	0,50	211,928	5788	27,31			
	CP 4	16,590	16,510	16,430	16,510	32,930	32,950	32,990	32,957	0,50	214,084	5801	27,10			
	CP 5	16,660	16,630	16,530	16,607	33,040	33,050	33,180	33,090	0,50	216,598	6183	28,55			
	CP 6	16,460	16,570	16,510	16,513	33,460	33,450	33,720	33,543	0,49	214,170	3852	17,99			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,650	16,630	16,660	16,647	33,080	33,070	33,080	33,077	0,50	217,643	3581	16,45	16,36	5,2	0,46
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,620	16,510	16,510	16,547	32,820	32,870	33,960	33,217	0,50	215,036	3644	16,95			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,340	16,450	16,300	16,363	33,210	33,210	33,210	33,210	0,49	210,297	3464	16,47			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,450	16,400	16,360	16,403	32,700	32,730	32,740	32,723	0,50	211,327	3279	15,52			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,630	16,640	16,690	16,653	32,990	32,960	33,130	33,027	0,50	217,817	3568	16,38			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,610	16,750	16,730	16,697	32,500	32,550	32,570	32,540	0,51	218,952	3590	16,40			
PQ30R	PQ30R 1	16,680	16,660	16,750	16,697	32,530	32,370	32,330	32,410	0,52	218,952	3209	14,66	14,86	5,5	0,60
	PQ30R 2	16,880	16,920	17,020	16,940	33,240	33,150	33,260	33,217	0,51	225,381	3088	13,70			
	PQ30R 3	16,770	16,670	16,930	16,790	32,750	32,730	32,800	32,760	0,51	221,407	3354	15,15			
	PQ30R 4	16,510	16,480	16,540	16,510	32,890	32,920	32,820	32,877	0,50	214,084	3358	15,69			
	PQ30R 5	16,79	16,810	16,920	16,840	33,45	33,480	33,470	33,467	0,50	222,728	3284	14,74			
	PQ30R 6	16,640	16,940	16,830	16,803	32,710	32,710	32,760	32,727	0,51	221,759	3121	14,07			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,480	16,470	16,62	16,523	33,310	33,350	33,370	33,343	0,50	214,430	4144	19,33	19,93	5,5	0,95
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,450	16,410	16,490	16,450	32,960	32,960	32,960	32,960	0,50	212,531	3864	18,18			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,450	16,410	16,490	16,450	32,640	32,580	32,640	32,620	0,50	212,531	4469	21,03			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,550	16,360	16,360	16,423	32,880	32,840	32,920	32,880	0,50	211,842	4649	21,95			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,430	16,460	16,680	16,523	32,660	32,660	32,750	32,690	0,51	214,430	3793	17,69			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,460	16,750	16,790	16,667	32,960	32,98	33,020	32,880	0,51	218,166	4239	19,43			

<b>RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 3 DIAS</b>																
Mistura	Amostra	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
PQ30M	PQ30M 1	16,480	16,480	16,510	16,490	33,170	33,190	33,180	32,957	0,50	213,566	4647	21,76	21,84	4,6	0,61
	PQ30M 2	16,250	16,250	16,330	16,277	32,930	32,930	33,010	32,957	0,49	208,075	4635	22,28			
	PQ30M 3	16,320	16,390	16,380	16,363	33,110	33,120	33,210	33,147	0,49	210,297	4696	22,33			
	PQ30M 4	16,390	16,390	16,360	16,380	32,680	32,640	32,680	32,667	0,50	210,726	4637	22,00			
	PQ30M 5	16,27	16,250	16,240	16,253	32,770	32,730	32,740	32,747	0,50	207,479	4321	20,83			
	PQ30M 6	16,650	16,650	16,650	16,650	32,320	32,340	32,330	32,330	0,52	217,730	4351	19,98			
PQ45	PQ45 1	16,460	16,450	16,360	16,423	33,010	33,020	33,070	33,033	0,50	211,842	2811	13,27	12,62	5,1	0,47
	PQ45 2	16,370	16,330	16,270	16,323	31,990	31,820	31,890	31,900	0,51	209,270	2590	12,38			
	PQ45 3	16,260	16,310	16,360	16,310	32,080	32,050	32,070	32,067	0,51	208,929	2748	13,15			
	PQ45 4	16,290	16,390	16,370	16,350	33,380	33,390	33,690	33,487	0,49	209,955	2605	12,41			
	PQ45 5	16,62	16,640	16,630	16,630	32,620	32,720	32,670	32,670	0,51	217,207	2693	12,40			
	PQ45 6	16,280	16,200	16,360	16,280	33,150	33,150	33,180	33,160	0,49	208,161	2525	12,13			

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 41 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 7 dias

Mistura	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 7 DIAS														
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
CP	CP 1	16,350	16,360	16,400	16,370	32,600	32,630	32,610	32,613	0,50	210,469	8220	39,06	37,35	6,0	2,31
	CP 2	16,480	16,530	16,450	16,487	33,580	33,470	33,490	33,513	0,49	213,479	8613	40,35			
	CP 3	16,410	16,410	16,480	16,433	34,700	34,680	34,810	34,730	0,47	212,100	8397	39,59			
	CP 4															
	CP 5	16,400	16,350	16,360	16,370	33,830	33,820	33,750	33,800	0,48	210,469	7519	35,73			
	CP 6	16,320	16,310	16,320	16,317	32,050		32,080	32,065	0,51	209,099	7324	35,03			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,470	16,550	16,600	16,540	32,420	32,440	32,430	32,430	0,51	214,863	5938	27,64	28,08	5,2	1,22
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,390	16,500	16,530	16,473	31,740	31,730	31,750	31,740	0,52	213,134	6544	30,70			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,540	16,650	16,860	16,683	32,290	32,170	32,140	32,200	0,52	218,603	5995	27,42			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,710	16,530	16,650	16,630	33,330	33,380	33,370	33,360	0,50	217,207	6349	29,23			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,580	16,610	16,500	16,563	33,270	33,170	33,150	33,197	0,50	215,469	6350	29,47			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,340	16,530	16,400	16,423	33,100	33,050	33,140	33,097	0,50	211,842	5641	26,63			
PQ30R	PQ30R 1	16,620	16,650	16,550	16,607	33,010	32,950	32,890	32,950	0,50	216,598	5231	24,15	24,63	2,8	0,58
	PQ30R 2	16,560	16,610	16,490	16,553	33,150	33,200	33,170	33,173	0,50	215,209	5356	24,89			
	PQ30R 3	16,680	16,580	16,530	16,597	32,980	32,910	32,880	32,923	0,50	216,337	5480	25,33			
	PQ30R 4	16,500	16,530	16,490	16,507	32,900	32,820	32,810	32,843	0,50	213,997	5172	24,17			
	PQ30R 5	16,8	16,750	16,720	16,757	33,32	33,370	33,250	33,313	0,50	220,529	4881	22,13			
	PQ30R 6	16,580	16,530	16,610	16,573	32,600	32,660	32,560	32,607	0,51	215,730	4331	20,08			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,390	16,680	16,560	16,543	33,420	33,420	33,43	33,423	0,49	214,949	8568	39,86	43,23	4,4	1,34
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,490	16,510	16,290	16,430	33,040	33,170	33,220	33,143	0,50	212,014	9368	44,19			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,680	16,770	16,630	16,693	32,350	32,350	32,410	32,370	0,52	218,865	9043	41,32			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,370	16,420	16,370	16,387	32,110	32,120	32,160	32,130	0,51	210,897	9002	42,68			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,540	16,600	16,570	16,570	33,650	33,600	33,640	33,630	0,49	215,643	9654	44,77			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,440	16,430	16,460	16,443	31,450	31,59	31,620	32,130	0,51	212,358	9177	43,21			



<b>RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 7 DIAS</b>																
<b>Mistura</b>	<b>Amostra</b>	<b>D1 (mm)</b>	<b>D2 (mm)</b>	<b>D3 (mm)</b>	<b>Média D</b>	<b>H1 (mm)</b>	<b>H2 (mm)</b>	<b>H3 (mm)</b>	<b>Média H</b>	<b>Rel h/D</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga (N)</b>	<b>Resistência (MPa)</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>DRM (%)</b>	<b>DP (MPa)</b>
PQ30M	PQ30M 1	16,390	16,260	16,340	16,330	32,150	32,070	32,140	32,120	0,51	209,441	6268	29,93	28,53	4,9	1,21
	PQ30M 2	16,480	16,490	16,410	16,460	31,340	31,290	31,280	31,303	0,53	212,789	5929	27,86			
	PQ30M 3	16,250	16,210	16,190	16,217	32,840	32,710	32,700	32,750	0,50	206,544	5741	27,80			
	PQ30M 4	16,430	16,460	16,430	16,440	31,810	31,970	31,970	31,917	0,52	212,272	7702	36,28			
	PQ30M 5	16,52	16,510	16,430	16,487	33,460	33,360	33,410	33,410	0,49	213,479	5116	23,96			
	PQ30M 6	16,760	16,800	16,790	16,783	33,580	33,580	33,690	33,617	0,50	221,231	7792	35,22			
PQ45	PQ45 1	16,920	16,790	16,960	16,890	32,960	32,470	33,130	32,853	0,51	224,052	3780	16,87	17,81	5,3	0,91
	PQ45 2	16,620	16,610	16,670	16,633	33,420	32,710	33,420	33,183	0,50	217,294	4014	18,47			
	PQ45 3															
	PQ45 4	16,430	16,570	16,550	16,517	32,240	32,470	32,330	32,347	0,51	214,257	4056	18,93			
	PQ45 5	16,6	16,690	16,680	16,657	32,710	32,750	32,700	32,720	0,51	217,904	3694	16,95			
	PQ45 6	16,900	16,820	16,640	16,787	33,340	33,540	33,470	33,450	0,50	221,319	3949	17,84			

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 42 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 28 dias

Mistura	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 28 DIAS														
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
CP	CP 1	16,580	16,630	16,580	16,597	31,200	31,150	31,320	31,223	0,53	216,337	8607	39,79	45,61	1,2	0,47
	CP 2	16,590	16,600	16,560	16,583	31,910	32,000	31,880	31,930	0,52	215,990	9969	46,15			
	CP 3	16,620	16,610	16,440	16,557	32,130	32,200	32,040	32,123	0,52	215,296	10858	50,43			
	CP 4	16,650	16,720	16,620	16,663	32,340	32,370	32,430	32,380	0,51	218,079	9997	45,84			
	CP 5	16,580	16,560	16,340	16,493	30,920	30,950	30,970	30,947	0,53	213,652	9646	45,15			
	CP 6	16,840	16,880	16,800	16,840	32,330	32,280	32,330	32,313	0,52	222,728	10089	45,30			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,180	16,160	16,170	16,170	32,920	32,960	32,990	32,957	0,49	205,357	6903	33,61	42,98	4,0	1,36
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,360	16,370	16,480	16,403	32,990	33,050	33,050	33,030	0,50	211,327	8278	39,17			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,400	16,480	16,360	16,413	33,570	33,590	33,650	33,603	0,49	211,584	9125	43,13			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,490	16,500	16,490	16,493	33,350	33,390	33,350	33,363	0,49	213,652	8842	41,39			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,560	16,480	16,440	16,493	31,410	31,460	31,440	31,437	0,52	213,652	9546	44,68			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,640	16,570	16,620	16,610	32,950	33,040	33,070	33,020	0,50	216,685	9258	42,73			
PQ30R	PQ30R 1	16,800	16,880	16,800	16,827	32,030	32,190	32,120	32,113	0,52	222,375	5598	25,17	37,78	0,7	0,23
	PQ30R 2	16,300	16,390	16,410	16,367	32,490	32,490	32,600	32,527	0,50	210,383	8003	38,04			
	PQ30R 3	16,500	16,480	16,490	16,490	32,940	32,710	32,730	32,793	0,50	213,566	8033	37,61			
	PQ30R 4	16,340	16,380	16,300	16,340	31,670	31,670	31,680	31,673	0,52	209,698	6906	32,93			
	PQ30R 5	16,28	16,350	16,260	16,297	32,56	32,520	32,550	32,543	0,50	208,587	7860	37,68			
	PQ30R 6	16,520	16,510	16,530	16,520	32,550	32,600	32,710	32,620	0,51	214,343	8846	41,27			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,180	16,160	16,170	16,170	32,860	32,920	32,89	32,890	0,49	205,357	9257	45,08	61,12	4,1	2,30
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,360	16,370	16,480	16,403	33,610	33,710	33,680	33,667	0,49	211,327	12483	59,07			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,400	16,480	16,360	16,413	32,680	32,680	32,920	32,760	0,50	211,584	13457	63,60			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,490	16,500	16,490	16,493	33,090	33,010	33,020	33,040	0,50	213,652	12056	56,43			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,560	16,480	16,440	16,493	33,230	33,200	33,320	33,250	0,50	213,652	12969	60,70			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,640	16,570	16,620	16,610	33,240	33,23	33,200	33,040	0,50	216,685	11319	52,24			

RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 28 DIAS																
Mistura	Amostra	D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
PQ30M	PQ30M 1	16,520	16,500	16,540	16,520	32,020	32,070	32,170	32,087	0,51	214,343	9643	44,99	42,74	5,3	3,61
	PQ30M 2	16,770	16,660	16,510	16,647	31,850	31,890	31,840	31,860	0,52	217,643	9720	44,66			
	PQ30M 3	16,410	16,410	16,420	16,413	32,480	32,610	32,490	32,527	0,50	211,584	8161	38,57			
	PQ30M 4	16,580	16,580	16,510	16,557	32,740	32,760	32,850	32,783	0,51	215,296	7921	36,79			
	PQ30M 5	16,59	16,540	16,530	16,553	32,670	32,740	32,670	32,693	0,51	215,209	7096	32,97			
	PQ30M 6	16,480	16,340	16,320	16,380	32,840	32,870	32,870	32,860	0,50	210,726	7984	37,89			
PQ45	PQ45 1	16,510	16,500	16,530	16,513	33,180	33,280	33,180	33,213	0,50	214,170	3811	17,79	22,83	3,0	1,08
	PQ45 2	16,230	16,300	16,320	16,283	33,080	33,040	33,110	33,077	0,49	208,246	4895	23,51			
	PQ45 3	16,570	16,640	16,640	16,617	31,620	31,580	31,630	31,610	0,53	216,859	4878	22,49			
	PQ45 4	16,400	16,430	16,420	16,417	32,130	36,280	32,120	33,510	0,49	211,670	4787	22,62			
	PQ45 5	16,56	16,640	16,580	16,593	32,850	32,830	32,830	32,837	0,51	216,251	4524	20,92			
	PQ45 6	16,610	16,560	16,690	16,620	33,090	33,140	33,110	33,113	0,50	216,946	4922	22,69			

