



Luzilene Souza Silva

**ESTUDO DA VIABILIDADE TÉCNICA DE
UTILIZAÇÃO DE UM CIMENTO COMPOSTO
POR ADIÇÕES DE RESÍDUO DE CAULIM DA
AMAZÔNIA PARA A PRODUÇÃO DE
ARGAMASSA E CONCRETO**

TESE DE DOUTORADO

Instituto de Tecnologia
Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil

Tese orientada pelo Professor Dr. Marcelo de Souza Picanço e
coorientada pela Professora. Andrielli Moraes de Oliveira

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



Luzilene Souza Silva

**Estudo da Viabilidade Técnica de Utilização de um Cimento Composto por Adições
de Resíduo de Caulim da Amazônia para a Produção de Argamassa e Concreto**

Tese de Doutorado

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

Orientador: Prof. Dr. Marcelo de Souza Picanço

Coorientador: Prof^ª. Dr^ª. Andrielli Moraes de Oliveira

Belém/PA
Abril de 2024

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Luzilene Souza Silva.

TÍTULO: Estudo da Viabilidade Técnica de Utilização de um Cimento Composto por Adições de Resíduo de Caulim da Amazônia para a Produção de Argamassa e Concreto.

GRAU: Doutora

ANO: 2024

É concedida à Universidade Federal do Pará permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias, somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa tese de doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Luzilene Souza Silva

Avenida Serzedelo Correa, 1726 – Batista Campos.

66033-442 Belém – PA – Brasil.

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

S719e Souza Silva, Luzilene.
Estudo da viabilidade técnica de utilização de um cimento composto por adições de resíduo de caulim da Amazônia para a produção de argamassa e concreto / Luzilene Souza Silva. — 2024.
130 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Marcelo de Souza Picanço
Coorientação: Prof^a. Dra. Andrielli Moraes de Oliveira
Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Pará, Instituto de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Belém, 2024.

1. Resíduo de caulim . 2. Cimento composto . 3. Adição mineral cimentícia. I. Título.

CDD 620.118



ESTUDO DA VIABILIDADE TÉCNICA DE UTILIZAÇÃO DE UM CIMENTO COMPOSTO POR ADIÇÕES DE RESÍDUO DE CAULIM DA AMAZÔNIA PARA A PRODUÇÃO DE ARGAMASSA E CONCRETO

AUTORA:

LUZILENE SOUZA SILVA

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

APROVADO EM: 18 / 01 / 2024.

BANCA EXAMINADORA:

Documento assinado digitalmente
MARCELO DE SOUZA PICANÇO
Data: 26/04/2024 16:15:58-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

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

Profa. Dra. Andrielli Moraes de Oliveira
Membro Externo (UFG)

Prof. Dr. Lucas Feitosa de Albuquerque Lima Babadopulos
Membro Externo (UFC)

Prof. Dr. Antônio Eduardo Bezerra Cabral
Membro Externo (UFMG)

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

Visto:

Prof. Dr. Dênio Ramam Carvalho de Oliveira
Coordenador do PPGE / ITEC / UFPA

*“Aprender é a única coisa de que a mente nunca se cansa,
nunca tem medo, nunca se arrepende”
(Leonardo da Vinci)*

RESUMO

SILVA, L. S. **Estudo da Viabilidade Técnica de Utilização de um Cimento Composto por Adições de Resíduo de Caulim da Amazônia para a Produção de Argamassa e Concreto.** Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Pará. Belém, 2024

O emprego de adições minerais em substituição parcial ao clínquer tem sido uma das principais estratégias para a redução da emissão de CO₂ por parte da indústria do cimento. Alguns autores têm apontado o resíduo de caulim como material promissor para proposição de compósitos cimentícios com propriedades mecânicas adequadas para o uso na construção civil. As principais empresas de beneficiamento de caulim localizadas na Região Amazônica geram milhões de toneladas deste resíduo anualmente, que, no momento, sem uma alternativa para sua logística reversa. Neste sentido, este trabalho avaliou a viabilidade técnica da utilização de um cimento composto por adições de resíduo de caulim da Amazônia para a produção de argamassa e concreto de uso estrutural. Para tanto, o cimento composto por 25% e 60% de adições minerais de resíduo de caulim foi aplicado em diferentes composições de concretos e argamassas. Foram avaliadas as propriedades das argamassas no estado fresco e endurecido, e no concreto foram realizados ensaios para analisar suas características físico-mecânicas. O resíduo de caulim se mostrou tecnicamente viável para a utilização como composição pozolânica, quando calcinado a 600 °C, apresentando um material com alta concentração de caulinita, além do bom desempenho como material carbonático, na forma *in natura* (passando apenas pelo processo de moagem), devido ao efeito filer, decorrente da elevada área específica de suas partículas. Verificou-se, também, que a utilização do cimento com 25% de caulim (15% calcinado e 10% na sua forma *in natura*), proporcionou melhorias na maioria das propriedades da argamassa avaliada nesta pesquisa como: maior resistência à compressão, menor índice de vazios e menor de absorção de água por capilaridade. De fato, a argamassa produzida atendeu aos requisitos estipulados pela normativa brasileira para a utilização como revestimento de paredes e tetos. Do mesmo modo, a utilização de até 60% de resíduo de caulim (50% calcinado e 10% na sua forma *in natura*) se mostrou tecnicamente viável para a produção de um cimento composto por pozolana e filer, capaz de proporcionar a criação de concreto estrutural que atende aos requisitos mínimos necessários para ser utilizado em obras estruturais. De forma geral, os resultados obtidos nesta pesquisa foram satisfatórios no que se refere à possibilidade do reaproveitamento do resíduo de caulim para a produção de um cimento composto que pode ser aplicado em compósitos cimentícios tais como argamassa de revestimento e concretos de uso estrutural, podendo propiciar benefícios ambientais e econômicos, tanto para a indústria cimenteira quanto para a indústria de beneficiamento do caulim.

Palavras-Chave: Resíduo de Caulim, Argamassas, Concreto, Cimento Portland, Adição Mineral Cimentícia.

ABSTRACT

SILVA, L. S. Estudo da Viabilidade Técnica de Utilização do Resíduo de Caulim da Amazônia Como Adição Mineral do Cimento Portland Para Aplicação em Argamassas de Revestimento. Tese de Doutorado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil. Universidade Federal do Pará. Belém, 2024.

The use of mineral additions to partially replace clinker has been one of the main strategies for reducing CO₂ emissions by the cement industry. Some authors have pointed to kaolin residue as a promising material for proposing cementitious composites with mechanical properties suitable for use in civil construction. The main kaolin processing companies located in the Amazon Region generate millions of tons of this waste annually, which, now, lacks an alternative for its reverse logistics. In this sense, this work evaluated the technical and technological feasibility of using a cement composed of additions of kaolin residue from the Amazon to produce mortar and concrete for structural use. For this, cements composed of 25% and 60% mineral additions of kaolin residue were applied in different compositions of concrete and mortar. The properties of the mortars in the fresh and hardened state were evaluated, and tests were carried out on the concrete to analyze its physical-mechanical characteristics. The kaolin residue proved to be technically viable for use as a pozzolanic composition, when calcined at 600 °C, presenting a material with a high concentration of kaolinite, in addition to good performance as a carbonate material, in natural form (only going through the grinding process), due to the filler effect, resulting from the high specific area of its particles. It was also found that the use of cement with 25% kaolin (15% calcined and 10% in its natural form) provided improvements in most of the properties of the mortar evaluated in this research, such as: greater compressive strength, lower index of voids and lower water absorption by capillarity. In fact, the mortar produced met the requirements stipulated by Brazilian regulations for use as a covering for walls and ceilings. Likewise, the use of up to 60% of kaolin residue (50% calcined and 10% in its natural form) proved to be technically viable to produce a cement composed of pozzolan and filler, capable of creating concrete structure that meets the minimum requirements necessary to be used in structural works. In general, the results obtained in this research were satisfactory regarding the possibility of reusing kaolin residue to produce a composite cement that can be applied in cementitious composites such as coating mortar and structural concrete, which can provide environmental and economic benefits, both for the cement industry and the kaolin processing industry.

Keywords: Kaolin Waste, Portland Cement, Cementitious Mineral Addition, Mortar, Concrete.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1

1 INTRODUÇÃO.....	13
1.1 OBJETIVOS.....	16
1.2 ESTRUTURA DA TESE.....	17

CAPÍTULO 2

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL.....	18
2.1 CAULIM.....	18
2.1.1 Reservas mundiais e industrialização do caulim no Brasil.....	19
2.1.2 Mineralogia e geologia do caulim.....	20
2.1.3 Aplicações do caulim.....	22
2.1.4 Lavra e beneficiamento do caulim.....	24
2.1.5 Formação e classificação do rejeito de caulim.....	27
2.1.6 Quantificação e danos ambientais gerados pelo rejeito de caulim.....	28
2.2 CIMENTO PORTLAND E MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES (ADIÇÕES MINERAIS).....	29
2.2.1 Tipos de adições minerais.....	30
2.3 ARGAMASSA.....	33

CAPÍTULO 3

3 ARTIGO 1 - ANÁLISE INVESTIGATIVA SOBRE O USO DE RESÍDUO DE CAULIM PARA A PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS.....	36
3.1 INTRODUÇÃO.....	38
3.2 METODOLOGIA.....	40
3.3 RESULTADOS.....	42
3.4 CARACTERÍSTICAS DO RESÍDUO DE CAULIM.....	42
3.4.1 Composição química.....	42
3.4.2 Densidade.....	44

3.4.3 Granulometria.....	45
3.4.5 Temperatura de calcinação.....	47
3.5 APLICAÇÕES EM CONCRETOS E ARGAMASSAS.....	48
3.5.1 Resistência mecânica.....	48
3.5.1.1 <i>Resistência à compressão simples.....</i>	<i>48</i>
3.5.1.2 <i>Resistência à tração.....</i>	<i>53</i>
3.5.1.3 <i>Trabalhabilidade.....</i>	<i>54</i>
3.5.2 Composição utilizada para compósitos cimentícios com uso de resíduo de caulim (teor ótimo).....	56
3.5.3 Correlação entre o percentual de resíduo utilizado e as propriedades das misturas cimentícias	57
3.5.4 Oportunidade de pesquisa.....	61
3.6 CONCLUSÕES.....	61

CAPÍTULO 4

4 ARTIGO 2 - EFEITO DO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE CAULIM DA AMAZÔNIA NAS CARACTERÍSTICAS DE UM MATERIAL CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR EMPREGADO NA PRODUÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMPOSTO.....	66
4.1 INTRODUÇÃO.....	67
4.2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	70
4.2.1 Materiais.....	70
4.2.2 Métodos.....	72
4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	74
4.3.1 Resultados de caracterização do resíduo de caulim.....	74
4.3.2 Resultados dos ensaios físico-mecânicos das argamassas.....	82
4.3.3 Análise da correlação dos resultados.....	86
4.4 CONCLUSÕES.....	89