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 43 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 56 dias

Mistura	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 56 DIAS														
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
CP	CP 1	16,340	16,380	16,340	16,353	32,830	32,670	32,610	32,703	0,50	210,040	7145	34,02	54,42	3,5	1,65
	CP 2	16,570	16,680	16,540	16,597	32,770	32,710	32,720	32,733	0,51	216,337	9724	44,95			
	CP 3	16,500	16,430	16,480	16,470	32,890	32,940	32,880	32,903	0,50	213,048	11192	52,53			
	CP 4	16,550	16,590	16,530	16,557	33,210	33,190	33,350	33,250	0,50	215,296	11965	55,57			
	CP 5	16,480	16,580	16,550	16,537	32,410	32,470	32,610	32,497	0,51	214,776	11843	55,14			
	CP 6	16,380	16,450	16,530	16,453	32,680	32,620	32,680	32,660	0,50	212,617	10616	49,93			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,540	16,450	16,450	16,480	32,090	32,090	32,080	32,087	0,51	213,307	11183	52,43	51,97	4,7	1,87
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,220	16,200	16,200	16,207	32,990	32,980	33,070	33,013	0,49	206,290	9867	47,83			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,370	16,430	16,380	16,393	33,030	33,080	33,010	33,040	0,50	211,069	10582	50,14			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,320	16,500	16,480	16,433	33,140	33,190	33,170	33,167	0,50	212,100	10804	50,94			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,170	16,200	16,300	16,223	32,880	32,880	32,910	32,890	0,49	206,714	9046	43,76			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,270	16,240	16,220	16,243	32,980	32,990	32,960	32,977	0,49	207,224	11272	54,40			
PQ30R	PQ30R 1	16,370	16,420	16,490	16,427	32,910	33,010	32,990	32,970	0,50	211,928	10187	48,07	48,48	4,4	1,65
	PQ30R 2	16,540	16,560	16,400	16,500	33,110	33,140	33,150	33,133	0,50	213,825	10721	50,14			
	PQ30R 3	16,600	16,620	16,660	16,627	33,240	32,930	32,780	32,983	0,50	217,120	10066	46,36			
	PQ30R 4	16,400	16,410	16,370	16,393	32,880	33,270	33,360	33,170	0,49	211,069	10417	49,35			
	PQ30R 5	16,420	16,530	16,410	16,453	32,94	32,720	32,800	32,820	0,50	212,617	8706	40,95			
	PQ30R 6	16,610	16,640	16,580	16,610	33,810	32,980	33,910	33,567	0,49	216,685	9242	42,65			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,490	16,390	16,400	16,427	32,960	32,970	32,96	32,963	0,50	211,928	13511	63,75	69,51	3,0	1,49
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,260	16,300	16,160	16,240	33,050	33,090	33,120	33,087	0,49	207,139	14413	69,58			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,380	16,370	16,410	16,387	32,970	32,970	32,930	32,957	0,50	210,897	12931	61,31			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,510	16,590	16,510	16,537	33,000	33,030	32,960	32,997	0,50	214,776	14765	68,75			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,440	16,440	16,410	16,430	32,620	32,610	32,700	32,643	0,50	212,014	15174	71,57			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,350	16,340	16,440	16,377	33,420	33,44	33,370	33,410	0,49	210,640	14356	68,15			

<b>RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 56 DIAS</b>																
<b>Mistura</b>	<b>Amostra</b>	<b>D1 (mm)</b>	<b>D2 (mm)</b>	<b>D3 (mm)</b>	<b>Média D</b>	<b>H1 (mm)</b>	<b>H2 (mm)</b>	<b>H3 (mm)</b>	<b>Média H</b>	<b>Rel h/D</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga (N)</b>	<b>Resistência (MPa)</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>DRM (%)</b>	<b>DP (MPa)</b>
PQ30M	PQ30M 1	16,500	16,520	16,500	16,507	32,150	32,750	32,830	32,577	0,51	213,997	9190	42,94	48,18	5,7	2,60
	PQ30M 2	16,520	16,600	16,450	16,523	31,340	32,480	32,520	32,113	0,51	214,430	10713	49,96			
	PQ30M 3	16,420	16,460	16,480	16,453	32,840	33,080	32,980	32,967	0,50	212,617	10444	49,12			
	PQ30M 4	16,510	16,510	16,490	16,503	31,810	32,980	33,030	32,607	0,51	213,911	9471	44,28			
	PQ30M 5	16,58	16,710	16,500	16,597	33,460	32,790	32,840	33,030	0,50	216,337	9833	45,45			
	PQ30M 6	16,430	16,470	16,410	16,437	33,580	32,830	32,900	33,103	0,50	212,186	9496	44,75			
PQ45	PQ45 1	16,330	16,520	16,400	16,417	33,370	33,380	33,400	33,383	0,49	211,670	4713	22,27	23,42	4,9	0,86
	PQ45 2	16,440	16,490	16,470	16,467	33,910	33,870	33,980	33,920	0,49	212,962	5114	24,01			
	PQ45 3	16,620	16,590	16,620	16,610	32,760	32,880	32,780	32,807	0,51	216,685	5195	23,97			
	PQ45 4	16,680	16,670	16,750	16,700	33,200	33,300	33,280	33,260	0,50	219,040	4981	22,74			
	PQ45 5	16,45	16,320	16,370	16,380	32,990	32,990	32,920	32,967	0,50	210,726	4275	20,29			
	PQ45 6	16,590	16,710	16,640	16,647	33,310	33,320	33,350	33,327	0,50	217,643	5249	24,12			

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 44 - Resultados da resistência à compressão das pastas de cimento ternários aos 91 dias

Mistura	Amostra	RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 91 DIAS														
		D1 (mm)	D2 (mm)	D3 (mm)	Média D	H1 (mm)	H2 (mm)	H3 (mm)	Média H	Rel h/D	Área (mm <sup>2</sup> )	Carga (N)	Resistência (MPa)	Média (MPa)	DRM (%)	DP (MPa)
CP	CP 1	16,700	16,670	16,500	16,623	32,560	32,690	32,840	32,697	0,51	217,033	8422	38,81	51,20	6,0	2,13
	CP 2	16,740	16,690	16,590	16,673	32,710	32,750	32,850	32,770	0,51	218,341	10887	49,86			
	CP 3	16,590	16,610	16,580	16,593	32,700	32,670	32,800	32,723	0,51	216,251	12647	58,48			
	CP 4	16,800	16,750	16,750	16,767	32,780	32,770	32,770	32,773	0,51	220,792	10963	49,65			
	CP 5	16,640	16,520	16,440	16,533	32,870	32,870	32,910	32,883	0,50	214,689	11652	54,27			
	CP 6	16,830	16,830	16,760	16,807	32,560	32,560	32,580	32,567	0,52	221,847	11319	51,02			
LC <sup>3</sup> -R	LC <sup>3</sup> -R 1	16,640	16,700	16,420	16,587	32,570	32,560	32,470	32,533	0,51	216,077	11243	52,03	54,55	5,8	2,05
	LC <sup>3</sup> -R 2	16,700	16,740	16,760	16,733	32,890	32,870	32,910	32,890	0,51	219,915	11850	53,88			
	LC <sup>3</sup> -R 3	16,530	16,540	16,510	16,527	32,560	32,570	32,600	32,577	0,51	214,516	11663	54,37			
	LC <sup>3</sup> -R 4	16,170	16,160	16,170	16,167	32,910	32,990	33,020	32,973	0,49	205,273	11241	54,76			
	LC <sup>3</sup> -R 5	16,470	16,460	16,450	16,460	34,230	34,230	34,260	34,240	0,48	212,789	12280	57,71			
	LC <sup>3</sup> -R 6	16,530	16,610	16,560	16,567	33,160	33,250	33,190	33,200	0,50	215,556	10914	50,63			
PQ30R	PQ30R 1	16,510	16,600	16,500	16,537	32,100	32,840	32,820	32,587	0,51	214,776	11618	54,09	48,01	1,5	0,63
	PQ30R 2	16,330	16,350	16,350	16,343	33,020	33,000	33,070	33,030	0,49	209,783	10003	47,68			
	PQ30R 3	16,520	16,590	16,530	16,547	32,820	32,900	32,840	32,853	0,50	215,036	11293	52,52			
	PQ30R 4	16,430	16,420	16,440	16,430	33,480	33,450	33,490	33,473	0,49	212,014	10092	47,60			
	PQ30R 5	16,66	16,530	16,540	16,577	31,41	31,450	31,460	31,440	0,53	215,816	9377	43,45			
	PQ30R 6	16,330	16,440	16,350	16,373	31,910	31,930	31,940	31,927	0,51	210,554	10261	48,73			
LC <sup>3</sup> -M	LC <sup>3</sup> -M 1	16,510	16,490	16,480	16,493	32,920	32,940	32,96	32,940	0,50	213,652	14199	66,46	67,52	1,6	2,63
	LC <sup>3</sup> -M 2	16,280	16,280	16,260	16,273	32,460	32,500	32,540	32,500	0,50	207,990	14850	71,40			
	LC <sup>3</sup> -M 3	16,540	16,560	16,570	16,557	32,910	33,020	32,960	32,963	0,50	215,296	14113	65,55			
	LC <sup>3</sup> -M 4	16,590	16,560	16,600	16,583	32,670	32,750	32,730	32,717	0,51	215,990	14404	66,69			
	LC <sup>3</sup> -M 5	16,340	16,380	16,450	16,390	33,030	33,020	32,960	33,003	0,50	210,983	10844	51,40			
	LC <sup>3</sup> -M 6	16,480	16,310	16,380	16,390	32,650	32,67	32,680	32,717	0,50	210,983	11437	54,21			

<b>RESULTADOS ENSAIO MECÂNICO - 91 DIAS</b>																
<b>Mistura</b>	<b>Amostra</b>	<b>D1 (mm)</b>	<b>D2 (mm)</b>	<b>D3 (mm)</b>	<b>Média D</b>	<b>H1 (mm)</b>	<b>H2 (mm)</b>	<b>H3 (mm)</b>	<b>Média H</b>	<b>Rel h/D</b>	<b>Área (mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Carga (N)</b>	<b>Resistência (MPa)</b>	<b>Média (MPa)</b>	<b>DRM (%)</b>	<b>DP (MPa)</b>
PQ30M	PQ30M 1	16,640	16,640	16,500	16,593	32,830	32,820	32,840	32,830	0,51	216,251	11000	50,87	51,71	1,6	0,83
	PQ30M 2	16,640	16,680	16,540	16,620	31,390	31,440	31,410	31,413	0,53	216,946	8593	39,61			
	PQ30M 3	16,800	16,640	16,650	16,697	31,810	31,810	31,790	31,803	0,52	218,952	9398	42,92			
	PQ30M 4	16,750	16,830	16,700	16,760	32,180	32,160	32,130	32,157	0,52	220,616	11587	52,52			
	PQ30M 5	16,65	16,660	16,660	16,657	31,710	31,730	31,750	31,730	0,52	217,904	9596	44,04			
	PQ30M 6	16,550	16,690	16,570	16,603	32,040	31,960	31,960	31,987	0,52	216,511	11204	51,75			
PQ45	PQ45 1	16,500	16,450	16,380	16,443	33,170	33,070	33,070	33,103	0,50	212,358	4282	20,16	24,56	1,1	0,22
	PQ45 2	16,550	16,430	16,360	16,447	32,530	32,460	32,560	32,517	0,51	212,445	5282	24,86			
	PQ45 3	16,580	16,560	16,530	16,557	33,060	32,850	32,810	32,907	0,50	215,296	5248	24,38			
	PQ45 4	16,410	16,400	16,360	16,390	33,080	33,090	33,020	33,063	0,50	210,983	5159	24,45			
	PQ45 5	16,740	16,660	16,550	16,650	33,020	32,960	32,860	32,947	0,51	217,730	4425	20,32			
	PQ45 6	16,650	16,600	16,580	16,610	32,850	32,830	32,710	32,797	0,51	216,685	5350	24,69			

Fonte: elaborado pela autora.

## APÊNDICE J – RESULTADOS DA ANÁLISE ESTATÍSTICA DA RESISTÊNCIA MECÂNICA

A Tabela 45, a Tabela 46 e a Tabela 47 apresentam os resultados da análise estatísticas dos resultados de resistência mecânica do ensaio da NBR 5752 (ABNT, 2014). Na Tabela 47 os valores acima da diagonal são os p-valores e abaixo da diagonal correspondem Q-valor. Considera-se que a diferença é significativa estatisticamente quando o p-valor menor que 0,05, estes valores estão destacados em vermelho.

Tabela 45 – Teste de normalidade dos resultados de resistência à compressão dos cimentos ternários

Grupo	N	Shapiro-Wilk W	p(normal)
CP 1dia	3	0,7949	0,1025
LC <sup>3</sup> -R 1dia	3	0,8573	0,2602
PQ30R 1dia	3	0,9504	0,5709
LC <sup>3</sup> -M 1dia	5	0,9705	0,8786
PQ30M 1dia	6	0,9178	0,4894
PQ45 1dia	5	0,927	0,576
CP 3dias	4	0,9062	0,4626
LC <sup>3</sup> -R 3dias	6	0,8367	0,1225
PQ30R 3dias	5	0,985	0,9594
LC <sup>3</sup> -M 3dias	3	0,9999	0,9785
PQ30M 3dias	5	0,8473	0,186
PQ45 3dias	4	0,8686	0,2922
CP 7dias	4	0,853	0,2359
LC <sup>3</sup> -R 7dias	5	0,9023	0,4229
PQ30R 7dias	4	0,8662	0,2831
LC <sup>3</sup> -M 7dias	5	0,9749	0,9057
PQ30M 7dias	3	0,7739	0,05359
PQ45 7dias	5	0,9094	0,4637
CP 28dias	4	0,9254	0,5674
LC <sup>3</sup> -R 28dias	4	0,9845	0,9279
PQ30R 28dias	3	0,8662	0,2848
LC <sup>3</sup> -M 28dias	3	0,9746	0,6943
PQ30M 28dias	3	0,7883	0,08696
PQ45 28dias	4	0,9341	0,6187
CP 56dias	3	0,8545	0,2526
LC <sup>3</sup> -R 56dias	4	0,8234	0,1512
PQ30R 56dias	4	0,966	0,8168
LC <sup>3</sup> -M 56dias	4	0,9268	0,5757
PQ30M 56dias	3	0,8839	0,3359



<b>Grupo</b>	<b>N</b>	<b>Shapiro-Wilk W</b>	<b>p(normal)</b>
CP 91dias	4	0,8305	0,1692
LC <sup>3</sup> -R 91dias	5	0,9429	0,6862
PQ30R 91dias	3	0,804	0,1241
LC <sup>3</sup> -M 91dias	4	0,7935	0,09112
PQ30M 91dias	3	0,9986	0,928
PQ45 91dias	4	0,9386	0,6456

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 46 – ANOVA dos resultados da resistência à compressão dos cimentos ternários

	<b>SQ</b>	<b>gl</b>	<b>MQ</b>	<b>F</b>	<b>Valor P</b>
<b>Entre grupos</b>	51431,2	35	1469,46	777	1,005 E-115
<b>Dentro de grupos</b>	206,146	109	1,89125		
<b>Total</b>	51637,4	144			

SQ=soma dos quadrados | gl=grau de liberdade | MQ = média dos quadrados

Fonte: elaborado pela autora.

Tabela 47 – Teste Tukey dos resultados de resistência à compressão dos cimentos ternários

	1 dia						3 dias						7 dias					
	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	PQ45	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	PQ45	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	
CP 1dia		1	1	1	0,952	0,993	0	0	2E-13	0	0	0	0	0	0	0	0	
LC <sup>3</sup> -R 1dia	0,496		1	1	0,997	0,921	0	0	3E-13	0	0	0	0	0	0	0	0	
PQ30R 1dia	1,202	1,697		0,998	0,334	1	0	0	5E-14	0	0	0	0	0	0	0	0	
LC <sup>3</sup> -M 1dia	1,214	0,66	2,557		1	0,321	0	0	1E-13	0	0	0	0	0	0	0	0	
PQ30M 1dia	3,142	2,57	4,529	2,205		0,002	0	0	3E-13	0	0	0	0	0	0	0	0	
PQ45 1dia	2,734	3,288	1,39	4,558	6,966		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
CP 3dias	32,26	31,73	33,54	35,41	34,73	39,7		0	0	9E-11	2E-07	0,046	9E-13	1	0,109	0	1	
LC <sup>3</sup> -R 3dias	17,61	17,03	18,99	19,1	17,72	23,86	18,88		0,998	0,426	1E-06	5E-12	0	0	1E-12	0	0	
PQ30R 3dias	14,94	14,38	16,28	15,85	14,35	20,4	20,47	2,255		0,009	8E-10	3E-13	0	0	2E-13	0	0	
LC <sup>3</sup> -M 3dias	19,01	18,51	20,21	20,04	18,81	23,99	11,93	4,344	6,317		0,851	0,003	0	3E-11	0,001	0	4E-10	
PQ30M 3dias	24,76	24,21	26,11	27,19	26,2	31,75	9,769	9,304	11,35	3,508		0,696	0	6E-08	0,457	0	7E-07	
PQ45 3dias	27,06	26,53	28,34	29,48	28,57	33,71	5,618	12,73	14,54	6,733	3,847		0	0,037	1	0	0,045	
CP 7dias	44,56	44,03	45,84	49,41	49,28	53,71	13,29	33,44	34,47	24,24	23,78	18,91		3E-13	0	0,094	1E-10	
LC <sup>3</sup> -R 7dias	33,55	32,99	34,89	37,34	36,79	41,89	0,205	19,9	21,49	12,29	10,14	5,717	14,21		0,937	0	1	
PQ30R 7dias	27,44	26,91	28,73	29,92	29,03	34,22	5,202	13,18	14,98	7,118	4,285	0,416	18,49	5,278		0	0,101	
LC <sup>3</sup> -M 7dias	54,89	54,33	56,23	61,98	62,53	66,54	23,03	45,64	43,13	33,64	34,79	28,95	9,021	24,64	28,51		0	
PQ30M 7dias	30,57	30,08	31,77	32,97	32,16	36,92	0,426	17,7	19,24	11,56	9,419	5,628	11,88	0,634	5,243	20,71		
PQ45 7dias	19,09	18,54	20,44	20,65	19,36	25,2	15,94	2,468	4,8	2,16	6,545	10,02	29,95	16,69	10,46	41,33	15,09	
CP 28dias	55,68	55,15	56,97	62,08	62,44	66,37	25,3	46,6	47,14	35,36	36,44	30,92	12,01	26,88	30,51	3,642	23	
LC <sup>3</sup> -R 28dias	52,14	51,61	53,43	58,04	58,25	62,34	21,48	42,41	43,1	31,82	32,41	27,1	8,188	22,84	26,68	0,39	19,46	
PQ30R 28dias	42,22	41,73	43,42	45,99	45,61	49,94	12,88	31,15	32,27	23,21	22,44	18,08	0,578	13,66	17,7	7,368	11,65	
LC <sup>3</sup> -M 28dias	71,63	71,13	72,83	78,87	79,56	82,81	44,31	65,1	65,14	52,62	55,32	49,52	32,01	46,56	49,13	25,19	41,05	
PQ30M 28dias	48,47	47,98	49,67	52,98	52,83	56,93	19,56	38,36	39,26	29,46	29,43	24,76	7,258	20,65	24,38	0,696	17,9	
PQ45 28dias	24,43	23,9	5,72	26,5	25,47	30,8	8,449	9,624	11,56	4,112	0,863	2,831	21,74	8,701	3,247	31,94	8,249	
CP 56dias	63,18	62,68	64,38	69,42	39,81	73,37	35,28	55,34	55,7	44,17	45,87	40,48	22,98	37,09	40,1	15,75	32,61	
LC <sup>3</sup> -R 56dias	59,04	58,51	60,32	65,9	66,41	70,19	28,93	50,57	50,96	38,72	40,26	34,55	15,64	30,7	34,13	7,463	26,35	
PQ30R 56dias	59,55	59,02	60,83	66,48	67,02	70,77	29,48	51,17	51,54	39,23	40,84	35,1	16,19	31,28	34,68	8,042	26,86	
LC <sup>3</sup> -M 56dias	87,87	87,34	89,15	98,72	100,5	103	60,06	84,68	83,78	67,54	73,08	65,68	46,78	63,52	65,27	40,28	55,18	
PQ30M 56dias	55,32	54,82	56,52	60,64	60,74	64,58	26,88	46,27	46,91	36,31	37,09	32,08	14,58	28,3	31,7	6,961	24,75	
PQ45 56dias	26,99	26,44	28,33	29,77	28,88	34,32	7,342	11,99	13,92	5,738	2,574	1,42	21,35	7,57	1,858	32,21	7,19	
CP 91dias	63,21	62,68	64,5	70,65	71,35	74,95	33,44	55,51	55,71	42,89	45,01	39,05	20,15	35,45	38,64	12,22	30,53	
LC <sup>3</sup> -R 91dias	70,82	70,27	72,17	80,38	81,75	84,94	40,38	64,86	64,53	49,57	53,19	46,3	26,37	43,04	45,86	18,4	36,64	
PQ30R 91dias	55,1	54,61	56,31	60,39	60,49	64,34	26,65	46,02	46,67	36,09	36,85	31,85	14,35	28,06	31,47	6,719	24,53	
LC <sup>3</sup> -M 91dias	85,19	84,66	86,47	95,67	97,35	99,97	57,17	81,51	80,73	64,87	70,03	62,79	43,88	60,47	62,37	37,24	52,51	
PQ30M 91dias	57,99	59,28	60,97	65,61	65,88	69,56	31,64	51,41	51,89	40,76	42,06	36,84	19,34	33,28	36,46	11,94	29,2	
PQ45 91dias	27,39	26,86	28,67	29,86	28,96	34,16	5,26	13,12	14,92	7,065	4,225	0,359	18,55	5,339	0,057	28,57	5,296	

	28 dias					56 dias					91 dias							
	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	PQ45	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	PQ45	CP	LC <sup>3</sup> R	PQ30R	LC <sup>3</sup> M	PQ30M	PQ45
CP 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
LC <sup>3</sup> -R 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PQ30R 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
LC <sup>3</sup> -M 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PQ30M 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PQ45 1dia	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
CP 3dias	0	0	3E-12	0	0	2E-05	0	0	0	0	5E-04	0	0	0	0	0	0	0,097
LC <sup>3</sup> -R 3dias	0	0	0	0	0	3E-07	0	0	0	0	8E-11	0	0	0	0	0	0	1E-12
PQ30R 3dias	0	0	0	0	0	4E-10	0	0	0	0	3E-13	0	0	0	0	0	0	2E-12
LC <sup>3</sup> -M 3dias	0	0	0	0	0	0,552	0	0	0	0	0,035	0	0	0	0	0	0	0,001
PQ30M 3dias	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0,997	0	0	0	0	0	0	0,49
PQ45 3dias	0	0	0	0	0	0,988	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1
CP 7dias	7E-11	4E-05	0	0	7E-04	0	0	1E-13	6E-14	0	2E-13	0	0	0	3E-13	0	0	0
LC <sup>3</sup> -R 7dias	0	0	4E-13	0	0	8E-06	0	0	0	0	3E-04	0	0	0	0	0	0	0,083
PQ30R 7dias	0	0	0	0	0	0,931	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	1
LC <sup>3</sup> -M 7dias	0,796	1	2E-04	0	1	0	1E-13	4E-04	6E-05	0	0,002	0	3E-11	0	0,003	0	9E-11	0
PQ30M 7dias	0	0	3E-10	0	0	3E-05	0	0	0	0	8E-04	0	0	0	0	0	0	0,091
PQ45 7dias	0	0	0	0	0	0,001	0	0	0	0	2E-06	0	0	0	0	0	0	2E-08
CP 28dias		0,707	1E-08	0	0,687	0	1E-10	0,804	0,517	0	0,87	0	5E-05	4E-13	0,936	0	4E-05	0
LC <sup>3</sup> -R 28dias	3,826		0,001	0	1	0	2E-13	0,004	7E-05	0	0,001	0	9E-11	0	0,003	0	2E-10	0
PQ30R 28dias	10,54	7,003		0	0,01	0	0	3E-13	3E-13	0	2E-12	0	0	0	3E-12	0	0	0
LC <sup>3</sup> -M 28dias	20,89	24,43	29,4		0	0	2E-05	0	0	1E-09	5E-14	0	8E-13	1E-06	3E-14	1E-05	1E-10	0
PQ30M 28dias	3,865	0,323	6,249	23,5		0	2E-13	7E-04	2E-04	0	0,002	0	7E-10	2E-14	0,004	0	9E-10	0
PQ45 28dias	33,75	29,93	20,7	52,14	27,38		0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0,943
CP 56dias	11,86	15,4	20,95	8,449	14,71	43,1		1E-05	7E-05	0	1E-04	0	0,435	1	6E-05	0	0,887	0
LC <sup>3</sup> -R 56dias	3,624	7,45	13,9	17,53	7,22	37,38	8,501		1	0	1	0	0,344	1E-07	1	0	0,201	0
PQ30R 56dias	4,174	8	14,41	17,02	7,729	37,93	7,992	0,55		0	1	0	0,636	1E-06	1	0	0,422	0
LC <sup>3</sup> -M 56dias	34,76	38,59	42,7	11,29	36,05	68,51	20,33	31,14	30,59		0	0	0	0	0	0,983	0	0
PQ30M 56dias	3,457	6,999	13,1	16,31	6,849	34,71	7,857	0,102	0,408	28,73		0	0,573	3E-06		0	0,372	0
PQ45 56dias	34,01	29,98	20,22	53,09	27,2	1,564	43,64	37,83	38,41	70,66	34,86		0	0	0	0	0	1
CP 91dias	8,133	11,96	18,07	13,36	11,39	41,89	4,327	4,509	3,959	26,63	4,073	42,59		0,124	0,447	0	1	0
LC <sup>3</sup> -R 91dias	13,71	17,74	23,62	9,256	16,63	49,28	0,19	9,886	9,306	22,94	8,975	50,61	5,133		1E-06	0	0,615	0
PQ30R 91dias	3,225	6,767	12,88	16,52	6,632	34,47	8,074	0,13	0,639	28,96	0,217	34,62	4,305	9,217		0	0,273	0
LC <sup>3</sup> -M 91dias	31,87	35,7	40,05	8,617	33,37	65,62	17,65	28,25	27,7	2,892	26,05	67,61	23,74	19,89	26,28		0	0
PQ30M 91dias	8,216	11,76	17,55	11,85	11,3	39,46	3,406	4,86	4,351	23,97	4,451	39,84	0,686	3,998	4,668	21,29		0
PQ45 91dias	30,56	26,74	17,75	49,18	24,43	3,19	40,15	34,19	34,74	65,32	31,75	1,798	38,7	45,92	31,52	62,43	36,51	

Elaborado pela autora

## ANEXO A – FICHAS CATALOGRÁFICAS

### A.I FICHA CRISTALOGRÁFICA DO C<sub>4</sub>AF

#### Name and formula

Reference code: 99-005-0076

Mineral name: Brownmillerite  
Compound name: Brownmillerite  
Common name: Brownmillerite