CAPÍTULO 5

5 ARTIGO 3 - ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DA UTILIZAÇÃO DO RESÍDUO DE CAULIM DA AMAZÔNIA NAS PROPRIEDADES NO ESTADO FRESCO E ENDURECIDO DE UMA ARGAMASSA DE REVESTIMENTO.....	95
5.1 INTRODUÇÃO.....	96
5.2 MATERIAIS E MÉTODOS.....	98
5.2.1 Materiais.....	98
5.2.2 Métodos.....	99
5.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	102
5.3.1 Ensaio no estado fresco.....	102
5.3.1.1 Densidade de massa fresca e teor de ar incorporado.....	102
5.3.1.2 Consistência pelo método da mesa e Squeeze-flow.....	104
5.3.2 Ensaio no estado endurecido.....	105
5.3.2.1 Densidade de massa endurecida.....	105
5.3.2.2 Resistência à compressão.....	106
5.3.2.3 Resistência à tração na flexão.....	108
5.3.2.4 Módulo de elasticidade dinâmico e estático.....	110
5.3.2.5 Absorção de água por capilaridade.....	113
5.3.2.6 Determinação da variação dimensional.....	115
5.3.2.7 Resistência potencial à tração.....	117
5.4 CARBONATAÇÃO ACELERADA.....	120
5.5 MICROESTRUTURA.....	121
5.5.1 Microestrutura Eletrônica de Varredura – MEV.....	121
5.6 CONCLUSÕES.....	123

CAPÍTULO 6

6 CONCLUSÕES GERAIS.....	128
---------------------------------	------------

Lista de Figuras

Figura 1- Estrutura da tese17

Figura 2 - Consumo setorial de caulim222

Figura 3 - Principais usos do caulim em papel23

Figura 4 - Vista da cava corpo G da mina de Ipixuna da Imerys - RCC - exemplo das operações de lavra25

Figura 5 - Fluxograma do beneficiamento do Caulim26

Figura 6 - Vista aérea das 5 lagoas de resíduo de caulim Imerys RCC Barcarena - PA.27

Figura 7 - Depósito de resíduos de caulim29

Figura 8 - Aspecto de algumas adições minerais33

Figura 9 – Gráfico com o quantitativo de trabalhos por ano de publicação17

Figura 10 – Gráfico da massa específica dos resídeos estudados22

Figura 11 – Gráfico da área superficial específica dos resídeos estudados23

Figura 12 – Gráfico da faixa de temperatura de calcinação utilizada por diversos autores25

Figura 13 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à compressão de argamassas26

Figura 14 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à compressão de concretos.27

Figura 15 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à tração das argamassas29

Figura 16 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à tração de concretos de acordo com o percentual de resíduo incorporado3354

Figura 17 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de consistência das argamassas17

Figura 18 – Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de consistência dos concretos2255

Figura 19 – Gráfico de correlação entre a resistência à compressão e o percentual de resíduo incorporado para as argamassas2358

Figura 20 – Gráfico de correlação entre a resistência à compressão e o percentual de resíduo incorporado aos concretos2558

Figura 21 – Gráfico de correlação entre a resistência à tração na flexão e o percentual de resíduo incorporado para as argamassas2659

Figura 22 – Gráfico de correlação entre a resistência à tração na flexão e o percentual de resíduo incorporado para os concretos.27

Figura 23 – Gráfico de correlação entre a consistência padrão e o percentual de resíduo incorporado para as argamassas29

Figura 24 – Gráfico de correlação entre a consistência padrão e o percentual de resíduo incorporado para os concretos3360

Figura 25 – Fluxograma do processo de beneficiamento do caulim pela empresa Imerys - RCC17

Figura 26 – Mapa de localização da mina em Ipixuna/PA e da planta de beneficiamento em Barcarena/PA221

Figura 27 – Curvas de distribuição granulométrica a laser23

Figura 28 – (a) Variação do percentual de perda de massa; (b) Variação térmica pela diferença de temperatura25

Figura 29 – Difratogramas de raios-X das amostras analisadas25

Figura 30 – Resistência à compressão das argamassas (Mpa) aos 7 e 28 dias de cura25

Figura 31 – Módulo de elasticidade estático das argamassas (GPa) aos 28 dias de cura25

Figura 32 – Gráfico de correlação entre o percentual de resíduo do tipo RB incorporado e as propriedades físico-mecânicas das argamassas25

Figura 33 – Gráfico de correlação entre a relação água/cimento e as propriedades físico-mecânicas das argamassas26

Figura 34 – Gráfico de correlação entre o percentual de resíduo do tipo RIM incorporado e as propriedades físico-mecânicas das argamassas.27

Figura 35 – Gráfico de correlação entre a relação água/cimento e as propriedades físico-mecânicas das argamassas29

Figura 36 – Esquema das medições nas fatias retiradas dos prismas33101

Figura 37 – Resultados de densidade de massa fresca e teor de ar incorporado17

Figura 38 – Resultados da consistência da amostra AR-CA25% (a) e AR-REF (b)22104

Figura 39 – Resultados do *Squeeze-flow* na amostra AR-EF (a) e AR-CA25% (b)23105

Figura 40 – Evolução da resistência à compressão das argamassas ao longo do tempo25107

Figura 41 – Resistência à compressão dos concretos aos 28 dias de cura26108

Figura 42 – Evolução da resistência à tração na flexão das argamassas ao longo do tempo.27

Figura 43 – Resistência à tração por compressão diametral dos concretos aos 28 dias29

Figura 44 – Módulo de elasticidade dinâmico das argamassas aos 28 dias de cura33111

Figura 45 – Módulo de elasticidade estático das argamassas aos 28 dias de cura17111

Figura 46 – Módulo de elasticidade estáticos dos concretos aos 28 dias de cura22

Figura 47 – Absorção de água por capilaridade das argamassas23

Figura 48 – Absorção de água por capilaridade dos concretos2515

Figura 49 – Variação dimensional das argamassas em %26

Figura 50 – Variação dimensional das argamassas em mm/m.	27
Figura 51 – Resistência potencial à tração superficial das argamassas	29
Figura 52 – Formas de ruptura da argamassa – vista superior em (a) e vista frontal em (b)	33119
Figura 53 – Carbonatação verificada nas argamassas aos 30 dias (a) e 120 dias (b)	29
Figura 54 – Evolução do processo de carbonatação nas argamassas ao longo do tempo.....	120
Figura 55 – Microestrutura da composição AR-CA25% em (a;c) e composição AR-REF em (b;d).....	123

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Requisitos químicos dos materiais pozolânicos, segundo normas brasileiras.	31
Tabela 2 – Requisitos físicos dos materiais pozolânicos, segundo normas brasileiras	31
Tabela 3 – Requisitos classificatórios e informativos das argamassas	34
Tabela 4 – Critérios PICO utilizados	34
Tabela 5 – Trabalhos selecionados	34
Tabela 6 – Composição química dos resíduos de caulim estudados	34
Tabela 7 – Variação do diâmetro médio dos resíduos de caulim estudados por diversos autores	34
Tabela 8 – Teor ótimo de substituição ou adição utilizado por alguns autores	34
Tabela 9 – Nomenclatura utilizada para o resíduo	34
Tabela 10 – Nomenclatura utilizada para as argamassas	74
Tabela 11 – Resultados obtidos no ensaio de fluorescência de raios-X	Erro! Indicador não definido.
Tabela 12 – Resultados obtidos para a massa específica, perda ao fogo e área específica	Erro! Indicador não definido.
Tabela 13 – Resultados do ensaio de IAP com cal	Erro! Indicador não definido. 81
Tabela 14 – Resultados da absorção de água por imersão das argamassas.....	83
Tabela 15 – Resultados do ensaio de IAP com cal	Erro! Indicador não definido.
Tabela 16 – Composição química do resíduo de caulim	34
Tabela 17 – Resultados obtidos para a massa específica, perda ao fogo e área específica	34
Tabela 18 – Ensaio realizados nas argamassas	34
Tabela 19 – Consumo de materiais em (massa) por m ³ de concreto	34
Tabela 20 – Resultados do ensaio de densidade de massa endurecida	34
Tabela 21 – Tipo de aderência superfinal da argamassa	74

CAPÍTULO 1

1 INTRODUÇÃO

A pesquisa relacionada à logística reversa têm se apresentado como um campo em expansão, alavancada pela necessidade mundial de se obter alternativas para a diminuição dos impactos ambientais ocasionados pelas grandes indústrias. Assim como outras importantes indústrias, as atividades de construção civil, segundo Veronezzi (2016), podem causar impactos por demandar imensas quantidades de matéria-prima. Um dos materiais mais expendidos neste setor é o cimento, utilizado para a fabricação dos compósitos cimentícios empregados em quase todas as etapas construtivas de uma obra.

Sabe-se que o cimento Portland é composto basicamente por clínquer e adições. O primeiro é o principal componente, estando presente em todos os tipos de cimento, enquanto distintas adições são responsáveis por definir as principais características dos tipos particulares de cimentos. As matérias-primas empregadas como adições incluem o gesso, as escórias de alto-forno, os materiais pozolânicos e os materiais carbonáticos.

A produção do cimento envolve a exploração e o beneficiamento de substâncias minerais que são transformadas em clínquer, mediante a ação de altas temperaturas de queima, em torno de 1400°C. Segundo Battagin (2016), a etapa de calcinação dos materiais utilizados para a fabricação do clínquer é responsável pela emissão de 50% de CO₂ para a atmosfera a nível mundial. Estima-se que a cada tonelada de clínquer produzido, a quantidade de CO₂ liberada é equivalente à 900 kg (SCRIVENNER, 2014).

Neste sentido, a utilização de resíduos provenientes do processamento mineral para fabricação de cimentos alternativos, além de contribuir para a diminuição de inúmeros problemas ambientais, auxilia na logística reversa destes subprodutos, bem como na economia circular local, originando cimentos ecológicos cujas propriedades são adequadas para a produção de concretos e argamassas. Diversos trabalhos têm buscado indicar os benefícios ambientais advindos da utilização dos cimentos modificados de baixo impacto ambiental, produzidos a partir da combinação de argilas calcinadas e calcário, denominados LC3 (*calcined clay limestone cement*) (DHANDAPANI; SANTHANAM, 2017; MARAGHECHI *et al.*, 2018;

SILVA *et al.*, 2021; ARRUDA JR; BARATA, 2023; ROCHA *et al.*, 2022; FARIAS *et al.*, 2023; CALDAS *et al.*, 2022).

Entre os materiais alternativos testados como adição mineral para o cimento, os resíduos industriais têm sido objeto de particular interesse, a exemplo da cinza de casca de arroz, escória de aciaria, escória de cobre, sílica ativa, entre outros (DAL MOLIN, 2020; MASUERO *et al.*, 1998; MOURA, 2000; SOUZA *et al.*, 2015). Todavia, Arruda Jr e Barata (2022) afirmam que a disponibilidade destes subprodutos não supre a demanda existente. Neste sentido, o resíduo proveniente do beneficiamento do caulim tem ganhado destaque pela possibilidade de apresentar alta reatividade pozolânica, assim como pela grande disponibilidade de reservas de caulim distribuídas pelo mundo (BARATA; ANGÉLICA, 2011). No estado do Pará, as industriais de beneficiamento de caulim depositam, anualmente, cerca de 14 milhões de toneladas deste subproduto (AZEREDO, 2012; BARATA; ANGÉLICA, 2012; SILVA *et al.*, 2021; ARRUDA JUNIOR; BARATA, 2022; ARRUDA JUNIOR *et al.*, 2023).

O caulim é uma argila constituída essencialmente pelo argilomineral caulinita, com granulometria fina, normalmente com baixo teor de ferro, e coloração branca. É um material formado por silicato de alumínio hidratado, cuja composição química aproxima-se de $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, que corresponde a 46,54% SiO_2 , 39,50% Al_2O_3 , 13,96% H_2O , sob a forma de hidroxila, e outros elementos em menor quantidade como ferro, titânio, manganês, magnésio, potássio e sódio (MORAES *et al.*, 2013).