Chemical formula: Ca<sub>8,00</sub>Fe<sub>2,62</sub>Al<sub>5,38</sub>O<sub>20,00</sub>

#### Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic  
Space group: I m a 2  
Space group number: 46

a (Å): 14,4430  
b (Å): 5,5100  
c (Å): 5,2990  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 3,67  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 421,70

RIR: 2,05

#### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
Quality: User From Structure (=)

#### Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:33  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:33  
Cross-References: ICDD:99-005-0076  
Structure TIDY: TRANS b,c,a-x,-y,-z origin 0 1/2  
.50040 Structure TIDY: REMARK Transformed from setting I 2 m b.  
Publication title: Structural variations in the brownmillerite series Ca<sub>2</sub>(Fe<sub>2-x</sub>Al<sub>x</sub>)O<sub>5</sub>: single-crystal X-ray diffraction at 25C and high-temperature X-ray powder diffraction (25C < T < 1000C)  
ICSD collection code: 98839

#### References

Structure: Redhammer, G.J., Tippelt, G., Roth, G., Amthauer, G., 0, 0, (0)

#### Peak list

N o	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	2	0	0	7,22150	12,246	36,8

2	1	1	0	5,14809	17,211	2,4
3	0	1	1	3,81937	23,271	1,4
4	3	1	0	3,62541	24,535	13,3
5	4	0	0	3,61075	24,636	0,9
6	2	1	1	3,37625	26,377	3,6
7	0	2	0	2,75500	32,473	36,7
8	0	0	2	2,64950	33,804	47,1
9	4	1	1	2,62384	34,144	100,0
10	2	2	0	2,57404	34,826	0,2
11	5	1	0	2,55835	35,046	11,2
12	2	0	2	2,48737	36,080	0,3
13	1	2	1	2,41010	37,279	3,4
14	6	0	0	2,40717	37,326	0,0
15	1	1	2	2,35581	38,171	0,5
16	4	2	0	2,19026	41,182	9,7
17	3	2	1	2,17953	41,394	1,1
18	3	1	2	2,13914	42,212	5,9
19	4	0	2	2,13611	42,275	9,0
20	6	1	1	2,03645	44,451	29,9
21	7	1	0	1,93226	46,988	0,0
22	0	2	2	1,90969	47,577	51,3
23	5	2	1	1,86595	48,764	2,5
24	2	2	2	1,84622	49,320	12,3
25	5	1	2	1,84041	49,486	0,8
26	1	3	0	1,82199	50,020	0,2
27	6	2	0	1,81270	50,294	1,3
28	8	0	0	1,80537	50,513	20,8
29	6	0	2	1,78165	51,234	2,1
30	0	3	1	1,73538	52,703	0,2
31	3	3	0	1,71603	53,344	8,4
32	4	2	2	1,68812	54,298	0,3
33	2	3	1	1,68735	54,325	0,3
34	0	1	3	1,68202	54,511	0,1
35	2	1	3	1,63817	56,097	1,5
36	8	1	1	1,63221	56,320	0,9
37	7	2	1	1,57668	58,492	3,1
38	4	3	1	1,56411	59,008	19,4
39	7	1	2	1,56119	59,129	0,3
40	5	3	0	1,54990	59,603	2,8
41	9	1	0	1,54076	59,993	0,8
42	4	1	3	1,52470	60,691	21,7
43	8	2	0	1,51003	61,344	6,5
44	1	3	2	1,50128	61,741	0,6
45	6	2	2	1,49607	61,979	0,9
46	8	0	2	1,49194	62,170	8,7
47	1	2	3	1,47915	62,768	2,5
48	10	0	0	1,44430	64,462	1,1
49	3	3	2	1,44032	64,662	4,8
50	3	2	3	1,42074	65,664	0,6
51	6	3	1	1,40771	66,351	5,8
52	6	1	3	1,37877	67,930	6,7
53	0	4	0	1,37750	68,001	2,8
54	7	3	0	1,37187	68,319	0,1
55	2	4	0	1,35310	69,401	4,5
56	10	1	1	1,35094	69,528	4,4
57	9	2	1	1,34151	70,088	0,3
58	5	3	2	1,33781	70,310	4,0
59	9	1	2	1,33192	70,667	0,1
60	1	4	1	1,32755	70,935	1,7
61	0	0	4	1,32475	71,108	6,0
62	5	2	3	1,32208	71,273	1,3
63	8	2	2	1,31192	71,911	15,5
64	2	0	4	1,30301	72,480	2,5
65	4	4	0	1,28702	73,527	0,1
66	3	4	1	1,28484	73,673	0,0
67	1	1	4	1,28295	73,799	0,4
68	10	2	0	1,27918	74,053	1,2
69	11	1	0	1,27724	74,184	0,1

70	0	3	3	1,27312	74,464	0,3
71	10	0	2	1,26812	74,808	0,7
72	2	3	3	1,25379	75,813	0,5
73	8	3	1	1,25111	76,004	0,1
74	3	1	4	1,24428	76,497	0,1
75	4	0	4	1,24369	76,540	0,4
76	8	1	3	1,23067	77,499	0,4
77	0	4	2	1,22219	78,139	1,6
78	7	3	2	1,21825	78,440	0,4
79	5	4	1	1,21048	79,041	1,1
80	9	3	0	1,20847	79,199	0,0
81	7	2	3	1,20633	79,367	2,1
82	2	4	2	1,20505	79,468	0,9
83	12	0	0	1,20358	79,584	0,7
84	4	3	3	1,20068	79,816	5,5
85	6	4	0	1,19558	80,225	0,6
86	0	2	4	1,19390	80,361	4,1
87	2	2	4	1,17791	81,681	0,4
88	5	1	4	1,17639	81,809	0,2
89	6	0	4	1,16060	83,166	0,7
90	4	4	2	1,15767	83,424	1,2
91	11	2	1	1,15669	83,511	0,3
92	10	2	2	1,15195	83,933	4,5
93	11	1	2	1,15053	84,060	0,8
94	12	1	1	1,14793	84,293	3,8
95	4	2	4	1,13354	85,617	1,5
96	6	3	3	1,12542	86,386	3,9
97	7	4	1	1,11977	86,929	3,3
98	10	3	1	1,11012	87,877	0,8
99	12	2	0	1,10293	88,600	0,1
100	9	3	2	1,09950	88,949	0,4
101	1	5	0	1,09881	89,020	0,4

Fonte: ICSD.

## A.II FICHA CRISTALOGRÁFICA DA CALCITA

### Name and formula

Reference code: 99-005-0049  
Mineral name: Calcite  
Compound name: Calcite  
Common name: Calcite  
Chemical formula:  $\text{Ca}_{6,00}\text{C}_{6,00}\text{O}_{18,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: R -3 c  
Space group number: 167  
a (Å): 4,9910  
b (Å): 4,9910  
c (Å): 17,0620  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 120,0000  
Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,71  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 368,07  
RIR: 3,30

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:30  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:30  
Cross-References: ICDD:99-005-0049  
Publication title: X-ray study of the electron density in calcite, CaCO<sub>3</sub> ICSD collection code: 73446

### References

Structure: Maslen, E.N., Strel'tsov, V.A. (Streltsov, V.A.), Strel'tsova, N.R.(Streltsova, N.R.), 0, 0, (0)

### Peak list

N	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	1	0	-	3,8556	23,049	9,6
2	1	0	4	3,0360	29,395	100,0
3	0	0	6	2,8436	31,434	1,9
4	1	1	0	2,4955	35,959	14,6

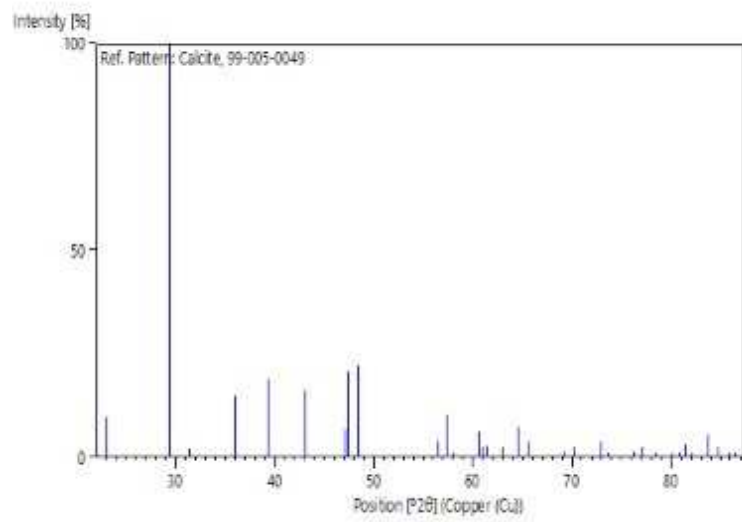
5	1	1	3	2,28510	39,398	18,9
6	2	0	2	2,09499	43,146	16,3
7	2	0	-	1,92789	47,102	6,9
8	1	0	-	1,91254	47,501	20,7
9	1	1	6	1,87569	48,495	22,0
10	2	1	1	1,62627	56,545	3,6
11	2	1	-	1,60455	57,381	10,3
12	1	0	1	1,58703	58,074	1,2
13	2	1	0	1,52563	60,651	6,1
14	2	0	8	1,51802	60,986	2,5
15	1	1	9	1,50953	61,364	2,8
16	2	1	-	1,47358	63,035	2,3
17	3	0	0	1,44073	64,639	7,1
18	0	0	1	1,42188	65,608	3,9
19	2	1	7	1,35703	69,169	1,3
20	2	0	-	1,33916	70,229	2,4
21	2	1	0	1,29690	72,875	3,5
22	3	0	6	1,28528	73,646	0,4
23	2	2	0	1,24773	76,246	1,5
24	1	1	1	1,23535	77,149	2,5
25	2	2	3	1,21878	78,401	0,0
26	3	1	-1	1,1956	80,203	0,0
27	3	1	2	1,18785	80,913	0,6
28	2	1	10	1,17914	81,506	2,9
29	1	0	-14	1,17299	82,098	0,4
30	3	1	-4	1,15498	83,742	5,4
31	2	2	6	1,14209	84,779	2,4
32	3	1	5	1,13160	85,853	0,0
33	2	1	-11	1,12404	86,440	0,6
33				85		

### Structure

No. me	Na	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca1	Ca	0,0000	0,000	0,000	0,0000	1,0000	6b
2	C1	C	0,0000	0,000	0,250	0,0000	1,0000	6a
3	O1	O	0,2573	0,000	0,250	0,0000	1,0000	18e



## Stick Pattern



## A.III FICHA CRISTALOGRÁFICA DA ETRINGITA

### Name and formula

Reference code: 99-005-0008  
Mineral name: Ettringite  
Compound name: Ettringite  
Common name: Ettringite

Chemical formula:  $\text{Al}_{4,00}\text{Ca}_{12,00}\text{O}_{100,00}\text{H}_{128,00}\text{S}_{6,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P 3 1 c  
Space group number: 159

a (Å): 11,2290  
b (Å): 11,2290  
c (Å): 21,4780  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 1,78  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 02345,34

RIR: 1,72

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:24  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:24  
Cross-References: ICDD:99-005-0008  
Structure TIDY: TRANS -x,-y,-z origin 0 0 .25000  
Publication title: Refined ettringite (Ca<sub>6</sub> Al<sub>2</sub> (S O<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (O H)<sub>12</sub> \* 26(H<sub>2</sub> O)) structure for quantitative X-ray diffraction analysis ICSD collection code: 155395

### References

Structure: Goetz-Neunhoeffer, F., Neubauer, J., 0, 0, (0)

### Peak list

N o	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	2	10,739 00	8,227	2,5
2	1	0	0	9,7246 0	9,086	100,0
3	1	0	1	8,8588 6	9,977	7,8
4	1	0	2	7,2083	12,269	1,4

5	1	0	3	5,7654	15,356	3,8
6	1	1	0	5,6145	15,771	46,4
7	0	0	4	5,3695	16,496	0,3
8	1	1	-2	4,9755	17,812	11,9
9	2	0	0	4,8623	18,231	2,4
10	2	0	1	4,7423	18,696	0,8
11	1	0	4	4,7005	18,864	25,3
12	2	0	2	4,4294	20,030	0,5
13	2	0	3	4,0223	22,081	5,1
14	1	0	5	3,9293	22,611	0,6
15	1	1	-4	3,8805	22,899	20,9
16	2	1	0	3,6755	24,195	2,3
17	2	1	1	3,6228	24,552	0,5
18	2	0	4	3,6041	24,681	8,3
19	0	0	6	3,5796	24,853	0,2
20	2	1	2	3,4775	25,595	13,8
21	1	0	6	3,3593	26,512	0,4
22	2	1	3	3,2698	27,252	2,9
23	3	0	0	3,2415	27,494	10,3
24	2	0	5	3,2192	27,688	0,1
25	3	0	1	3,2052	27,811	0,5
26	3	0	2	3,1032	28,745	0,8
27	2	1	4	3,0330	29,425	0,2
28	1	1	-6	3,0183	29,571	2,5
29	3	0	3	2,9529	30,242	0,1
30	1	0	7	2,9260	30,526	0,4
31	2	0	6	2,8827	30,997	0,2
32	2	2	0	2,8072	31,852	1,9
33	2	1	5	2,7927	32,022	1,1
34	3	0	4	2,7750	32,232	24,3
35	2	2	-2	2,7159	32,952	0,9
36	3	1	0	2,6971	33,190	2,8
37	0	0	8	2,6847	33,347	5,1
38	3	1	-1	2,6761	33,458	0,9
39	3	1	-2	2,6158	34,252	7,1
40	2	0	7	2,5948	34,538	0,0
41	1	0	8	2,5879	34,633	0,1
42	3	0	5	2,5874	34,639	0,1
43	2	1	6	2,5644	34,961	16,0
44	3	1	3	2,5239	35,540	1,4