Segundo Silva (2007), os caulins são resultantes de alterações de silicatos de alumínio, particularmente os feldspatos, e podem ocorrer em dois tipos de depósitos: os primários ou residuais (eluvial) e os secundários (transportado ou sedimentar). Os caulins sedimentares são encontrados principalmente na área da bacia amazônica e nas regiões costeiras (WILSON *et al.*, 1998). As reservas brasileiras estão localizadas, quase na sua totalidade, na região norte do país, mais especificamente nos Estados do Pará, Amapá e Amazonas. Caracterizam-se por serem constituídas de depósitos secundários que ocorrem a partir da erosão dos depósitos primários e sedimentação em grandes bacias.

Lima Júnior (2012) afirma que a primeira aplicação do caulim registrada na história foi na fabricação de artigos cerâmicos e de porcelana. Atualmente, este mineral é muito utilizado na indústria de papel, mas também possui aplicações industriais como na fabricação de plásticos, pesticidas, rações, produtos alimentícios e farmacêuticos.

Segundo Menezes *et al.* (2007), a indústria da mineração e beneficiamento do caulim gera milhões de toneladas de resíduos sólidos por ano, que, em geral, são descartados no meio ambiente, associando o setor a um grande passivo ambiental. Em países como China e Canadá (grandes produtores de caulim), os resíduos gerados não possuem muitas alternativas de logística reversa. Por isso, alguns pesquisadores têm

investigado o reaproveitamento deste subproduto em aplicações na indústria cimenteira, sob a forma de adições minerais (Loft *et al.*, 2015; Xu *et al.*, 2018).

O beneficiamento do caulim pode ser realizado de duas maneiras: por via seca ou via úmida. O primeiro tipo é indicado para caulins que, de certa forma, já possuem alvura e distribuição granulométrica adequadas, com baixo teor de quartzo. Contudo, este tipo de mineral costuma ser mais difícil de ser encontrado (LIMA JÚNIOR, 2012). Por isso, neste trabalho serão abordados os resíduos gerados no segundo processo.

O beneficiamento por via úmida é constituído pelas fases de dispersão, desagregação, desareamento, classificação, elaminação, fracionamento granulométrico, separação magnética de alta intensidade, floculação seletiva, flotação, lixiviação, filtragem e secagem. O resíduo gerado nestas etapas, além de extremamente fino, é constituído essencialmente pelo argilomineral caulinita, possuindo porcentagens ínfimas de quartzo (MORAES *et al.*, 2013).

Neste contexto, a presente pesquisa apresenta o objetivo de avaliar o potencial técnico e tecnológico do uso do resíduo de caulim da região Amazônica, como material cimentício suplementar para a produção de cimento a ser utilizado na produção de concreto e de argamassas para revestimento de paredes e tetos. A contribuição e o impacto deste trabalho à sociedade residem na possibilidade de utilização do resíduo de caulim amazônico, na sua forma moída e na sua forma calcinada e moída, dando melhor destinação a este material. Com isso, espera-se utilizar a maior quantidade de resíduo possível, com um menor dispêndio de energia, indicando uma maneira ambientalmente viável para a realização da logística reversa do resíduo de caulim, contribuindo também para a redução do consumo de clínquer e, conseqüente, de emissão de dióxido de carbono para a atmosfera.

É válido destacar que o ineditismo da pesquisa também reside na aplicação do cimento modificado para a produção de argamassas e concreto, haja vista que, até o presente momento, não foi verificado na literatura, estudos que tenham utilizado o resíduo de caulim, composto por uma parte calcinada e outra apenas moída em conjunto, para substituição de percentuais de clínquer. Alguns autores já utilizaram o resíduo calcinado e *in natura*, todavia, em composições distintas, como substituto do cimento e do agregado miúdo, respectivamente, avaliando a aplicação exclusivamente em argamassas, ao passo que em outros trabalhos foram produzidas composições com resíduo calcinado e resíduo *in natura* para a fabricação de argamassas à base de cal (NÓBREGA, 2007; AZEREDO, 2012).

Para o presente trabalho, optou-se inicialmente por não utilizar cal hidratada nas argamassas, em virtude do baixo nível de oferta desse produto no cenário regional paraense, muito embora se conheça a sua importância na reologia e no desempenho de revestimentos no estado endurecido (CARASEK, 2010).

1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo analisar a viabilidade técnica da utilização de um cimento Portland modificado, constituído por adições de resíduo de caulim da Amazônia, sob duas formas (calcinado e moído e apenas moído), para a fabricação de argamassa de revestimento e de concreto.

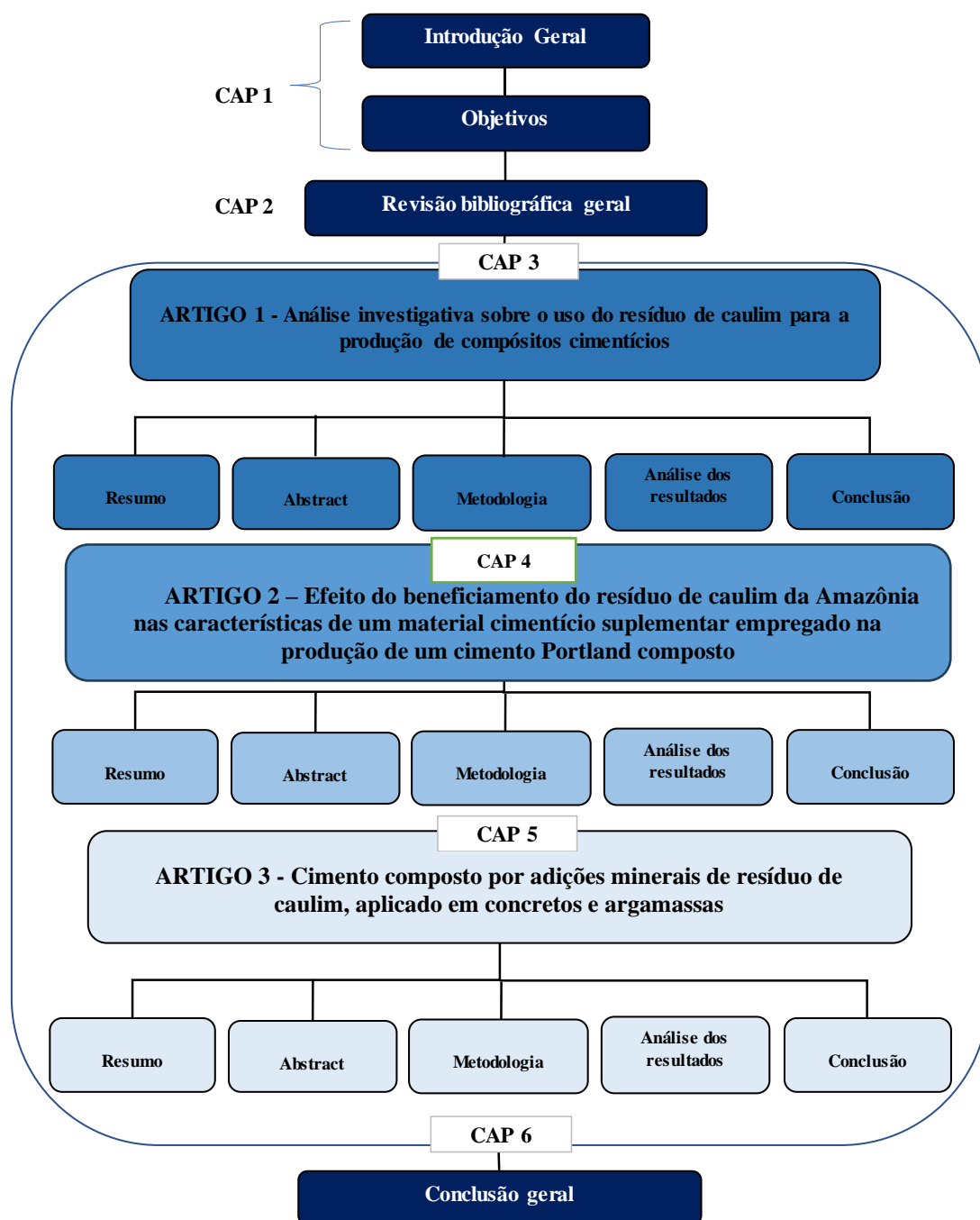
São objetivos específicos:

- Caracterizar o rejeito proveniente do beneficiamento do caulim, por via úmida, do ponto de vista químico, físico e mineralógico;
- Investigar a atividade pozolânica do rejeito de caulim, tanto na forma calcinada quanto *in natura*, em compósitos de cimento Portland;
- Avaliar as melhores proporções de misturas cimentícias com o uso de resíduo de caulim *in natura* e calcinado, por meio de ensaios químicos, físicos e mecânicos.
- Desenvolver e comparar as propriedades de argamassa e concreto, desenvolvidos com o uso do cimento composto por adições de resíduo de caulim em relação aos compósitos produzidos com o cimento Portland comercial.

1.2 ESTRUTURA DA TESE

A estrutura do trabalho está dividida em 7 (sete) etapas. A Figura 1 apresenta o organograma da execução das fases sequenciais da pesquisa.

Figura 1- Estrutura da tese



Fonte: O autor (2024)

CAPÍTULO 2

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo propõe uma revisão da literatura sobre o mineral caulim, suas principais características, mineralogia e geologia, dados sobre a localização das principais reservas, aplicações na indústria, processo de beneficiamento e geração de resíduos. Além disso, uma breve descrição sobre materiais cimentícios suplementares e considerações sobre argamassas serão tecidas.

2.1 CAULIM

Etimologicamente, caulim ou “*china clay*” se origina da palavra chinesa “*kauling*” (colina alta), fazendo referência à colina de Jauchau Fu, localizada ao norte da China, de onde o material é obtido há muitas décadas (BALANÇO MINERAL BRASILEIRO/DNPM, 2001).

Segundo Santos (2000) o caulim é um dos seis minerais mais abundantes no topo da crosta terrestre (para profundidade de até 10 metros), sendo constituído por um grupo de silicatos hidratados de alumínio, principalmente caulinita e/ou heloisita. Seu uso já é difundido pelos chineses há mais de três mil anos para a produção de porcelana.

Luz *et al.* (2005) explicam que o termo “caulim” é utilizado tanto para denominar a rocha que o contém (a caulinita), quanto para o produto resultante do seu beneficiamento. Neste sentido, caulim é uma rocha de granulometria fina, constituída de material argiloso, normalmente com baixo teor de ferro, de cor branca ou quase branca.

O mineral caulim possui dois tipos de gêneses, o caulim primário (oriundo de alteração de rochas *in situ*) e o caulim secundário (formado pela deposição da argila já formada). Cada um destes depósitos pode apresentar características peculiares e ser destinado a diferentes aplicações nos segmentos industriais.

Devido as suas propriedades físicas e químicas, e ao fato de ser um mineral industrial com menor custo que a maioria dos materiais concorrentes, como o carbonato de cálcio, talco, e, dióxido de titânio, o caulim possui uma ampla gama de utilizações, sendo que um dos setores que mais consome esta matéria-prima é a indústria de papel (AZERÊDO, 2012).

2.1.1 Reservas mundiais e industrialização do caulim no Brasil

Os grandes depósitos de caulim de interesse econômico, apresentam-se amplamente distribuídos, e podem ser classificados em dois tipos principais, de acordo com sua origem: os depósitos de caulim primários, que resultam da alteração hidrotermal ou intempérica de rochas cristalinas; os secundários, que são resultantes dos processos de erosão e deposição dos depósitos primários em grandes bacias (SUMÁRIO MINERAL, 2011).

Em relação à industrialização, a produção de caulim (média de 66% ou 15 bilhões de toneladas), tem se concentrado nos últimos anos nos Estados Unidos, Índia, Alemanha, República Tcheca, China, Brasil e Reino Unido (MINERAL COMMODITY SUMMARIES, 2021). Em 2018, a produção mundial total de caulim foi de, aproximadamente, 36,9 milhões de toneladas (Mt), crescendo 1,4% em relação ao ano anterior, sendo os Estados Unidos o maior produtor mundial, com aproximadamente 5,7 Mt, seguido pela Índia, com 4,8 Mt. A lista dos maiores países produtores prolonga-se com Alemanha (4,3 Mt), República Tcheca (3,5 Mt) e China (3,2 Mt). O Brasil permaneceu na 7ª colocação (1,7 Mt), participando com 4,7% da produção mundial em 2018. Ainda no mesmo ano, as principais reservas de caulim existentes no Brasil alcançaram um total aproximado de 7,1 Bt de reserva lavrável (AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO - ANM, 2021).

As reservas brasileiras de caulim (combinando o que já foi efetivamente medido e as reservas que se podem inferir) são de 24,5 Bt, das quais 9,4% são medidas. São depósitos de altíssima alvura e pureza e qualidade internacional para uso na indústria de papéis especiais. Os estados do Pará, Amazonas e Amapá são as unidades de federação com destaque na quantidade de reservas, participando, respectivamente, com 56%, 41% e 2% do total. Esses depósitos de caulim são do tipo sedimentar, caracterizando-se por grandes reservas com propriedades para diversas aplicações industriais, principalmente em revestimentos de papel – *coating* (AZERÊDO, 2012). Nos demais estados, com destaque para Minas Gerais, Paraíba, São Paulo, Goiás, Santa Catarina e Paraná, verifica-se uma predominância do caulim primário, o qual é decorrente tanto da alteração de pegmatitos como do intemperismo de granitos (LUZ *et al.*, 2005).

Ainda segundo os dados da ANM (2017), a produção de caulim beneficiada no Brasil correspondeu a um total de 1,74 Mt, dos quais o Pará representou cerca de 93,5%, com 1,62 Mt produzidas. As maiores

empresas beneficiadoras de caulim no Brasil situam-se na região Norte do país, são elas: Imerys, Pará Pigmentos e Cadam. Quanto à produção bruta do caulim, em 2016, no Brasil, o valor total foi de, aproximadamente, 4,2 Mt, tendo novamente o Pará como principal produtor, com 2,83 Mt, seguido pelo Amapá, com 360,5 Kt.

2.1.2 Mineralogia e geologia do caulim

No que se refere à mineralogia do caulim, Luz et al. (2005) afirmam que este é um material constituído principalmente por caulinita e um silicato de alumínio hidratado, cuja célula unitária é expressa por $\text{Al}_4(\text{Si}_4\text{O}_{10})(\text{OH})_8$. A caulinita é um filossilicato (argilo-mineral) com composição química teórica de 39,50% de Al_2O_3 , 46,54% de SiO_2 e 13,96% de H_2O . No entanto, podem ser observadas pequenas variações em sua composição.

Além da caulinita, podem ocorrer, no mesmo depósito, outros minerais como haloisita- $4\text{H}_2\text{O}$, haloisita- $2\text{H}_2\text{O}$ ou metahaloisita, diquita e nacrita, que apresentam composição química muito similar, porém com diferenças estruturais moleculares importantes. A haloisita e a metahaloisita são variedades polimorfas da caulinita, com sistemas diferentes de cristalização. A haloisita pode estar associada à caulinita, sendo possível a sua identificação com uso de microscópio eletrônico de varredura (MEV) ou de transmissão (MET). Normalmente, a caulinita apresenta partículas hexagonais, enquanto a haloisita aparece com hábito tubular (SOUZA SANTOS, 1975). A haloisita apresenta uma camada adicional de moléculas d'água, desidratando-se facilmente. Este mineral, ao ser aquecido a 100°C , perde a camada adicional de molécula d'água e volta à forma normal – caulinita/haloisita (BRISTOW, 1987).

Para certas aplicações cerâmicas, a presença da haloisita é benéfica; no entanto, em outras, como no revestimento de papel, é prejudicial à viscosidade do caulim. É válido ressaltar que a simples presença de minerais do tipo quartzo, cristobalita, alunita, esmectita, ilita, moscovita, biotita, clorita, gibsit, feldspato, anatásio, pirita e haloisita pode prejudicar a qualidade do caulim, afetando propriedades importantes como a alvura, a brancura, a viscosidade e a abrasividade (LUZ et al., 2005).

Os caulins primários são resultantes da alteração de rochas *in situ*, devido principalmente, à circulação de fluidos quentes provenientes do interior da crosta, da ação de emanções vulcânicas ácidas ou da hidratação de um silicato anidro de alumínio, seguida da remoção de álcalis. Em relação à origem, Bristow (1987) afirma que os caulins primários são classificados em: intemperizados, hidrotermais e solfataras.

Os caulins do tipo intemperizado ocorrem em região de clima tropical (quente e úmido), onde as condições físico-químicas são propícias para a alteração dos feldspatos e de outros alumino-silicatos

presentes em granitos e rochas metamórficas. O processo de caulinização de uma rocha ocorre devido à hidratação de um silicato anidro de alumínio, seguida de remoção de álcalis. Os depósitos localizados na Criméia (Ucrânia), na Galícia (Espanha) e nos municípios de Mogi das Cruzes (SP) e Equador (RN), no Brasil, são exemplos de depósito primário intemperizado (MURRAY; KELLER, 1993).

Os caulins do tipo hidrotermal são formados pela alteração da rocha a partir da circulação de fluidos quentes, provenientes do interior da crosta (ou água juvenil). Neste caso, é necessário que a rocha apresente porosidade e permeabilidade adequadas. Os granitos são as "rochas-mãe" mais comuns na formação de depósitos hidrotermais de caulins primários. As principais ocorrências deste tipo de depósito estão localizadas em Saint Austell e Cornwall, na Inglaterra, Maungaparerua (Nova Zelândia), Suzhou e Shangai (China), entre outros (MURRAY e KELLER, 1993).

Os caulins do tipo solfataria são formados pela alteração de rochas a partir da ação de emanções vulcânicas ácidas, constituídas de vapores d'água, ricos em enxofre. Este tipo de depósito ocorre nas imediações de Roma, Itália. Devido à presença do enxofre, normalmente na forma nativa, é comum a formação de caulinita em grande quantidade. Nas rochas vulcânicas, o quartzo ocorre em granulometria fina, comparável à da caulinita, sendo bastante difícil a sua remoção por uma simples classificação granulométrica, tornando o produto rico em quartzo e, portanto, abrasivo. O caulim "solfataria" pode ser usado na fabricação de cimento branco, onde a presença da sílica e de sulfato, mesmo em altos teores, não afeta as características do produto final (ROCHAS E MINERAIS INDUSTRIAIS, 2008).

Os caulins secundários são formados pela deposição de sedimentos em ambientes lacustres, lagunares ou deltáicos. As distintas origens geológicas do caulim resultam em diferenças notáveis na composição mineralógica (SOUZA SANTOS, 1975). Normalmente, os caulins secundários apresentam teores menores de quartzo e mica, porém contém uma maior contaminação de óxidos de ferro e titânio, responsáveis pela alteração de sua cor branca original (BRISTOW, 1987). Uma das principais características dos caulins secundários é a granulometria mais fina dos argilominerais. Depósitos secundários são comuns na Geórgia (EUA); Rio Jari-AP e Rio Capim-PA (norte do Brasil); oeste da Alemanha; e Guadalajara (Espanha).

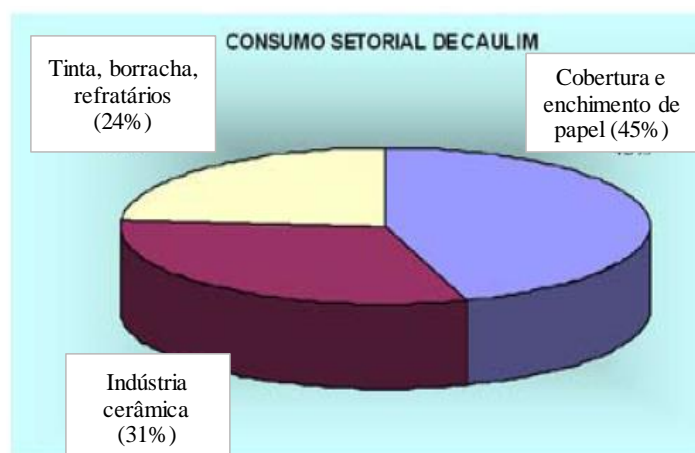
Para Bristow (1987), os caulins secundários podem ser classificados em três tipos: sedimentares, areias caulíníticas e argilas plásticas, refratárias e silicosas. O caulim sedimentar, que tem como uma de suas características a elevada percentagem de caulinita (normalmente acima de 60%) após o beneficiamento, resulta em um produto com especificações adequadas à indústria de papel. As areias caulíníticas contêm menos de 20% de caulinita. A areia rejeitada no processo de beneficiamento é, em geral, destinada à construção civil.

As argilas plásticas (*ball clays*) são constituídas principalmente de caulinita, com a presença de illita e material carbonoso. São usadas, principalmente, na indústria cerâmica. Costa et al., (1997), ao estudarem argilas do Piauí e da Paraíba, chamaram a atenção para a falta de jazidas no Brasil de argilas plásticas com propriedades adequadas para a produção de cerâmica branca. As argilas de São Simão, no Estado de São Paulo e de Oeiras, no Estado do Piauí, atendem a esses requisitos. As argilas refratárias apresentam uma composição química similar às argilas plásticas, no entanto ocorrem associadas à gibsita e à haloisita. Quanto maior o teor de alumina de uma argila refratária, maior a sua refratariedade. Esta diminui com a presença de impurezas do tipo ferro e óxido de cálcio. As argilas silicosas (*flint clays*) são constituídas de caulinita, contendo ferro e outros componentes escorificantes. Geralmente são bastante refratárias e, em algumas situações, podem suportar condições mais adversas do que as argilas ordinárias, de base refratária.

2.1.3 Aplicações do caulim

O caulim é um mineral industrial com características especiais, sendo quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH, possuindo coloração neutra, e apresentado alto poder de cobertura quando usado como pigmento ou como extensor em aplicações de cobertura e carga, além de ser macio a pouco abrasivo, possuindo baixas condutividades de calor e eletricidade. Ademais, possui um baixo custo quando comparado aos materiais concorrentes. Todas estas características fazem com que o caulim possua uma ampla gama de utilização industrial (LUZ et al., 2005). A setorização do consumo deste mineral para as mais diversas aplicações industriais está demonstrada na Figura 2.