45	2	2	-4	5 2,4877	36,074	1,5
46	4	0	0	7 2,4311	36,945	0,7
47	1	1	8	5 2,4220	37,088	1,0
48	4	0	1	8 2,4157	37,189	0,2
49	3	1	4	2 2,4101	37,278	3,3
50	3	0	6	5 2,4027	37,397	0,1
51	4	0	2	8 2,3711	37,915	0,2
52	2	1	-7	5 2,3554	38,177	0,5
53	2	0	8	4 2,3502	38,264	2,9
54	1	0	9	8 2,3176	38,824	0,5
55	4	0	3	8 2,3020	39,098	0,4
56	3	1	-5	4 2,2841	39,416	0,1
57	3	2	0	9 2,2309	40,397	4,6
58	3	0	7	8 2,2283	40,447	0,1
59	3	2	-1	4 2,2190	40,624	0,2
60	4	0	4	4 2,2147	40,707	1,0
61	2	2	6	2 2,2089	40,817	14,9
62	3	2	-2	9 2,1843	41,299	2,3
63	2	1	-8	4 2,1679	41,624	0,1
64	3	1	6	9 2,1541	41,905	8,2
65	0	0	10	2 2,1478	42,034	0,1
66	2	0	9	0 2,1423	42,147	0,1
67	3	2	3	2 2,1299	42,403	1,3
68	4	1	0	6 2,1220	42,568	2,1
69	4	0	5	8 2,1157	42,701	0,2
70	4	1	1	9 2,1118	42,786	0,2
71	1	0	10	0 2,0972	43,097	0,1
72	4	1	-2	6 2,0818	43,433	1,3
73	3	0	8	3 2,0676	43,746	0,4
74	3	2	-4	6 2,0602	43,912	1,5
75	4	1	3	2 2,0345	44,494	0,2
76	3	1	7	9 2,0257	44,699	0,1
77	4	0	6	4 2,0111	45,041	0,1
78	1	1	-10	7 2,0060	45,162	0,9
79	2	1	-9	3 2,0015	45,269	0,1
80	3	2	5	6 1,9798	45,793	0,5
81	4	1	-4	8 1,9735	45,948	0,7
82	2	0	10	5 1,9646	46,168	0,0
83	5	0	0	6 1,9449	46,664	5,9
84	2	2	8	2 1,9402	46,782	0,8

				7			
85	5	0	1	1,9369	46,866	0,1	
86	3	0	9	1,9218	47,259	0,2	
87	1	0	11	1,9143	47,455	0,2	
88	5	0	2	1,9137	47,469	0,1	
89	4	0	7	1,9055	47,688	0,4	
90	3	1	-8	1,9027	47,761	0,4	
91	3	2	-6	1,8933	48,013	0,7	
92	5	0	3	1,8768	48,461	0,5	
93	3	3	0	1,8715	48,610	0,4	
94	2	1	10	1,8544	49,088	3,6	
95	3	3	2	1,8437	49,391	2,5	
96	4	2	0	1,8377	49,562	0,0	
97	4	2	-1	1,8310	49,755	0,3	
98	5	0	4	1,8286	49,826	1,8	
99	4	1	6	1,8254	49,920	0,2	
100	2	0	11	1,8119	50,318	0,0	
101	4	2	-2	1,8114	50,332	1,2	
102	3	2	7	1,8044	50,542	0,4	
103	4	0	8	1,8020	50,611	0,9	
104	3	0	10	1,790	50,964	0,0	
105	0	0	12	1,789	50,983	2,0	
106	3	1	-9	1,787	51,061	0,1	
107	4	2	-3	1,780	51,283	0,4	
108	5	0	5	1,771	51,540	0,0	
109	3	3	4	1,767	51,682	1,7	
110	1	0	12	1,760	51,902	2,7	
111	5	1	0	1,746	52,339	1,2	
112	4	1	-7	1,745	52,380	0,1	
113	5	1	-1	1,740	52,525	0,0	
114	4	2	-4	1,738	52,593	0,1	
115	2	1	11	1,724	53,067	0,2	
116	5	1	-2	1,723	53,080	1,0	
117	3	2	8	1,715	53,350	0,1	
118				87			

7						
1	5	0	6	1,708	53,582	0,2
1				96		
8						
1	2	2	10	1,705	53,690	0,4
1				81		
9						
1	1	1	-12	1,705	53,707	1,5
2				28		
0						
1	4	0	9	1,703	53,783	0,0
2				06		
1						
1	5	1	3	1,696	53,997	0,3
2				82		
2						
1	4	2	-5	1,689	54,245	0,1
2				64		
2						
3						
1	3	1	10	1,680	54,577	2,0
2				15		
4						
1	2	0	12	1,679	54,594	0,1
2				65		
5						
1	3	0	11	1,672	54,845	0,1
2				56		
6						
1	4	1	-8	1,664	55,122	4,3
2				82		
7						
1	5	1	4	1,660	55,262	1,6
2				93		
8						
1	3	3	6	1,658	55,350	0,0
2				51		
9						
1	5	0	7	1,642	55,929	0,1
3				70		
0						
1	4	2	6	1,634	56,219	0,2
3				91		
1						
1	3	2	9	1,629	56,413	0,0
3				73		
2						
1	1	0	13	1,628	56,448	0,1
3				81		
3						
1	6	0	0	1,620	56,754	5,0
3				77		
4						
1	5	1	5	1,617	56,861	0,1
3				96		
5						
1	6	0	1	1,616	56,930	0,0
3				17		
6						
1	4	0	10	1,609	57,183	0,0
3				63		
7						
1	2	1	-12	1,609	57,200	0,2
3				18		
8						
1	6	0	2	1,602	57,456	0,1
3				62		
9						
1	4	3	0	1,598	57,609	1,2
4				71		
0						
1	4	3	-1	1,594	57,784	0,0
4				30		
1						
1	4	1	-9	1,585	58,123	0,1
4				80		
2						
1	3	1	-11	1,581	58,292	0,2
4				60		
3						
1	4	3	-2	1,581	58,305	1,4
4				29		

4							
1							
4	6	0	3	1,580	58,326	0,0	
5				77			
1							
4	4	2	7	1,576	58,495	0,2	
6				60			
1							
4	5	0	8	1,575	58,558	3,6	
7				05			
1							
4	5	1	6	1,569	58,777	0,0	
8				71			
1							
4	3	0	12	1,566	58,895	0,6	
8				85			
1							
4	2	0	13	1,564	58,999	0,0	
9				31			
1							
5	4	3	3	1,560	59,167	0,2	
0				29			
1							
5	5	2	0	1,557	59,297	0,4	
2				18			
1							
5	5	2	1	1,553	59,468	0,0	
3				11			
1							
5	6	0	4	1,551	59,531	0,0	
4				62			
1							
5	3	2	-10	1,547	59,714	0,1	
4				29			
1							
5	5	2	2	1,541	59,980	0,7	
1				07			
5							
6							

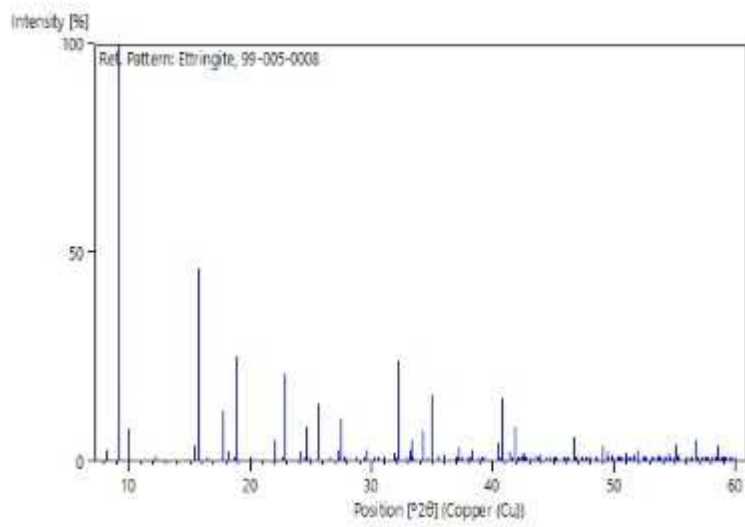
### Structure

No.	Na	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
me								
1	Al1	Al	0,0000	0,000	0,250	1,2000	1,00	2a
			0	00	00		00	
2	Al2	Al	0,0000	0,000	0,000	1,2000	1,00	2a
			0	00	00		00	
3	Ca1	Ca	0,0020	0,189	0,375	1,7000	1,00	6c
			0	00	00		00	
4	Ca2	Ca	0,1910	0,184	0,128	1,8000	1,00	6c
			0	00	00		00	
5	O1	O	0,1250	0,122	0,305	2,2000	1,00	6c
			0	00	00		00	
6	H1	H	0,2070	0,192	0,284	2,6000	1,00	6c
			0	00	00		00	
7	O2	O	0,0020	0,133	0,196	1,0000	1,00	6c
			0	00	00		00	
8	H2	H	0,0190	0,209	0,224	1,2000	1,00	6c
			0	00	00		00	
9	O3	O	0,1290	0,128	0,449	1,6000	1,00	6c
			0	00	00		00	
10	H3	H	0,2100	0,200	0,472	1,9000	1,00	6c
			0	00	00		00	
11	O4	O	0,0030	0,132	0,054	1,0000	1,00	6c
			0	00	00		00	
12	H4	H	0,0060	0,215	0,037	1,2000	1,00	6c
			0	00	00		00	
13	O5	O	0,3480	0,342	0,204	3,9000	1,00	6c
			0	00	00		00	
14	H5	H	0,3450	0,405	0,233	4,7000	1,00	6c
			0	00	00		00	
15	H6	H	0,4420	0,362	0,206	4,7000	1,00	6c
			0	00	00		00	
16	O6	O	0,0180	0,334	0,293	1,8000	1,00	6c
			0	00	00		00	
17	H7	H	0,4010	0,064	0,285	2,2000	1,00	6c
			0	00	00		00	

18 H8	H	0,0910 0	0,425 00	0,285 00	2,2000	1,00 00	6c
19 O7	O	0,33700	0,3400 0	0,044 00	3,600 0	1,000 0	6c
20 H9	H	0,32300	0,4010 0	0,018 00	4,300 0	1,000 0	6c
21 H10	H	0,41100	0,3340 0	0,029 00	4,300 0	1,000 0	6c
22 O8	O	0,37000	0,0100 0	0,455 00	3,100 0	1,000 0	6c
23 H11	H	0,46400	0,0820 0	0,457 00	3,700 0	1,000 0	6c
24 H12	H	0,07300	0,4460 0	0,458 00	3,700 0	1,000 0	6c
25 O9	O	0,40600	0,1410 0	0,128 00	2,900 0	1,000 0	6c
26 H13	H	0,47600	0,1830 0	0,096 00	3,500 0	1,000 0	6c
27 H14	H	0,45600	0,1610 0	0,166 00	3,500 0	1,000 0	6c
28 O10	O	0,21100	0,3760 0	0,388 00	4,800 0	1,000 0	6c
29 H15	H	0,24600	0,4440 0	0,420 00	5,800 0	1,000 0	6c
30 H16	H	0,23600	0,4270 0	0,350 00	5,800 0	1,000 0	6c
31 O11	O	0,14200	0,4080 0	0,124 00	4,800 0	1,000 0	6c
32 H17	H	0,05100	0,3880 0	0,134 00	5,800 0	1,000 0	6c
33 H18	H	0,20100	0,4920 0	0,146 00	5,800 0	1,000 0	6c
34 O12	O	0,40200	0,2480 0	0,385 00	1,700 0	1,000 0	6c
35 H19	H	0,36100	0,3010 0	0,373 00	2,000 0	1,000 0	6c
36 H20	H	0,49800	0,3130 0	0,390 00	2,000 0	1,000 0	6c
37 O13	O	0,33333	0,6666 7	0,825 00	1,900 0	1,000 0	2b
38 O14	O	0,33333	0,6666 7	0,431 00	7,800 0	1,000 0	2b
39 O15	O	0,33333	0,6666 7	0,174 00	4,200 0	1,000 0	2b
40 O16	O	0,56700	0,1950 0	0,231 00	4,700 0	1,000 0	6c
41 O17	O	0,57500	0,1950 0	0,026 00	4,300 0	1,000 0	6c
42 O18	O	0,19200	0,6070 0	0,268 00	2,100 0	1,000 0	6c
43 O19	O	0,22700	0,5420 0	0,007 00	5,400 0	0,667 0	6c
44 H21	H	0,32500	0,5970 0	0,011 00	6,500 0	0,667 0	6c
45 H22	H	0,20000	0,4730 0	0,039 00	6,500 0	0,667 0	6c
46 S1	S	0,33333	0,6666 7	0,758 00	2,200 0	1,000 0	2b
47 S2	S	0,33333	0,6666 7	0,499 00	1,600 0	1,000 0	2b
48 S3	S	0,33333	0,6666 7	0,241 00	1,400 0	1,000 0	2b



## Stick Pattern



# A.IV FICHA CRISTALOGRÁFICA DO HEMICARBOALUMINATO DE CÁLCIO

## Name and formula

Reference code: 99-005-0028

Compound name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide hemicarbonat hydroxide n-hydrate  
Common name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide hemicarbonat hydroxide n-hydrate

Chemical formula:  $\text{Al}_{6,00}\text{Ca}_{12,00}\text{O}_{55,50}\text{C}_{1,50}$

## Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: R -3 c  
Space group number: 167

a (Å): 5,7760  
b (Å): 5,7760  
c (Å): 48,8120  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 1,82  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 1410,30  
RIR: 5,00

## Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic  
Quality: User From Structure (=)

## Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:27  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:27  
Cross-References: ICDD:99-005-0028  
Structure TIDY: TRANS Origin 0 0 1/2  
Publication title: Crystal structures of calcium hemicarboaluminate and carbonated calcium hemicarboaluminate from synchrotron powder  
diffraction data  
ICSD collection code: 263124

## References

Structure: Runcevski, T., Dinnebier, R.E., Magdysyuk, O.V., Poellmann, H., 0, 0, (0)