Figura 2 - Consumo setorial de caulim

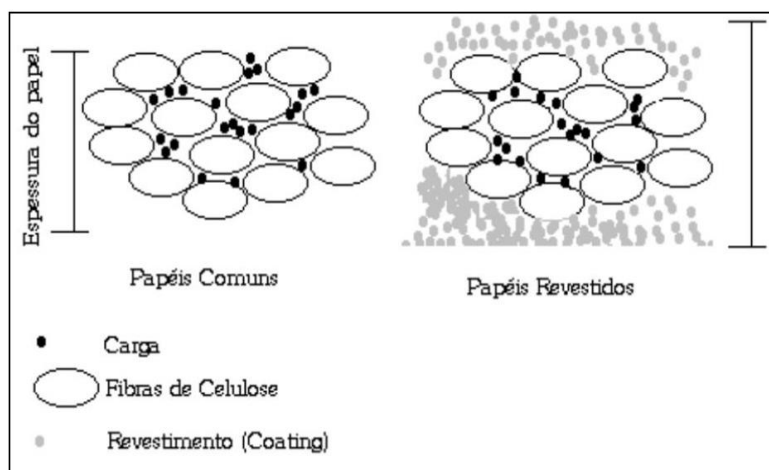


Fonte: Sumário mineral (2018)

Segundo (Lima Jr., 2012), a primeira aplicação industrial do caulim se deu na fabricação de artigos cerâmicos e de porcelana na China. Somente a partir do ano de 1920 é que se teve início a utilização do caulim na indústria de papel, sendo precedida pelo uso na indústria da borracha. Posteriormente, o caulim passou a ser utilizado em outras indústrias de plásticos, pesticidas, rações, produtos alimentícios e farmacêuticos, fertilizantes, entre outros.

Na indústria de papel, um dos setores que mais utiliza esta matéria prima, o caulim possui destaque nas aplicações ligadas ao preparo de papel, sendo 45% do consumo é empregado para a cobertura (coating) do papel “couché” e 13% para carga de enchimento (filler), conforme ilustrado na Figura 3 (AZERÊDO, 2012).

Figura 3 - Principais usos do caulim em papel



Fonte: Luz et al. (2005)

De acordo com Luz et al., (2005), o caulim empregado na carga tipo (fíler) deve possuir as seguintes especificações: caulinita superior a 90% em massa; teor de Fe_2O_3 e TiO_2 de 1%; baixo teor de quartzo (entre 1 e 2%); grau de alvura superior a 80%; tamanho das partículas de 50 a 70% superior a 2 mm. Para o tipo cobertura (coating) o mineral deve possuir caulinita entre 90 e 100%, teor de Fe_2O_3 entre 0,5 e 1,8% e TiO_2 entre 0,4 e 1,6% com ausência de quartzo, grau de alvura superior a 85% e tamanho das partículas de 80 a 100% inferiores a 2 mm.

Ainda de segundo o autor citado acima, o caulim, como carga, é utilizado para reduzir a quantidade de polpa de celulose necessária para produção do papel, além de proporcionar melhorias nas características de impressão do papel, bem como impermeabilidade e receptividade à tinta. A quantidade de carga a ser adicionada à massa fibrosa é limitada. A partir de certo nível, a resistência do papel diminui, devido à interferência dos minerais com as ligações das fibras. Tal fato também pode ocorrer quando há a presença

de partículas com tamanhos excessivamente pequenos. Já como cobertura ou revestimento, o caulim é adicionado na tinta para cobrir as fibras de celulose, conferindo ao papel uma topografia lisa, com superfície menos rugosa, absorvente, mais branca, brilhante, opaca e com melhores propriedades de recepção à tinta.

Nos últimos anos, o caulim também tem tido seu uso popularizado no ramo da construção civil, como adição pozolânica para produtos à base cimentícia. A atividade pozolânica do caulim ficou conhecida desde 1960, quando este material foi empregado, pela primeira vez na fabricação de concreto, o qual foi utilizado para a construção da barragem de Jupia (ZAMPIERI, 1989). Desde então, diversos trabalhos têm sido desenvolvidos neste sentido, como o de Oliveira (2004) que avaliou a potencialidade pozolânica do caulim paraibano, após passar por um processo de calcinação. Este autor constatou que o material apresentou um grande potencial para o desenvolvimento de pozolânas empregadas na produção de concretos.

Segundo Oliveira (2004), o uso do caulim como material pozolânico no cimento Portland pode incrementar o mercado da mineração local e favorecer a economia das regiões produtoras, comumente dominadas pela pobreza.

2.1.4 Lavra e beneficiamento do caulim

A industrialização do caulim envolve os processos de lavra e beneficiamento. A lavra pode ser feita de duas maneiras: descoberta e subterrânea. A lavra subterrânea é mais praticada nos locais de topografia acidentada sendo a preferida pelos garimpeiros, por evitar a operação de capeamento, ou seja, a remoção da camada superficial do solo (LUZ e CHAVES, 2000).

A natureza da lavra de caulim no Brasil desenvolve-se a céu aberto, sendo utilizadas galerias apenas para pesquisa em alguns depósitos primários. Há casos em que a lavra se faz totalmente mecanizada, como nas minas de caulim de origem sedimentar nos Estados do Amapá e do Pará, ou de forma semimecanizada, comum nos depósitos de caulim primário de vários estados das regiões Sudeste e Sul (LUZ *et al.*, 2005).

As operações de lavra na Mina de Ipixuna/PA, da empresa Imerys - RCC (uma das mais importantes do estado do Pará), são executadas por mão de obra terceirizada empregada pela Z. J. Mineração e Terraplenagem Ltda., com supervisão e planejamento da equipe técnica da Imerys – RCC. O processo de lavra é composto pelas operações de supressão vegetal, remoção e estocagem de solo orgânico, decapeamento e disposição no depósito de estéril, escavação, carga e transporte do minério e alimentação do “*blunger*”. A Figura 4, a título de exemplo, mostra a cava do Corpo G da Mina de Ipixuna, como forma de exemplificar as operações.

Figura 4- Vista da cava corpo G da mina de Ipixuna da Imerys - RCC - exemplo das operações de lavra



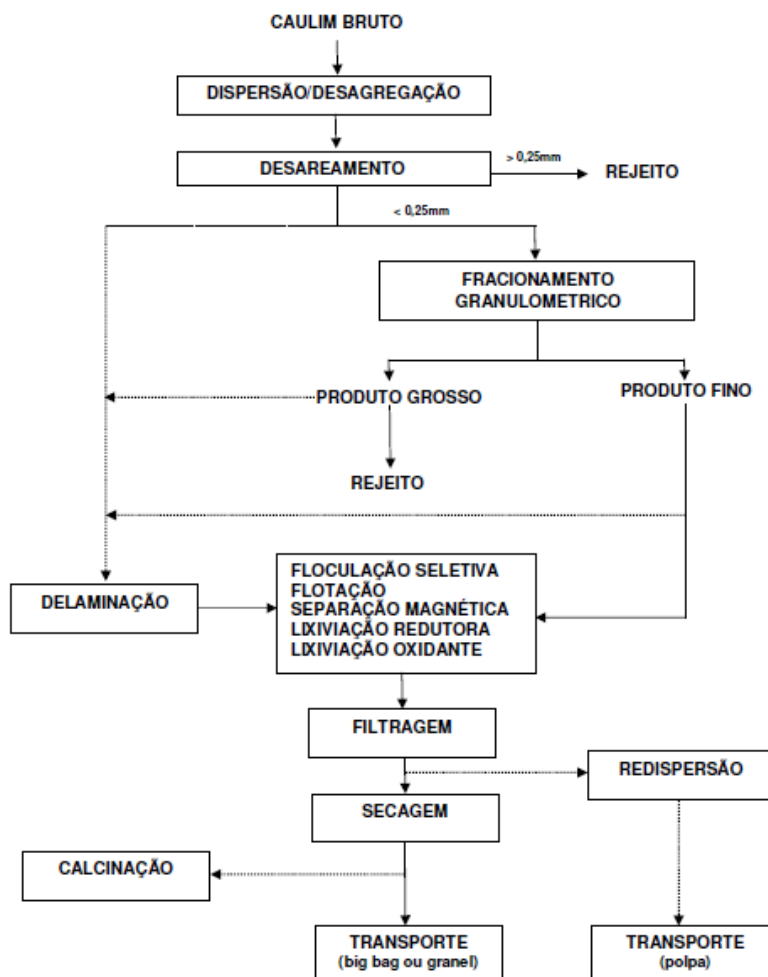
Fonte: Relatório gerencial da Imerys (2018)

Os processos utilizados no beneficiamento do caulim variam de acordo com o uso a que se destinam. Existem dois processos: via seca e via úmida. No processo a seco ou de separação ao ar, o caulim bruto é levado à usina de beneficiamento em grandes pedaços, onde é fragmentado em moinhos de rolos desintegradores, e em seguida alimenta um moinho de bolas com um separador de ar tipo ciclone. As partículas finas são recolhidas em um coletor e ensacadas enquanto as mais grossas voltam ao moinho (LUZ e CHAVES, 2000).

No Pará, é utilizado o processo por via úmida, pelo qual é possível retirar as impurezas presentes no caulim, tais como: óxidos e hidróxidos de ferro, óxido de titânio, matéria orgânica, mica, feldspato e quartzo. Este tipo de beneficiamento, segundo Nóbrega (2007), é dividido nas seguintes etapas: **dispersão/desagregação, desareamento, classificação, delaminação, fracionamento granulométrico por centrífuga, separação magnética de alta intensidade, floculação seletiva, flotação, lixiviação, filtragem e secagem.** Neste tipo de processo, o caulim bruto é desintegrado em batedor, onde é adicionada água para a lavagem dos minerais acessórios, de modo a retirar a fração de caulim agregada. Em seguida, o material passa por tanques para separar o caulim de uma fração mais grossa, com aparência arenosa, e depois segue para tanques de sedimentação onde os flocos são precipitados. Daí, o caulim precipitado é bombeado para os filtros-prensa, nos quais é retirada a água em excesso, resultando em uma torta de caulim. A torta é seca ao ar, ou em fornos-de-teto-quente no período chuvoso. Por fim, essas tortas são quebradas

em vários pedaços, os quais passam por um processo de moagem, para em seguida serem ensacados e comercializados. Um esquema resumido desse processo está ilustrado na Figura 5.

Figura 5 - Fluxograma do beneficiamento do Caulim



Fonte: Adaptado de Rochas & Minerais Industriais (2008)

A planta industrial da Imerys RCC, localizada no município de Barcarena - PA, onde o caulim é beneficiado, é considerada uma das maiores do mundo. Esta empresa possui cinco bacias de rejeitos para o processo de beneficiamento do caulim, como pode ser observado na Figura 6. Segundo Lima Jr. (2012), estas bacias foram construídas sob a supervisão de equipe técnica, e, em todas elas, foi aplicado um revestimento especial, inédito em indústrias de caulim: uma geomembrana impermeável de alta densidade usada na parte interna das bacias de contenção, que isola e protege o solo, prevenindo eventuais infiltrações. O resíduo depositado nas lagoas, além de ser extremamente fino, apresenta percentagens ínfimas de quartzo, por causa do desareamento, etapa do beneficiamento que separa o quartzo da caulinita.

Figura 6 -Vista aérea das 5 lagoas de resíduo de caulim Ímerys RCC Barcarena - PA.



Fonte: Google Earth (2012)

2.1.5 Formação e classificação do rejeito de caulim

A indústria de papel produz uma elevada quantidade de resíduo, proveniente das etapas do beneficiamento do caulim, constituída mineralogicamente de quartzo, mica e feldspato, com aproximadamente 7% de caulim (OLIVEIRA, 2004). Os resíduos apresentam-se em frações granulométricas distintas designadas como pedregulhos, resíduos das peneiras 21 μ m e 44 μ m, e resíduos dos hidrociclones. O teor de caulim contido nos resíduos vai depender do tipo de tecnologia usada para o processo de beneficiamento do caulim. Contudo, não se encontram na literatura estudos que estimem esse teor em função do tipo de processamento.