## Peak list

N <sub>o</sub>	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	6	8,1353 3	10,866	10 0, 0
2	1	0	- 2	4,9003 0	18,088	0, 4

3	1	0	4	4,6284	19,160	3,
4	0	0	1	4,0676	21,832	2
5	1	0	2	3,8683	22,972	,1
6	1	0	8	3,4935	25,476	,4
7	1	1	0	2,8880	30,939	,6
8	1	0	-	2,8603	31,246	,8
9	1	1	4	2,8435	31,435	,1
10	1	1	3	2,7216	32,882	,9
11	0	0	6	2,7117	33,005	,1
12	1	0	8	2,6045	34,405	,0
13	1	1	1	2,5491	35,177	,3
14	2	0	9	2,4880	36,070	,3
15	2	0	2	2,4501	36,648	,0
16	1	1	-	2,3548	38,187	,2
17	2	0	4	2,3142	38,885	,3
18	2	0	1	2,2258	40,493	,7
19	1	0	0	2,1934	41,119	,2
20	1	1	2	2,1600	41,785	,1
21	0	0	0	2,0338	44,512	,3
22	2	0	2	2,0322	44,548	,3
23	1	0	4	2,0281	44,643	,2
24	1	1	2	1,9768	45,866	,5
25	2	0	2	1,9341	46,939	,0
26	2	1	8	1,8892	48,125	,4
27	2	1	1	1,8849	48,240	,0
28	2	1	-2	1,8683	48,697	,0
29	2	1	4	1,8561	49,038	,2
30	2	1	5	1,8247	49,939	,1
31	1	1	7	1,8107	50,352	,7
32	2	1	21	1,8059	50,496	,0
33	2	1	-8	1,7630	51,815	,4
34	1	0	10	1,7576	51,985	,1
35	2	0	-26	1,7467	52,334	,2
36	2	1	20	1,7393	52,574	,9
37	2	1	-11	1,6886	54,280	,5
38	3	0	13	1,6673	55,030	,1
39	1	1	0	1,6628	55,192	,7
40	2	1	24	1,6620	55,223	,3
41	2	0	-14	1,6597	55,304	,6
			-22			,3

42	1	0	28	7 1,6461	55,800	0,0
43	3	0	6	8 1,6334	56,274	3,1
44	0	0	30	3 1,6270	56,514	0,4
45	2	1	16	7 1,6070	57,282	1,1
46	2	1	-17	5 1,5790	58,395	0,3
47	3	0	12	6 1,5428	59,906	1,6
48	1	1	27	0 1,5323	60,355	0,2
49	2	1	19	7 1,5227	60,778	0,3
50	2	0	26	3 1,5014	61,732	2,4
51	2	1	-20	5 1,4946	62,045	3,9
52	1	0	-32	3 1,4590	63,734	1,2
53	2	2	0	4 1,4440	64,477	2,2
54	2	1	22	0 1,4390	64,727	0,5
55	2	2	3	4 1,4383	64,762	0,1
56	2	0	-28	5 1,4301	65,178	0,2
57	2	2	6	6 1,4217	65,611	1,6
58	3	0	18	8 1,4203	65,684	0,3
59	1	1	30	7 1,4175	65,830	0,1
60	2	1	-23	7 1,4117	66,139	0,1
61	2	2	9	0 1,3953	67,013	0,1
62	3	1	-1	9 1,3867	67,484	0,4
63	3	1	2	9 1,3851	67,577	0,1
64	1	0	34	1 1,3799	67,865	0,1
65	3	1	-4	4 1,3784	67,947	0,1
66	3	1	5	7 1,3735	68,224	0,4
67	2	2	12	5 1,3608	68,952	1,4
68	3	1	-7	0 1,3606	68,959	0,0
69	2	1	25	8 1,3582	69,102	0,1
70	0	0	36	2 1,3558	69,238	0,0
71	3	1	8	9 1,3528	69,417	0,5
72	3	1	-10	2 1,3344	70,511	0,0
73	2	1	-26	9 1,3321	70,652	3,1
74	3	1	11	7 1,3241	71,145	0,2
75	2	2	15	4 1,3198	71,410	0,2
76	1	1	33	9 1,3165	71,620	0,4
77	2	0	32	2 1,3022	72,527	0,7
78	3	1	-13	8 1,3013	72,587	0,1
79	3	0	-24	6 1,2894	73,366	0,2
80	3	1	14	5 1,2890	73,392	0,0
81	2	1	28	5 1,2816	73,888	0,0

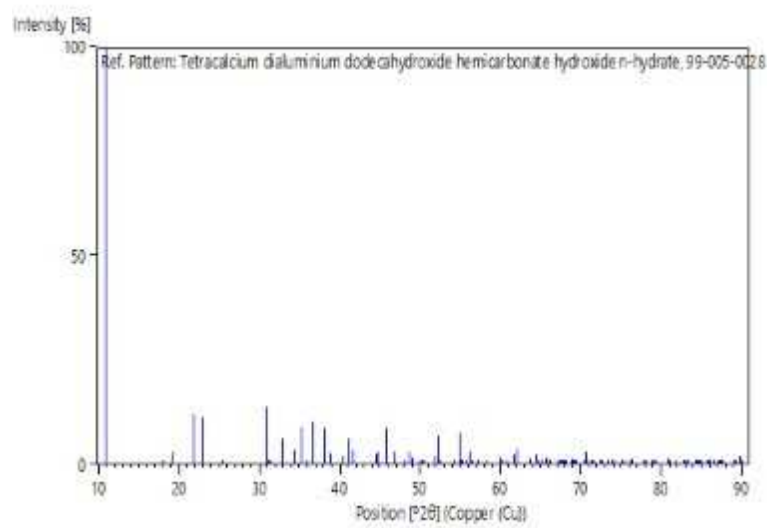
82	2	2	18	2 1,2745	74,366	1,1
83	3	1	-16	6 1,2629	75,171	0,6
84	2	1	-29	0 1,2571	75,574	0,1
85	3	1	17	6 1,2491	76,143	0,0
86	4	0	-2	7 1,2489	76,163	0,1
87	2	0	-34	0 1,2451	76,437	0,1
88	1	0	-38	0 1,2441	76,506	1,3
89	4	0	4	6 1,2440	76,515	0,0
90	1	1	36	3 1,2273	77,748	0,1
91	2	2	21	5 1,2265	77,806	0,0
92	4	0	-8	8 1,2250	77,920	0,4
93	3	1	-19	7 1,2207	78,251	0,3
94	4	0	10	2 1,2114	78,969	0,0
95	2	1	31	2 1,2099	79,085	0,0
96	3	1	20	3 1,2061	79,385	1,1
97	2	1	-32	0 1,1871	80,911	1,4
98	1	0	40	7 1,1855	81,045	0,2
99	2	2	24	3 1,1774	81,722	0,0
100	4	0	-14	2 1,1771	81,748	0,0
101	3	1	-22	1 1,1763	81,815	0,7
102	3	0	30	2 1,1645	82,826	0,1
103	0	0	42	0 1,1621	83,027	0,0
0	3	1	23	9 1,161	83,110	0,1
4	4	0	16	24 1,157	83,474	0,3
1	4	0	16	10 1,157	83,474	0,3
0	1	1	39	1,148	84,253	0,3
5	1	1	39	39 1,148	84,253	0,3
1	0	1	39	39 1,148	84,253	0,3
0	6	2	1	1,147	84,354	0,0
6	3	2	1	26 1,147	84,354	0,0
1	0	2	-2	1,146	84,441	0,0
0	7	2	-2	31 1,146	84,441	0,0
8	3	2	-2	31 1,146	84,441	0,0
1	0	1	34	1,143	84,708	0,0
0	2	1	34	37 1,143	84,708	0,0
9	2	1	34	37 1,143	84,708	0,0
1	2	0	38	1,142	84,775	0,5
1	2	0	38	64 1,142	84,775	0,5
0	3	2	4	1,142	84,784	0,8
1	3	2	4	53 1,142	84,784	0,8
1	3	2	-5	1,139	85,042	0,0
1	3	2	-5	73 1,139	85,042	0,0
2	3	2	7	1,132	85,729	0,1
1	3	2	7	34 1,132	85,729	0,1
3	3	1	-25	1,130	85,863	0,2
1	3	1	-25	92 1,130	85,863	0,2
4	3	1	-25	92 1,130	85,863	0,2
1	2	2	27	1,128	86,114	0,0
1	2	2	27	27 1,128	86,114	0,0
5	2	2	27	27 1,128	86,114	0,0

1	3	2	-8	1,127	86,159	0,5
6				80		
1	2	1	-35	1,122	86,683	0,2
1				32		
7	3	2	10	1,117	87,188	0,5
1				12		
8	3	1	26	1,115	87,321	0,8
1				75		
9	4	0	-20	1,112	87,597	0,4
1				95		
2	3	2	-11	1,111	87,788	0,1
0				02		
2	3	2	13	1,097	89,158	0,1
1				46		
2	2	0	-40	1,096	89,234	0,2
2				72		
1	4	1	0	1,091	89,770	2,0
2				56		
4	3	2	-14	1,090	89,928	0,6
1				05		
2	4	0	22	1,089	89,995	0,5
5				41		
1						
2						
6						

### Structure

No. me	Na	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Al1	Al	0,0000	0,000	0,000	0,0127	1,0000	6b
			0	00	00			
2	Ca1	Ca	0,0000	0,000	0,155	0,0214	1,0000	12c
			0	00	37			
3	O1	O	0,3012	0,048	0,020	0,0224	1,0000	36f
			0	40	40			
4	O2	O	0,0000	0,000	0,105	0,0630	1,0000	12c
			0	00	42			
5	O3	O	0,2190	0,000	0,250	0,0250	0,2500	18e
			0	00	00			
6	O4	O	0,1016	0,242	0,239	0,0250	0,0833	36f
			7	33	33			
7	C1	C	0,0000	0,000	0,250	0,0250	0,2500	6a
			0	00	00			

## Stick Pattern



Fonte: ICSD.

## A.V FICHA CRISTALOGRÁFICA DA PORTLANDITA

### Name and formula

Reference code: 99-005-0021  
Mineral name: Portlandite  
Compound name: Portlandite  
Common name: Portlandite  
Chemical formula:  $\text{Ca}_{1,00}\text{O}_{2,00}\text{H}_{2,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P-3 m 1  
Space group number: 164  
a (Å): 3,5920  
b (Å): 3,5920  
c (Å): 4,9060  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 120,0000  
Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,24  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 54,82  
RIR: 3,53

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:26  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:26  
Cross-References: ICDD:99-005-0021  
Publication title: Structural pre-reactional transformations in Ca(OH)<sub>2</sub> ICSD collection code: 202220

### References

Structure: Chaix-Pluchery, O., Pannetier, J., Bouillot, J., Niepce, J.C., 0, 0, (0)

### Peak list

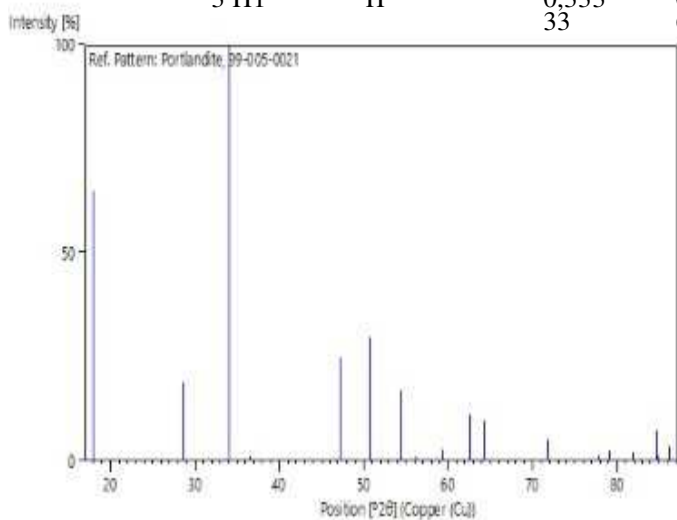
No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	1	4,9060	18,067	64,8
2	1	0	0	3,1107 6	28,674	19,1



3	1	0	-1	2,62715	34,100	100,0
4	0	0	2	2,45300	36,604	0,7
5	1	0	-2	1,92618	47,145	24,7
6	1	1	0	1,79600	50,795	29,7
7	1	1	1	1,68654	54,353	16,7
8	0	0	3	1,63533	56,203	1,2
9	2	0	0	1,55538	59,372	2,5
10	2	0	1	1,48265	62,603	11,0
11	1	1	2	1,44911	64,223	1,2
12	1	0	3	1,44750	64,303	9,6
13	2	0	2	1,31358	71,806	5,2
14	0	0	4	1,22650	77,812	1,4
15	1	1	3	1,20917	79,144	2,4
16	2	1	0	1,17576	81,862	1,9
17	2	1	-1	1,14338	84,707	7,3
18	1	0	4	1,14101	84,924	1,2
19	2	0	-3	1,12703	86,232	3,4

### Structure

N o.	Na me	Elemen t	X	Y	Z	Biso	sof	Wy ck.
<u>Stick</u>	1 Ca1	Ca	0,00000	0,00000	0,00000	0,0000	1,0000	1a
	2 O1	O	0,33333	0,66667	0,23400	0,0000	1,0000	2d
	3 H1	H	0,33333	0,66667	0,42560	0,0000	1,0000	2d





## A.VI FICHA CRISTALOGRÁFICA DO QUARTZO

### **Name and formula**

Reference code: 00-046-1045  
Mineral name: Quartz, syn  
Compound name: Silicon Oxide  
PDF index name: Silicon Oxide  
Empirical formula: O<sub>2</sub>Si  
Chemical formula: SiO<sub>2</sub>

### **Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P3221  
Space group number: 154  
a (Å): 4,9134  
b (Å): 4,9134  
c (Å): 5,4052  
Alpha (°): 90,0000  
Beta (°): 90,0000  
Gamma (°): 120,0000  
Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,65  
Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 2,66  
Volume of cell (10<sup>6</sup>pm<sup>3</sup>): 113,01  
Z: 3,00  
RIR: 3,41

### **Subfiles and quality**

Subfiles: Inorganic, Mineral, Alloy, metal or intermetallic, Cement and Hydration  
Product, Common Phase, Forensic  
Quality: Star (S)

### **Comments**

Color: White  
Color: White  
Temperature of Data Collection: Pattern taken at 23(1) C. Low temperature quartz. 2θ determination based on profile fit method  
Optical Data: B=1.544, Q=1.553, Sign=+  
Additional Patterns: To replace 33-1161.