Segundo Rocha *et al.* (2008), o processamento do caulim tem um rendimento de apenas 30%, ou seja, os 70% restante correspondem aos resíduos que são gerados no processo. Ainda segundo estes autores, são formados dois tipos de resíduos. O primeiro é oriundo da etapa de separação do quartzo do minério de caulim, que representa cerca de 70% do total produzido, sendo originado pelas empresas mineradoras na etapa logo após a extração (dispersão/desagregação), e o segundo tipo é proveniente da fase do beneficiamento que compreende processos de tratamento a úmido (iniciando pelo desareamento), que objetivam separar a fração fina do minério, purificando o caulim e gerando um resíduo na forma de lama (MENEZEZ, *et al.*, 2007).

No estudo elaborado por Barata e Angélica (2011), descreve-se que, no estado do Pará, o beneficiamento do caulim gera dois tipos de resíduos processados, sendo que o mais importante é o procedente das etapas a partir da centrifugação, denominado no referido estudo de RC. Além dos resíduos

processados, há também um resíduo não processado que é proveniente do beneficiamento dos caulins da Amazônia, o qual é denominado caulim tipo "*flint*" (CF), material estéril que não é aproveitado no beneficiamento por não dispersar suas partículas na água e possuir coloração bege.

Barata e Dal Molin (2002) afirmam que, no estado do Pará, os resíduos gerados pelas três principais empresas de beneficiamento de caulim, depositados em lagoas de sedimentação, constituem-se em dois tipos, sendo que o primeiro é formado basicamente por quartzo, proveniente da etapa de desareamento, cujo volume gerado não é tão expressivo diante da extração do ROOM (minério proveniente da mina), cerca de 8%, enquanto o segundo resíduo, advindo das etapas de centrifugação, separação magnética, branqueamento e filtração, em razão da quantidade significativa, em torno de 26% da produção bruta, é que se configura como um problema, mais de ordem financeira do que ambiental, uma vez que o resíduo em si não é tóxico. Sua deposição, entretanto, se torna onerosa, porque é realizada em lagoas de sedimentação, as quais requerem obras de movimentação de terra e grandes áreas para suas construções.

Em relação à classificação ambiental do resíduo de caulim, segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), este subproduto pertence à classe II A - não perigoso e não inerte, por apresentar, em sua composição, contaminantes que podem causar danos ao meio, caso não tenham uma destinação ambientalmente adequada.

2.1.6 Quantificação e danos ambientais gerados pelo rejeito de caulim

Como resultado do processo de beneficiamento do caulim, a indústria produz uma elevada quantidade de resíduos. Além disso, algumas substâncias químicas usadas para melhorar as qualidades do caulim podem contaminar o solo, o ar e a água, dependendo da concentração dessas substâncias no resíduo ou na lavagem do minério bruto, a exemplo do sulfato de alumínio (agente floculante), e hexametáfosfato de sódio, usado na dispersão (SOUSA, 1997). Para o branqueamento, em alguns países, é usado o ditonito de sódio ou hidrossulfito de zinco em pH ácido, mas este tratamento não é normalmente usado no Brasil (SANTOS, 1992).

Ademais, os processos de lavra e beneficiamento do caulim podem gerar outros tipos de impactos ambientais, alguns ocasionados pela queima da mata nativa nos fornos utilizados, e outros relacionados à geração de milhares de toneladas de resíduo processado (também chamado de rejeitos de produção), um material que fica retido no peneiramento do caulim, inerte e granular, que corresponde a 80 % de todo o material extraído.

Segundo Lima (2011), cerca de 1100 toneladas desse resíduo são descartadas por mês, apenas na cidade do Equador – RN. Este material é descartado sem critério algum, disposto diretamente na natureza,

em vazadouros a céu aberto ou próximo ao local onde foi gerado. Segundo Silva *et al.* (2021), no Estado do Pará, a quantidade depositada do resíduo caulínico pelas três maiores empresas da região que executam o processo de beneficiamento do caulim foi de aproximadamente 4,0 milhões de toneladas no ano de 2019.

Os resíduos caulínicos, além de, até então, não possuírem valor econômico no mercado, não dispõem de uma logística reversa adequada. Por isso, tenta-se reduzir os custos do seu manejo com transporte, pelo descarte o mais próximo possível da usina de beneficiamento, que acaba ficando cercada de grandes montes de material não aproveitado. Estes resíduos constituem um problema para os municípios produtores e para o meio ambiente. Além de serem necessárias grandes áreas para seu depósito, quando não são depositados em lagoas de sedimentação, seus finos são transportados pela ação do vento, a grandes distâncias, contaminando as populações vizinhas, conforme pode ser observado na Figura 7 (NÓBREGA, 2007).

Figura 7 - Depósito de resíduos de caulim



Fonte: Costa (2007)

2.2 CIMENTO PORTLAND E MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES (ADIÇÕES MINERAIS)

Segundo Chatziaras *et al.* (2015), o cimento detém papel fundamental entre os materiais empregados para atender às necessidades de habitação e de infraestrutura, notadamente pelo fato de ser o principal ingrediente do concreto, um material com resistência e durabilidade, facilmente manipulado para produzir qualquer forma, contorno, textura, cor e outros aspectos estéticos (NSOC, 2019; MEHTA *et al.*, 2013). Contudo, a exemplo de vários outros materiais construtivos, a produção do cimento demanda o consumo de grandes quantidades de energia, tanto na queima de combustíveis fósseis quanto na utilização de energia elétrica para mistura dos elementos constituintes (BERGE, 2009; CEMBUREAU, 2013).

Assim, a indústria do cimento enfrenta o desafio de reduzir suas emissões de CO₂, considerando que responde por 5% de todas as emissões de origem humana, onde para cada tonelada de cimento pode ser produzida quase a mesma quantidade de dióxido de carbono (CHATZIARAS *et al.*, 2015; CEMBUREAU, 2013; BAPAT, 2013; SCRIVENNER, 2014).

A substituição parcial do clínquer por materiais cimentícios suplementares – SCMs (adições minerais) – pode contribuir para a sustentabilidade pelo fato de que várias dessas adições são resíduos provenientes de outras indústrias. Além disso, essas adições contribuem para o desempenho dos cimentos em termos de comportamento de calor de hidratação, em termos de retração e potencial de fissuração, evolução de hidratação, entre outros, como é de conhecimento no meio técnico-científico.

2.2.1 Tipos de adições minerais

As adições minerais se dividem em três tipos: adições pozolânicas, adições cimentantes (também conhecidos como materiais hidráulicos latentes), e inertes (também conhecidos como *fillers*) (MEHTA e MONTEIRO, 2014). Os materiais pozolânicos são materiais silicosos ou silicoaluminosos que, sozinhos, possuem pouca ou nenhuma propriedade ligante, mas que, quando finamente divididos e na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente, formando compostos com propriedades ligantes (MEHTA e MONTEIRO, 2014). As pozolanas podem ser naturais (ex.: cinzas vulcânicas) ou artificiais (cinzas volantes). Os materiais pozolânicos contêm altas quantidades de SiO₂ e, por vezes, também de Al₂O₃; esses materiais são suficientemente reativos para, em misturas com CaO e água, produzirem C-S-H a temperaturas regulares e, assim, se comportarem como cimentos hidráulicos. Se eles contiverem Al₂O₃, aluminatos de cálcio hidratados ou silicatos de alumínio hidratados também serão formados. Por conterem baixas quantidades de CaO, esse componente deve ser fornecido em quantidades estequiométricas adequadas (TAYLOR, 1997).

No Brasil, a Norma NBR 12653 da ABNT estabelece requisitos para materiais pozolânicos destinados ao uso com cimento Portland em concretos, argamassas e pastas, assim classificados:

- classe N - pozolanas naturais e artificiais que obedeçam aos requisitos da Norma, como certos materiais vulcânicos de caráter petrográfico ácido, *cherts* silicosos, terras diatomáceas e argilas calcinadas;
- classe C - cinzas volantes produzidas pela queima de carvão mineral em usinas termoelétricas, que obedeçam aos requisitos da Norma;
- classe E - quaisquer pozolanas, não contempladas nas classes N e C que obedeçam aos requisitos da Norma.

A fim de se enquadrar em alguma dessas três categorias, o material deve atender a certos requisitos químicos e físicos, conforme apresentados nas Tabelas 1 e 2.

Tabela 1 - Requisitos químicos dos materiais pozolânicos, segundo normas brasileiras.

Propriedades	Classe de material pozolânico			Método de ensaio (*)
	N (%)	C (%)	E (%)	
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	≥ 70	≥ 70	≥ 50	ABNT NBR NM 22
SO_3	≤ 4	≤ 5	≤ 5	ABNT NBR NM 16
Teor de umidade	≤ 3	≤ 3	≤ 3	ABNT NBR NM 24
Perda ao fogo	≤ 10	≤ 6	≤ 6	ABNT NBR NM 18
Álcalis disponíveis em Na_2O	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$	$\leq 1,5$	ABNT NBR NM 25

(*) Os métodos de ensaios devem ser adaptados, substituindo-se o cimento Portland pelo material pozolânico.

Fonte: Adaptado de ABNT 16.697 (2018)

Tabela 2 - Requisitos físicos dos materiais pozolânicos, segundo normas brasileiras

Propriedades	Classe de material pozolânico			Método de ensaio (*)
	N (%)	C (%)	E (%)	
Material retido na peneira 45 μm	$< 20 \%$	$< 20 \%$	$< 20 \%$	ABNT NBR 15894-3(*)
Índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, em relação ao controle	$\geq 90 \%$	$\geq 90 \%$	$\geq 90 \%$	ABNT NBR 5752
Atividade pozolânica com cal aos sete dias	$\geq 6 \text{ MPa}$	$\geq 6 \text{ MPa}$	$\geq 6 \text{ MPa}$	ABNT NBR 5751

(*) Esse método de ensaio deve ser adaptado, substituindo-se o metacaulim pelo material pozolânico. Alternativamente, o método prescrito pela ABNT NBR 12826 pode ser utilizado desde que o material pozolânico retido na peneira de ensaio não apresente visualmente aglomeração de partículas.

Fonte: Adaptado de ABNT 16697 (2018)

Segundo Kumar *et al.* (2005), as adições cimentantes são substâncias com propriedades hidráulicas latentes, isto é, substâncias que manifestam propriedades cimentícias quando em contato com a água por longos períodos. Taylor (1997) esclarece que essas substâncias possuem comportamento que pode ser considerado intermediário entre os materiais pozolânicos e o cimento Portland, já que elas agem como cimentos hidráulicos se expostas à água e a pequenas quantidades de alguma substância adicional que funcione como catalisador ou ativador. As proporções de adições cimentantes adicionadas às misturas cimentícias podem ser maiores que as dos materiais pozolânicos.

A escória granulada de alto-forno é um exemplo de adição cimentante que, misturada ao cimento Portland, é ativada pelo CH e pelos álcalis produzidos pelo cimento, formando, por sua vez, seus próprios subprodutos de hidratação. Alguns desses combinarão com os subprodutos do cimento Portland para formar hidratos secundários em um efeito bloqueador de poros. O resultado é uma pasta endurecida onde se encontrarão poros pequenos em maior quantidade que poros grandes da matriz cimentícia, ainda que o volume combinado dos poros permaneça o mesmo (MPA, 2021; TAYLOR, 1997).