### **References**

Primary reference: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany.,  
*ICDD Grant-in-Aid*, (1993) Structure: *Z. Kristallogr.*, **198**, 177, (1992)  
Optical data: Swanson, Fuyat., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, **3**, 24, (1954)

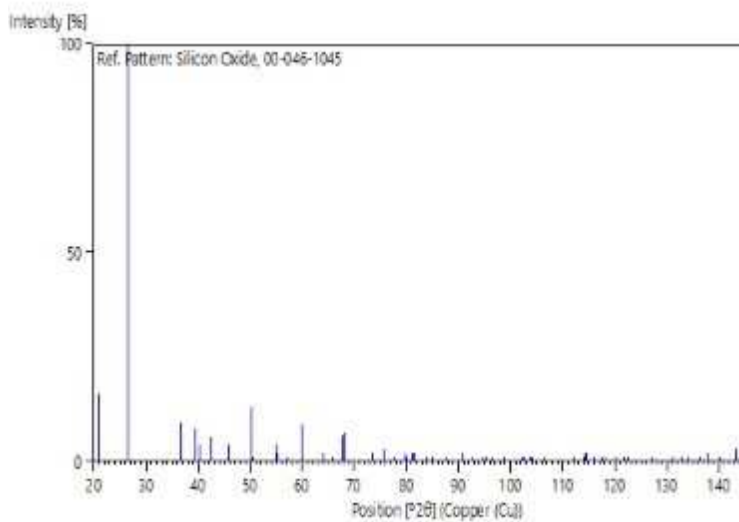
### **Peak list**

	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	1	0	0	4,254 99	20,860	1 6 0

2	1	0	1	3,343	26,640	10
				47		0,0
3	1	1	0	2,456	36,544	9
				87		'
						0
4	1	0	2	2,281	39,465	8
				49		'
						0
5	1	1	1	2,236	40,300	4
				13		'
						0
6	2	0	0	2,127	42,450	6
				71		'
						0
7	2	0	1	1,979	45,793	4
				86		'
						0
8	1	1	2	1,817	50,139	1
				96		3
						'
						0
9	0	0	3	1,801	50,622	1
				74		'
						0
10	2	0	2	1,671	54,875	4
				73		'
						0
11	1	0	3	1,659	55,325	2
				19		'
						0
12	2	1	0	1,608	57,235	1
				27		'
						0
13	2	1	1	1,541	59,960	9
				53		'
						0
14	1	1	3	1,452	64,036	2
				89		'
						0
15	3	0	0	1,418	65,786	1
				41		'
						0
16	2	1	2	1,382	67,744	6
				10		'
						0
17	2	0	3	1,37	68,144	7,0
				496		
18	3	0	1	1,37	68,318	5,0
				188		
19	1	0	4	1,28	73,468	2,0
				791		
20	3	0	2	1,25	75,660	3,0
				595		
21	2	2	0	1,22	77,675	1,0
				832		
22	2	1	3	1,19	79,884	2,0
				982		
23	2	2	1	1,19	80,047	1,0
				779		
24	1	1	4	1,18	81,173	2,0
				399		
25	3	1	0	1,18	81,491	2,0
				017		
26	3	1	1	1,15	83,840	1,0
				298		
27	2	0	4	1,14	84,957	1,0
				065		
28	3	0	3	1,11	87,439	1,0
				455		
29	3	1	2	1,08	90,831	2,0
				155		
30	4	0	0	1,06	92,788	1,0
				380		
31	1	0	5	1,04	94,651	1,0
				772		
32	4	0	1	1,04	95,119	1,0
				380		
33	2	1	4	1,03	96,238	1,0
				461		
34	2	2	3	1,01	98,750	1,0

				490		
35	1	1	5	0,98	102,23	1,0
				958	1	
36	3	1	3	0,98	102,56	1,0
				725	7	
37	3	0	4	0,97	103,87	1,0
				834	7	
38	3	2	0	0,97	104,20	1,0
				617	3	
39	3	2	1	0,96	106,59	1,0
				078	3	
40	4	1	0	0,92	112,11	1,0
				853	4	
41	3	2	2	0,91	114,06	1,0
				816	1	
42	4	0	3	0,91	114,46	2,0
				606	7	
43	4	1	1	0,91	114,63	2,0
				518	9	
44	2	2	4	0,90	115,88	1,0
				889	5	
45	0	0	6	0,90	117,53	1,0
				085	7	
46	2	1	5	0,89	118,31	1,0
				719	3	
47	3	1	4	0,88	120,12	1,0
				891	4	
48	1	0	6	0,88	121,85	1,0
				135	3	
49	4	1	2	0,87	122,60	1,0
				817	5	
50	3	0	5	0,85	127,25	1,0
				980	1	
51	1	1	6	0,84	131,20	1,0
				584	3	
52	5	0	1	0,84	132,75	1,0
				075	6	
53	4	0	4	0,83	134,29	1,0
				592	3	
54	2	0	6	0,82	136,42	1,0
				956	4	
55	4	1	3	0,82	137,89	2,0
				539	5	
56	3	3	0	0,81	140,31	1,0
				891	8	
57	5	0	2	0,81	143,25	3,0
				168	1	
58	3	3	1	0,80	144,11	1,0
				967	9	

### **Stick Pattern**





## A.VII FICHA CRISTALOGRÁFICA DO MONOCARBOALUMINATO DE CÁLCIO

### Name and formula

Reference code: 99-005-0043  
Compound name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide carbonate pentahydrate  
Common name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide carbonate pentahydrate  
Chemical formula:  $\text{Ca}_{4,00}\text{Al}_{2,00}\text{O}_{20,00}\text{C}_{1,00}\text{H}_{22,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Anorthic  
Space group: P 1  
Space group number: 1  
a (Å): 5,7750  
b (Å): 8,4690  
c (Å): 9,9230  
Alpha (°): 64,7700  
Beta (°): 82,7500  
Gamma (°): 81,4300

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,18  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 433,05  
RIR: 2,09

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic  
Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 16/05/2019 09:56:29  
Modification Date: 16/05/2019 09:56:29  
Cross-References: ICDD:99-005-0043  
Structure TIDY: TRANS -x,-y,-z origin  
.45700 .85700 .68700 Publication title: A cementitious compound with composition 3CaO . Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> . CaCO<sub>3</sub> . 11H<sub>2</sub>O ICSD collection code: 59327

### References

Structure: Francois, M., Renaudin, G., Evrard, O., 0, 0, (0)

### Peak list

	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	1	8,9543	9,870	2,3
2	0	1	0	7,6178	11,607	1,9
3	0	1	1	7,5538	11,706	100,0

4	1	0	0	5,6964	15,543	0,7
5	1	0	1	4,9665 <sup>8</sup>	17,845	0,6
6	1	1	1	4,9565 <sup>1</sup>	17,881	0,4
7	0	-	1	4,8863 <sup>8</sup>	18,140	0,9
8	0	1	2	4,8358 <sup>3</sup>	18,331	0,9
9	1	1	0	4,8135 <sup>0</sup>	18,417	0,9
10	-	0	1	4,6606 <sup>9</sup>	19,026	1,6
11	0	0	2	4,4771 <sup>9</sup>	19,814	2,7
12	1	-	0	4,3462 <sup>6</sup>	20,417	4,2
13	-	1	1	4,2265 <sup>1</sup>	21,002	0,4
14	0	2	1	4,1869 <sup>2</sup>	21,203	0,5
15	1	1	2	3,9779 <sup>7</sup>	22,331	4,2
16	0	2	0	3,8089 <sup>9</sup>	23,335	5,1
17	0	2	2	3,7769 <sup>2</sup>	23,536	28,7
18	-	-	1	3,7647 <sup>1</sup>	23,613	0,3
19	1	-	1	3,6553 <sup>2</sup>	24,331	0,8
20	1	0	2	3,6463 <sup>2</sup>	24,391	0,8
21	1	2	1	3,6434 <sup>9</sup>	24,411	1,5
22	-	1	2	3,4510 <sup>6</sup>	25,795	4,7
23	1	2	2	3,4171 <sup>5</sup>	26,056	0,3
24	-	0	2	3,4060 <sup>0</sup>	26,142	0,4
25	1	2	0	3,3340 <sup>2</sup>	26,717	0,2
26	0	-1	2	3,3063 <sup>1</sup>	26,945	0,4
27	0	1	3	3,2801 <sup>2</sup>	27,164	0,2
28	-1	2	1	3,1561 <sup>5</sup>	28,253	0,1
29	0	-2	1	3,0750 <sup>0</sup>	29,015	0,2
30	0	2	3	3,0414 <sup>4</sup>	29,342	0,1
31	1	-2	0	3,0216 <sup>3</sup>	29,539	0,6
32	1	1	3	3,0065 <sup>5</sup>	29,690	0,5
33	0	0	3	2,9847 <sup>7</sup>	29,912	0,3
34	-1	2	2	2,9336 <sup>4</sup>	30,446	0,1
35	1	2	3	2,8760 <sup>3</sup>	31,071	0,3
36	1	-1	2	2,8666 <sup>4</sup>	31,175	6,7
37	-1	-1	2	2,8525 <sup>1</sup>	31,334	9,1
38	2	0	0	2,8482 <sup>4</sup>	31,382	8,9
39	2	1	1	2,8226 <sup>1</sup>	31,674	2,7
40	-1	-2	1	2,7784 <sup>2</sup>	32,192	5,1
41	2	0	1	2,7709 <sup>0</sup>	32,281	0,4
42	2	1	0	2,7658 <sup>8</sup>	32,341	0,4
43	0	3	1	2,7626 <sup>4</sup>	32,380	0,3



44	0	3	2	2,7534	32,492	0,1
45	1	0	3	2,7234	32,859	10,4
46	-1	1	3	2,7027	33,118	0,2
47	-2	0	1	2,6609	33,654	0,4
48	1	3	2	2,6485	33,816	1,9
49	1	-2	1	2,6388	33,945	0,2
50	1	3	1	2,6313	34,044	0,1
51	2	1	2	2,6237	34,145	0,4
52	2	-1	0	2,5795	34,749	0,5
53	-1	0	3	2,5708	34,871	0,9
54	0	3	0	2,5392	35,318	0,1
55	2	2	1	2,5379	35,338	0,2
56	-2	1	1	2,5312	35,433	11,3
57	-1	2	3	2,5242	35,536	0,4
58	0	3	3	2,5179	35,628	3,8
59	-2	-1	1	2,4932	35,992	5,6
60	2	0	2	2,4832	36,142	7,8
61	2	2	2	2,4782	36,217	0,2
62	1	3	3	2,4571	36,540	0,0
63	0	-1	3	2,4542	36,584	0,1
64	0	-2	2	2,4431	36,756	7,4
65	0	1	4	2,4392	36,817	0,1
66	2	-1	1	2,4293	36,972	1,8
67	0	2	4	2,4179	37,154	3,9
68	1	3	0	2,4166	37,175	16,1
69	2	2	0	2,4067	37,332	1,9
70	-1	3	1	2,3618	38,069	0,2
71	1	2	4	2,3498	38,271	0,1
72	-1	3	2	2,3383	38,467	5,6
73	1	1	4	2,3375	38,480	11,3
74	-2	0	2	2,3303	38,604	4,3
75	-2	1	2	2,3137	38,893	0,2
76	2	1	3	2,2944	39,232	2,3
77	1	-1	3	2,2734	39,611	0,2
78	-1	-2	2	2,2700	39,673	0,0
79	2	2	3	2,2626	39,807	0,2
80	0	0	4	2,2385	40,254	2,9
81	-1	-1	3	2,2350	40,320	0,0
82	1	-3	0	2,2328	40,362	0,5
83	1	-2	2	2,2214	40,577	0,1

84	0	-3	1	2,2135	40,730	2,2
85	-2	2	1	2,2066	40,862	0,1
86	0	3	4	2,1900	41,186	0,0
87	-1	3	3	2,1746	41,491	0,0
88	2	-2	0	2,1731	41,522	1,6
89	2	-1	2	2,1640	41,704	0,2
90	1	3	4	2,1634	41,716	4,2
91	-1	1	4	2,1578	41,830	1,8
92	2	3	2	2,1574	41,837	0,1
93	-2	-2	1	2,1568	41,849	0,1
94	-2	-1	2	2,1518	41,950	0,0
95	2	0	3	2,1367	42,262	0,1
96	1	0	4	2,1350	42,298	0,1
97	2	3	1	2,1346	42,305	1,6
98	-1	2	4	2,1193	42,626	0,1
99	-1	-3	1	2,1176	42,661	0,1
100	-2	2	2	2,1132	42,755	8,0
101	0	4	2	2,0934	43,179	5,1
102	1	4	2	2,0675	43,748	0,1
103	2	3	3	2,0621	43,869	1,5
104	0	4	1	2,0435	44,290	0,0
105	-1	0	4	2,0354	44,473	0,0
106	0	4	3	2,0335	44,518	0,0
107	-2	1	3	2,0307	44,582	2,2
108	2	-2	1	2,0282	44,641	0,0
109	1	4	3	2,0210	44,809	1,9
110	1	-3	1	2,0127	45,003	0,1
111	1	4	1	2,0081	45,112	4,7
112	2	3	0	2,0039	45,211	0,0
113	-2	0	3	1,9920	45,497	0,0
114	2	2	4	1,9889	45,571	2,7
115	0	-2	3	1,9832	45,711	0,1
116	0	2	5	1,9651	46,155	0,1
117	2	1	4	1,9627	46,215	0,1
118	-1	3	4	1,9426	46,721	4,7
119	0	-1	4	1,9407	46,770	0,0
120	1	2	5	1,9380	46,839	5,1
121	-2	2	3	1,9337	46,949	0,2
122	0	1	5	1,9311	47,016	2,9
123	3	1	1	1,9175	47,370	0,1

124	0	4	0	1,9044	47,716	2,2
125	3	0	0	1,8988	47,866	0,0
126	0	-3	2	1,8964	47,930	0,1
127	3	1	0	1,8901	48,101	0,1
128	1	1	5	1,8887	48,139	0,2
129	0	4	4	1,8884	48,146	1,0
130	1	4	4	1,8875	48,170	0,0
131	3	0	1	1,8845	48,253	1,0
132	-2	-2	2	1,8823	48,312	0,8
133	2	-1	3	1,8811	48,344	0,1
134	-1	-2	3	1,8780	48,430	0,1
135	-1	4	2	1,8763	48,477	0,1
136	0	3	5	1,8757	48,492	0,4
137	1	3	5	1,8678	48,710	0,1
138	1	4	0	1,8667	48,742	0,0
139	3	1	2	1,8603	48,922	0,3
140	-2	3	1	1,8597	48,937	5,2
141	1	-1	4	1,8562	49,035	1,3
142	-1	4	1	1,8486	49,249	0,3
143	-2	3	2	1,8395	49,510	0,2
144	-2	-1	3	1,8380	49,553	0,2
145	3	2	1	1,8355	49,626	0,4
146	-3	0	1	1,8316	49,738	1,7
147	2	-2	2	1,8276	49,855	0,9
148	-1	-3	2	1,8266	49,883	1,4
149	-1	4	3	1,8244	49,949	0,1
150	2	0	4	1,8232	49,985	1,0
151	2	4	2	1,8217	50,028	5,1
152	3	2	2	1,8208	50,055	0,0
153	-1	-1	4	1,8184	50,125	0,6
154	-2	-3	1	1,8151	50,222	0,2
155	2	-3	0	1,8027	50,591	0,1
156	3	-1	0	1,7982	50,728	0,1
157	2	4	3	1,7975	50,747	0,1
158	3	0	2	1,7938	50,860	0,0
159	0	0	5	1,7908	50,951	0,1
160	-3	-1	1	1,7879	51,039	0,0
161	-1	2	5	1,7866	51,080	0,0
162	3	2	0	1,7763	51,399	0,1
163	-1	1	5	1,7744	51,456	0,0

164	-3	1	1	1,7739	51,474	0,0
165	1	-3	2	0 1,7732	51,496	0,2
166	2	4	1	0 1,7729	51,502	0,0
167	-2	1	4	9 1,7592	51,934	0,0
168	3	-1	1	7 1,7523	52,155	0,0
169	1	-4	0	3 1,7511	52,192	0,0
170	-2	3	3	8 1,7492	52,255	0,7
171	1	0	5	1 1,7437	52,431	0,1
172	3	1	3	4 1,7384	52,604	0,0
173	3	2	3	2 1,7371	52,646	0,0
174	2	2	5	4 1,7273	52,969	0,0
175	-2	2	4	0 1,7255	53,028	0,4
176	0	-4	1	2 1,7228	53,116	0,1
177	1	4	5	6 1,7113	53,502	1,2
178	-1	4	4	3 1,7105	53,530	0,0
179	2	4	4	3 1,7085	53,596	0,0
180	-1	3	5	5 1,7063	53,670	0,0
181	-3	0	2	9 1,7056	53,694	0,1
182	0	4	5	7 1,7051	53,712	0,0
183	-2	0	4	4 1,7030	53,785	0,0
184	3	3	2	1 1,693	54,117	1,0
185	2	3	5	33 1,688	54,277	0,2
186	-	-4	1	73 1,688	54,297	0,5
187	2	-3	1	14 1,687	54,323	0,7
188	2	1	5	39 1,680	54,569	0,7
189	3	3	1	38 1,675	54,733	0,1
190	-	0	5	73 1,675	54,753	0,8
191	1	5	3	17 1,670	54,930	0,0
192	0	5	2	17 1,669	54,965	0,0
193	1	5	2	21 1,667	55,037	0,3
194	2	4	0	20 1,667	55,044	0,0
195	0	5	3	00 1,665	55,086	0,7
196	-	-2	1	81 1,662	55,222	4,4
197	3	0	3	04 1,655	55,459	3,8
198	3	0	3	50 1,655	55,459	3,8

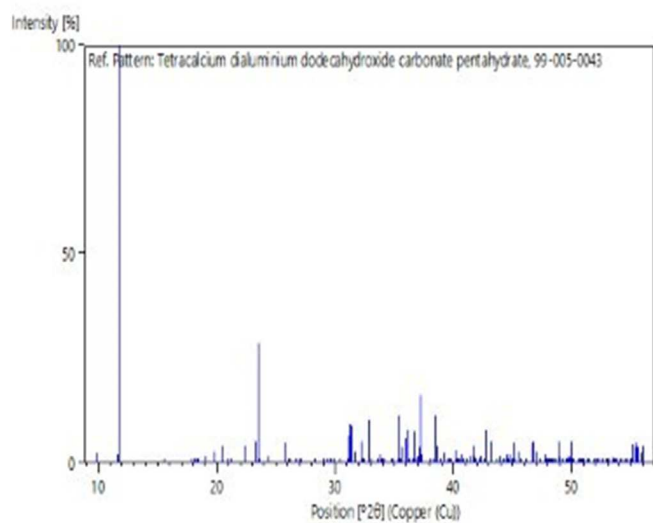
7						
1	0	-2	4	1,653	55,544	4,8
9				15		
8						
1	3	3	3	1,652	55,579	0,0
9				19		
2	3	-1	2	1,650	55,635	3,6
0				66		
2	-	-1	2	1,642	55,934	2,3
0	3			57		
1						
2	0	2	6	1,640	56,027	4,0
0				06		
2						
2	-	2	1	1,639	56,043	0,0
0	3			61		
3						

**Structure**

No.	Na	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca1	Ca	0,024	0,022	0,507	0,0000	1,000	1a
			41	74	87		0	
2	Ca2	Ca	0,063	0,254	0,120	0,0000	1,000	1a
			22	80	12		0	
3	Ca3	Ca	0,528	0,521	0,003	0,0000	1,000	1a
			82	62	21		0	
4	Ca4	Ca	0,566	0,761	0,617	0,0000	1,000	1a
			00	78	75		0	
5	Al1	Al	0,543	0,142	0,313	0,0000	1,000	1a
			00	79	18		0	
6	Al2	Al	0,050	0,636	0,809	0,0000	1,000	1a
			10	87	51		0	
7	O1	O	0,389	0,931	0,391	0,0000	1,000	1a
			30	80	50		0	
8	O2	O	0,695	0,353	0,232	0,0000	1,000	1a
			60	40	20		0	
9	O3	O	0,236	0,252	0,334	0,0000	1,000	1a
			60	00	00		0	
10	O4	O	0,847	0,028	0,294	0,0000	1,000	1a
			70	00	50		0	
11	O5	O	0,197	0,850	0,734	0,0000	1,000	1a
			80	50	60		0	
12	O6	O	0,901	0,424	0,887	0,0000	1,000	1a
			40	40	10		0	
13	O7	O	0,744	0,748	0,827	0,0000	1,000	1a
			50	50	30		0	
14	O8	O	0,356	0,530	0,786	0,0000	1,000	1a
			80	10	80		0	
15	O9	O	0,475	0,209	0,110	0,0000	1,000	1a
			20	40	50		0	
16	O10	O	0,612	0,075	0,513	0,0000	1,000	1a
			90	40	20		0	
17	O11	O	0,115	0,568	0,011	0,0000	1,000	1a
			90	70	80		0	
18	O12	O	0,979	0,708	0,606	0,0000	1,000	1a
			00	30	80		0	
19	O13	O	0,954	0,241	0,626	0,0000	1,000	1a
			30	20	40		0	
20	O14	O	0,134	0,037	0,004	0,0000	1,000	1a
			60	50	20		0	
21	O15	O	0,631	0,542	0,498	0,0000	1,000	1a
			80	90	70		0	
22	O16	O	0,199	0,586	0,359	0,0000	1,000	1a
			40	80	90		0	
23	O17	O	0,420	0,199	0,753	0,0000	1,000	1a
			90	70	40		0	
24	O18	O	0,786	0,730	0,222	0,0000	1,000	1a
			50	40	60		0	
25	O19	O	0,466	0,747	0,109	0,0000	1,000	1a
			30	80	30		0	
26	O20	O	0,718	0,950	0,001	0,0000	1,000	1a
			20	10	20		0	

27 C1	C	0,657	0,809	0,111	0,0000	1,000	1a
		80	60	40		0	
28 H1	H	0,362	0,902	0,321	0,0130	1,000	1a
		00	00	00		0	
29 H2	H	0,701	0,424	0,281	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
30 H3	H	0,234	0,336	0,371	0,0120	1,000	1a
		00	00	00		0	
31 H4	H	0,853	0,925	0,291	0,0120	1,000	1a
		00	00	00		0	
32 H5	H	0,196	0,918	0,787	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
33 H6	H	0,879	0,397	0,810	0,0140	1,000	1a
		00	00	00		0	
34 H7	H	0,745	0,829	0,868	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
35 H8	H	0,370	0,419	0,794	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
36 H9	H	0,539	0,175	0,036	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
37 H10	H	0,518	0,138	0,558	0,0120	1,000	1a
		00	00	00		0	
38 H11	H	0,041	0,644	0,045	0,0110	1,000	1a
		00	00	00		0	
39 H12	H	0,039	0,675	0,531	0,0120	1,000	1a
		00	00	00		0	
40 H13	H	0,867	0,345	0,577	0,0340	1,000	1a
		00	00	00		0	
41 H14	H	0,113	0,290	0,618	0,0340	1,000	1a
		00	00	00		0	
42 H15	H	0,235	0,938	0,045	0,0240	1,000	1a
		00	00	00		0	
43 H16	H	0,000	0,000	0,000	0,0240	1,000	1a
		00	00	00		0	
44 H17	H	0,494	0,516	0,496	0,0270	1,000	1a
		00	00	00		0	
45 H18	H	0,671	0,609	0,399	0,0270	1,000	1a
		00	00	00		0	
46 H19	H	0,053	0,653	0,317	0,0310	1,000	1a
		00	00	00		0	
47 H20	H	0,310	0,647	0,281	0,0310	1,000	1a
		00	00	00		0	
48 H21	H	0,565	0,160	0,794	0,0360	1,000	1a
		00	00	00		0	
49 H22	H	0,302	0,155	0,825	0,0360	1,000	1a
		00	00	00		0	

### Stick Pattern



## A.VIII FICHA CRISTALOGRÁFICA DA MUSCOVITA

### Name and formula

Reference code: 00-007-0042

Mineral name: Muscovite-37  
 Compound name: Potassium Aluminum Silicate Hydroxide  
 PDF index name: Potassium Aluminum Silicate Hydroxide

Empirical formula:  $Al_{2,9}H_2KO_{12}Si_{3,1}$   
 Chemical formula:  $(K,Na)(Al,Mg,Fe)_2(Si_{3,1}Al_{0,9})O_{10}(OH)_2$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: P3121  
 Space group number: 152

a (Å): 5,2030  
 b (Å): 5,2030  
 c (Å): 29,9880  
 Alpha (°): 90,0000  
 Beta (°): 90,0000  
 Gamma (°): 120,0000

Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2,82  
 Measured density (g/cm<sup>3</sup>): 2,82  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 703,05  
 Z: 3,00

RIR:: -

### Subfiles and quality

Subfiles: Common Phase, Corrosion, Educational pattern, Forensic, Inorganic, Mineral  
 Quality: Indexed (I)

### Comments

Color: White  
 Optical Data: A=1.555, B=1.589, Q=1.590, Sign=-, 2V=15(3)°\*  
 Color: White  
 Sample Source or Locality: Specimen from Sultan Basin, Snohomish County, Washington, USA. See Axelrod, Grimaldi, *Am. Mineral.*, **34** 559 (1949) for optical, chemical, thermal and X-ray data  
 Additional Patterns: See ICSD 26818 (PDF 74-1107); See ICSD 27170 (PDF 74-1392); See ICSD 75952 (PDF 82-1852); See ICSD 75953 (PDF 85-1855).

### References

Primary reference: Yoder, Eugster., *Geochim. Cosmochim. Acta*, **8**, 225, (1955)

### Peak list

N	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	3	9,9700	8,86	100,0
2	0	0	6	4,9900	17,760	55,0
3	1	0	0	4,4900	19,757	20,0
4	1	0	1	4,4600	19,891	20,0
5	1	0	4	3,8730	22,944	10,0
6	1	0	5	3,5960	24,738	8,0
7	0	0	9	3,3310	26,742	100,0

				00		
8	1	0	7	3,110	28,681	10,0
9	1	0	8	2,884	30,983	16,0
				00		
10	1	1	1	2,589	34,618	16,0
				00		
11	1	1	2	2,564	34,967	25,0
				00		
12	0	0	1	2,499	35,907	12,0
				00		
13	1	1	4	2,457	36,542	8,0
				00		
14	1	1	5	2,384	37,702	8,0
				00		
15	2	0	0	2,254	39,967	6,0
				00		
16	1	1	7	2,222	40,567	4,0
				00		
17	2	0	3	2,197	41,050	4,0
				00		
18	1	1	8	2,13600	42,277	12,0
19	2	0	6	2,05600	44,006	4,0
20	0	0	15	1,99900	45,330	45,0
21	1	1	10	1,96600	46,134	8,0
22	1	1	11	1,88500	48,240	2,0
23	1	1	14	1,65400	55,514	10,0
24	2	1	5	1,63800	56,103	4,0
25	2	1	6	1,61400	57,013	4,0
26	2	1	8	1,55100	59,557	2,0
27	1	1	16	1,52100	60,854	6,0
28	3	0	0	1,50200	61,708	12,0