Além das pozolanas e das adições cimentantes, alguns materiais inertes, ou seja, sem propriedades pozolânicas ou hidráulicas latentes, tais como CaCO_3 , são utilizados na substituição parcial ao cimento Portland, sendo considerados adições minerais. Esses materiais são denominados *fillers*. Na produção do cimento, as adições de filer, escória de alto forno, sílica ativa, entre outros constituem os tipos de cimento normatizados no Brasil, além da adição de gipsita (ABNT NBR 16687, 2018). Entre os principais materiais, utilizados como adições minerais na substituição do cimento em concretos e argamassas, podemos enumerar cinzas volantes de carvão mineral, escória granulada de alto-forno, cinzas de casca de arroz, sílica ativa, metacaulim (argila calcinada) e cinzas de queima de óleo de palma, cinza do bagaço da cana de açúcar entre outros.

Além dos materiais apresentados outros resíduos de potencial utilização na produção de adições minerais ao concreto têm tido suas propriedades investigadas na literatura, tais como: cinzas pesadas de carvão mineral (MANGI et al., 2019); pó de resíduo de vidro de diversas origens (PEREIRA DE OLIVEIRA et al., 2007; YANNICK et al., 2023; PITARCH et al., 2021; KHAN et al., 2020; KAVITHA et al., 2018; REHMAN et al., 2021; DUBEY et al., 2016; JENA e PAIKARAY, 2018; ABDULAZEEZ et al., 2020); pó de concreto reciclado (OHEMENG et al., 2022); finos de resíduos de demolição (TOKAREVA et al., 2023); resíduo de polimento de placas cerâmicas (STEINER et al., 2015); cinzas de combustível de óleo de palma (AISHEH, 2023); cinzas de incineração de resíduo sólido municipal (CHEN et al., 2023); resíduo pó de granito (CHAJEC, 2023).

- Cada adição mineral pode substituir parcialmente o cimento em diferentes proporções na constituição do concreto, sendo o teor ótimo delas diferentes para cada adição e com impactos

positivos e negativos diferentes para cada tipo de concreto e tipo de mistura nas propriedades no estado fresco e endurecido, como vem sendo estudado pela literatura (OLIVEIRA; CASCUDO, 2018; OLIVEIRA et al., 2023; RODRIGUES et al., 2023).

Na Figura 8, é possível observar o aspecto de algumas adições minerais, com destaque para o aspecto consistentemente esbranquiçado do metacaulim.

Figura 8 -Aspecto de algumas adições minerais



Fonte: Adaptado de Kanamarlapudi *et al.* (2020).

2.3 ARGAMASSA

Argamassa é considerada como uma mistura homogênea de agregado miúdo, aglomerante inorgânico e água, contendo ou não aditivos ou adições, com propriedades de aderência e endurecimento, podendo ser dosada em obra ou em instalação própria (ABNT NBR 13281, 2023).

As argamassas são utilizadas em múltiplas aplicações na construção civil e sua composição e aspecto, em fatores tais como granulometria da mistura, propriedades no estado fresco e endurecido vêm sendo estudadas. (FIORITO, 2009; GUIMARÃES *et al.*, 2004; DEPARTMENT OF THE ARMY, THE NAVY AND THE AIR FORCE, 1992; ALLEN e IANO, 2009; YOUNG, 2021; DUGGAL, 2008).

Ademais, com a atualização recente da NBR 13281 (ABNT, 2023), ficou estabelecido que a classificação das argamassas deve se dar através do enquadramento dos valores obtidos pelo compósito nos limites estabelecidos pelo referido documento normativo para um conjunto de ensaios técnicos que englobam: resistência à compressão, densidade de massa aparente no estado endurecido, resistência à tração

na flexão, coeficiente de capilaridade, densidade de massa no estado fresco, retenção de água e resistência potencial de aderência à tração.

De forma geral, a referida norma é dividida em duas partes NBR 13281-1 que trata das especificações para a argamassa de revestimento de paredes e tetos e, NBR 13281-2, que versa sobre as argamassas para assentamento e para fixação de alvenaria, respectivamente.

Além da classificação segundo a finalidade de aplicação, também existe a diferenciação das argamassas pela composição e forma de preparo (**preparada em obra, industrializada e estabilizada**). De forma geral, as argamassas podem ser compostas por cal, cimento ou por ambos (argamassas mistas).

Segundo a NBR 13281-1 (ABNT, 2023), as argamassas para revestimento devem atender, integralmente, a todos os requisitos classificatórios e informativos, que estão descritos na Tabela 3, a seguir, independentemente da forma de produção, quer sejam produzidas em canteiro, industrializadas, estabilizadas, usinadas, prontas para uso ou outras, bem como da forma de aplicação (manual ou mecanizada).

Tabela 3 - Requisitos classificatórios e informativos das argamassas

Argamassa para revestimento de paredes e tetos ARV-I, ARV-II, ARV-III e AET			
Requisitos classificatórios		Requisitos informativos	
		Estado fresco	Retenção de água
			Densidade de massa no estado fresco
			Teor de ar incorporado
			Tempo de uso
Estado endurecido	Resistência potencial de aderência à tração ao substrato	Estado endurecido	Densidade de massa no estado endurecido
	Resistência potencial à tração superficial		Resistência à tração na flexão
	Módulo de elasticidade dinâmico		Coeficiente de absorção de água por capilaridade
	Variação dimensional (retração ou expansão linear)		Fator de resistência à difusão de vapor de água

Fonte: Adaptado da NBR 13281-1 (ABNT, 2023)

A fim de que as necessidades de cada projeto sejam atendidas, as composições devem ser elaboradas de maneira personalizada. O ponto de partida para a dosagem das argamassas é as características de trabalhabilidade do material em estado fresco desejáveis, os requisitos de propriedades físicas no estado endurecido selecionados e os custos considerados aceitáveis, com rara tolerância ao excesso de qualidade na elaboração de concretos e argamassas. O proporcionamento racional dos ingredientes é essencial na

elaboração dessas misturas (DE VEKEY, 2010; ALLEN e IANO, 2009; NSOC, 2019; DUGGAL, 2008; DAY, 2006).

A destinação da argamassa determinará o tipo de aglomerante ou a mistura de diferentes tipos de aglomerantes, e essa decisão definirá, por sua vez, o tipo de argamassa utilizado. Após a escolha da argamassa, o segundo passo é definir o traço, ou seja, a indicações das proporções dos elementos a serem incluídos na mistura – materiais ligantes e agregados (FIORITO, 2009; BALKSTEN, 2007). A utilização de indicações baseadas em proporções volumétricas e não em massa, apesar de menos precisa, é a opção mais praticável na rotina da construção civil (FIORITO, 2009; SANTIAGO, 2007; YOUNG, 2021; FIORITO, 2009).

Os traços de misturas de cimento são elaborados de modo a produzir propriedades específicas a custos eficientes, tomando em consideração, também os padrões industriais de adoção relevante (LYONS, 2007; SIKA AG, 2020). Essa atividade é complexa, e, segundo Kett (2010), a composição cimentícia adequada deve produzir um material com as seguintes propriedades físicas:

- no estado fresco, deve apresentar trabalhabilidade adequada;
- deve atender às requisições de resistência mecânicas mínimos;
- deve apresentar durabilidade suficiente para suportar as forças aplicadas e a ação de intempéries, tal como a abrasão do tráfego deve ser suportada por um pavimento fabricado em concreto;
- outras propriedades que se tornarão relevantes a depender das condições locais da edificação, notadamente relativas à permeabilidade e a aparência.

CAPÍTULO 3

3 ARTIGO 1 - ANÁLISE INVESTIGATIVA SOBRE O USO DE RESÍDUO DE CAULIM PARA A PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

Este capítulo é composto pelo artigo de revisão bibliográfica, o qual foi publicado na revista REVISTA CARIBEÑA DE LAS CIÊNCIAS SOCIALES, Miami, v.12, n.3, p. 1397-1426. 2023. ISSN 2254-7630. O estudo descreve as principais características físicas, químicas e mineralógicas do resíduo proveniente do beneficiamento do caulim, com o intuito de fornecer uma visão detalhada sobre as possíveis formas de utilização deste material, bem como demonstrar quais os ensaios necessários para aferir os parâmetros físico-químico deste subproduto. Para tanto, foram selecionados pesquisas e resultados mais recentes e com maior relevância no meio técnico-científico em relação ao tema. As conclusões obtidas neste artigo indicaram a possibilidade de utilização do resíduo de caulim como adição mineral para cimento Portland aplicado em argamassa de revestimento. Portanto, a partir deste estudo foi possível trilhar o caminho para a realização da pesquisa experimental que foi desenvolvida nos artigos 2 e 3, que serão apresentados mais adiante.

DOI: 10.55905/rcssv12n3-023

Received on: July 24th, 2023

Accepted on: August 24th, 2023

Luzilene Souza Silva

Mestre em Engenharia de Materiais
Instituição: Universidade Federal do Pará

Endereço: Rua dos Pariquis, 1905, Batista Campos, Belém - PA, CEP: 66033-110E-mail:
eng.luzilene@gmail.com

Marcelo de Souza Picanço

Doutor em Geologia e Geoquímica
Instituição: Universidade Federal do Pará

Endereço: Rua dos Pariquis, 1905, Batista Campos, Belém - PA, CEP: 66033-110E-mail:
marcelosp@ufpa.br

RESUMO

O cimento Portland é usado, principalmente, na indústria da construção civil, que é responsável por grande parte do consumo de recursos naturais não renováveis. A utilização de resíduos provenientes do processamento mineral na fabricação de cimento, além de diminuir passivos ambientais, contribui com a logística reversa, produzindo cimentos ecológicos que podem ser aplicados em concretos e argamassas. Alguns estudos vêm sendo desenvolvidos com o intuito de avaliar o emprego do resíduo proveniente do beneficiamento do caulim para a produção de materiais de construção, como o concreto e argamassas. Neste sentido, este trabalho buscou avaliar, a partir de uma revisão sistemática da literatura, o potencial de utilização deste material para a produção de misturas de base cimentícia. Dados importantes como: composição química; densidade; granulometria; resistência mecânica e temperatura de sinterização, foram analisados e comparados com as diretrizes nacionais e internacionais e/ou com adições pozolânicas comerciais. Os resultados são encorajadores, pois em quase todos os quesitos avaliados os materiais produzidos com o resíduo atenderam aos padrões normativos estabelecidos e/ou apresentaram resultados semelhantes aos dos aditivos industrializados. Demonstrou-se, portanto, que o resíduo de caulim possui viabilidade técnica para fabricação de concretos e argamassas, confirmando a potencialidade da gestão sustentável deste material.

Palavras-chave: resíduo de caulim, concreto, argamassa, logística reversa.

ABSTRACT

Portland cement is used mainly in the construction industry, which is responsible for a large part of the consumption of non-renewable natural resources. The use of residues from mineral processing in the manufacture of cement, in addition to reducing environmental liabilities, contributes to reverse logistics, producing ecological cements that can be applied to concretes and mortars. Some studies have been developed in order to evaluate the use of the residue from the processing of kaolin for the production of construction materials, such as concrete and mortars. In this sense, this work sought to evaluate, from a systematic review of the literature, the potential of using this material for the production of cement-based mixtures. Important data such as: chemical composition; density; granulometry; mechanical strength and sintering temperature, were analyzed and compared with national and international guidelines and / or with commercial pozzolanic additions. The results are encouraging, since in almost all evaluated items the materials produced with the waste met the established normative standards and / or presented results similar to those of industrialized additives. It was demonstrated, therefore, that the kaolin residue has technical feasibility for the manufacture of concrete and mortar, confirming the potential of the sustainable management of this material.

Keywords: kaolin residue, concrete, mortar, reverse logistic.

3.1 INTRODUÇÃO

As pesquisas relacionadas à logística reversa têm crescido a cada ano, alavancadas pela necessidade mundial de encontrar alternativas para a diminuição dos impactos ambientais gerados pelas grandes indústrias. A atividade de construção civil, segundo Veronezzi (2016), é um dos setores que mais causa impactos ao meio ambiente por demandar imensas quantidades de matéria prima. Um dos materiais mais expendidos neste setor é o cimento, o qual é utilizado para a fabricação dos compósitos cimentícios empregados em quase todas as etapas construtivas de uma obra.

Diversos estudos têm buscado opções para reduzir o consumo do cimento através do uso de materiais pozolânicos alternativos, advindos de resíduos industriais, como por exemplo, a cinza de casca de arroz, escória de aciaria, escória de cobre, entre outros (DALMOLIN, 2020; MASUERO *et al.*, 1998; MOURA, 2000; SOUZA *et al.*, 2015). Neste

sentido, o resíduo proveniente do beneficiamento do caulim tem se mostrado promissor devido à alta reatividade pozolânica que possui (BARATA e ANGÉLICA, 2011).

O caulim é uma argila constituída essencialmente pelo argilomineral caulinita, com granulometria fina, normalmente com baixo teor de ferro, e coloração branca. É um material formado por silicato de alumínio hidratado, cuja composição química aproxima-se de $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$, que corresponde a 46,54%

SiO₂, 39,50% Al₂O₃, 13,96% H₂O soba forma de hidroxila, e outros elementos em menor quantidade como ferro, titânio, manganês, magnésio, potássio e sódio (MORAES *et al.*, 2013).

Segundo Silva (2007), os caulins são resultantes de alterações de silicatos de alumínio, particularmente os feldspatos, e podem ocorrer em dois tipos de depósitos: os primários ou residuais (eluvial) e os secundários (transportado ou sedimentar). Os caulins sedimentares são encontrados principalmente na área da bacia amazônica e nas regiões costeiras (WILSON *et al.*, 1998). As reservas brasileiras estão localizadas, quase na sua totalidade, na região norte do país, mais especificamente nos Estados do Pará, Amapá e Amazonas. Caracterizam-se por serem constituídas de depósitos secundários que ocorrem a partir da erosão dos depósitos primários e sedimentação em grandes bacias.

Lima Júnior (2012) afirma que a primeira aplicação do caulim registrada na história foi na fabricação de artigos cerâmicos e de porcelana. Atualmente, este mineral é muito utilizado na indústria de papel, mas também possui aplicações industriais como na fabricação de plásticos, pesticidas, rações, produtos alimentícios e farmacêuticos.

Segundo Menezes *et al.*, (2007), a indústria da mineração e beneficiamento do caulim gera milhares de toneladas de resíduos sólidos por ano, que, em geral, são descartados indiscriminadamente no meio ambiente. O que faz com que o caulim, apesar da sua grande importância em várias indústrias, esteja associado a um grande passivo ambiental.

O beneficiamento do caulim pode ser realizado de duas maneiras, por via seca ou via úmida; o primeiro tipo é indicado para caulins que, de certa forma, já possuem alvura e distribuição granulométrica adequadas, com baixo teor de quartzo. Contudo, este tipo de mineral costuma ser bem mais difícil de ser encontrado (LIMA JÚNIOR, 2012). Por isso, neste trabalho serão abordados os resíduos gerados no segundo processo.

O beneficiamento por via úmida é constituído pelas fases de dispersão; desagregação; desareamento; classificação; delaminação; fracionamento granulométrico; separação magnética de alta intensidade; floculação seletiva; flotação; lixiviação; filtragem e secagem. O resíduo gerado destas etapas, além de ser extremamente fino é constituído essencialmente pelo argilomineral caulinita, possuindo porcentagens ínfimas de quartzo (MORAES *et al.*, 2013).

Dadas as características do resíduo de caulim (alto grau de concentração de caulinita, o que dispensa os rígidos parâmetros de controle de remoção de impurezas, normalmente empregados na produção de pozolanas), bem como, a grande quantidade de passivo que é gerado e a necessidade de alternativas para promover o reaproveitamento deste resíduo, alguns estudos têm indicado que este material pode ser considerado uma matéria prima com potencial para a fabricação de uma metacaulinita de alta reatividade, cujos mecanismos de ação em compósitos de base cimentícia são, de certa forma, semelhantes ao da sílica

ativa (SOUZA *et al.*, 2015; BARBOSA *et al.*, 2016; ALMEIDAVIDAL e CASTRO, 2016; LEANDRO *et al.*, 2017; GOMES, FERREIRA e GOMES, 2017; AZEREDO, 2012; BARATA e ANGÉLICA, 2011).

Face ao exposto, com o intuito de fornecer uma visão detalhada sobre a temática apresentada, este trabalho busca, a partir de uma revisão sistemática da literatura, avaliar o potencial de utilização de rejeito proveniente do beneficiamento do caulim por via úmida, para a produção de compostos à base de cimento Portland. Para tanto, serão analisados os resultados dos estudos disponíveis mais relevantes sobre o assunto que foram publicados nos últimos anos. Espera-se também que este estudo possa contribuir para identificar lacunas existentes na literatura pesquisada a fim de gerar oportunidades para futuras pesquisas.

3.2 METODOLOGIA

A estratégia adotada para elaboração do presente estudo baseou-se na metodologia de pesquisa descritiva, a qual, segundo Cervo, Bervian e da Silva (2007), ocorre quando se registra, analisa e correlaciona fatos ou fenômenos, sem manipulá-los.

Segundo Barros e Lehfeld (2000), por meio de pesquisas descritivas, procura-se descobrir com que frequência um fenômeno ocorre, sua natureza, suas características, causas, relações e conexões com outros fenômenos.

Em relação aos procedimentos, trata-se de uma pesquisa documental, a qual baseou-se em informações retiradas de artigos, publicações em periódicos e teses sobre o assunto aqui abordado. Desta forma, classifica-se como pesquisa bibliométrica, que se fundamenta na descrição e na quantificação dessas publicações. Quanto aos objetivos mais gerais, trata-se de uma pesquisa do tipo exploratória, pois busca maior familiaridade com o problema fixado a fim de torná-lo compreensível. Também possui abordagem quantitativa tendo em vista que traduz as informações descritas em dados quantificáveis. O principal questionamento formulado neste estudo é a viabilidade técnica do aproveitamento do resíduo advindo do beneficiamento do caulim para a produção de materiais de base cimentícia, como concreto e argamassa. Sabe-se que para que essa alternativa seja adotada comercialmente ainda há um longo caminho, tendo em vista as lacunas de conhecimento existentes em relação à qualidade e durabilidade dos compósitos produzidos. As pesquisas realizadas sobre o tema ainda são incipientes no Brasil, havendo a necessidade de maiores investigações sobre o assunto.

Para que fosse possível responder à pergunta central desta pesquisa, utilizou-se a ferramenta designada pelo acrônimo PICO; onde “P” corresponde à população, “I” intervenção, “C” comparação ou controle e “O” desfecho (SANTOS e GALVÃO, 2014). Para a seleção dos estudos utilizados neste trabalho, adotou-se os conceitos de pesquisa formulados a partir dos critérios PICO, apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Critérios PICO utilizados

CRITÉRIOS P.I.C. O	DESCRIÇÃO
População	Produção de material pozolânico utilizado para a fabricação de concreto e argamassa
Intervenção	Com resíduo advindo do beneficiamento do caulim
Comparação	Com cimento comum e cimento composto com metacaulim de alta reatividade
Resultado	Verificar viabilidade técnica, proporcionar sustentabilidade

Fonte: Autoria própria (2022)

O universo da pesquisa constituiu-se de publicações disponibilizadas no portal eletrônico de periódicos da CAPES, em que foram escolhidos artigos provenientes de periódicos revisados por pares, teses de doutorado e dissertações de mestrado. Três palavras-chave foram associadas ao tema: resíduo de caulim (*Kaolin residue*), logística reversa (*reverse logistic*) e materiais de base cimentícia (*Cement-based materials*). A partir da combinação das palavras-chave elaborou-se a *string* de busca: “*Kaolin residue*”, “*reverse logistic*” and *Cement-based materials*. As buscas foram realizadas no período dos últimos 20 anos – março de 2001 a março de 2021.

Optou-se por utilizar apenas estudos publicados em inglês ou português. Também foram definidos 4 critérios para exclusão de pesquisas: (1) O estudo não foi publicado em periódico, congresso ou livro; (2) A pesquisa não apresenta contribuições na área da engenharia; (3) A publicação apresenta o uso de resíduo de caulim para outras finalidades;

(4) Não é possível ter acesso ao estudo. Em seguida, eliminou-se as duplicidades de pesquisa, restando apenas 16 estudos, considerados relevantes para a presente pesquisa, os quais estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 – Trabalhos selecionados

Base de dados	Total inicial	Restante após critério de exclusão				Total de estudos após aplicação dos critérios de seleção
		1	2	3	4	
Publicações em periódicos nacionais						10
Publicações em periódicos internacionais						3
Dissertação de Mestrado						2
Tese de Doutorado						1
Total geral de artigos utilizados:						16

Fonte: Autoria própria (2022)

No Gráfico da Figura 9, é possível observar os quantitativos de trabalhos selecionados por ano de publicação. Observa-se que as publicações ocorreram do ano de 2004 a 2018, sendo que o ano que apresentou o maior número de publicações foi 2016 (com 4 publicações), seguido pelos anos de 2012 e

2017 (com 3 publicações cada um). Os dados revelam ainda que existe um amplo campo de pesquisa a ser explorado, tendo em vista a baixa quantidade de trabalhos realizados sobre o tema aqui abordado.

Figura 9 - Gráfico com o quantitativo de trabalhos por ano de publicação



Fonte: Autoria própria (2022)

3.3 RESULTADOS

Neste tópico serão apresentados os resultados obtidos nas pesquisas selecionadas constantes na Tabela 2. Espera-se demonstrar qual a influência da incorporação do resíduo de caulim nas propriedades das misturas cimentícias.

3.4 CARACTERÍSTICAS DO RESÍDUO DE CAULIM

3.4.1 Composição química

Bediako *et al.*, (2016), afirmam que apesar de as argilas de caulim tratadas termicamente serem consideradas um material pozzolânico adequado para metacaulins, a eficácia desse composto irá depender diretamente da geoquímica e da estrutura da argila, que geralmente é influenciada pelo meio ambiente.

Segundo as especificações da NBR 12653 (ABNT, 1992), para que um material seja considerado pozzolânico, de modo a possibilitar melhorias na qualidade do concreto, é necessário que na sua constituição química a soma dos teores de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 seja superior a 70%. Além disso, é importante destacar que quanto maior o teor de caulinita presente ($\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$), melhor será a qualidade do material

para a produção de pozolanas de alta reatividade. Outro fator a ser observado é o nível de SiO_2 livre (quartzo), o qual pode ser aferido por meio do ensaio de dissolução seletiva com ácido pirofosfórico.

Para a verificação das propriedades químicas e mineralógicas do resíduo de caulim podem ser empregados os ensaios de espectrografia de energia dispersiva de raios-X (EDX); fluorescência de raios-X (FRX), difração de raios-X (DRX) e análise termogravimétrica (ATG). A Tabela 6 apresenta os resultados da composição química dos resíduos de caulim estudados por diversos autores.

Tabela 6 – Composição química dos resíduos de caulim estudados

Estudo	Elementos									
	$\text{SiO}_2(\%)$	$\text{Al}_2\text{O}_3(\%)$	$\text{Fe}_2\text{O}_3(\%)$	$\text{K}_2\text{O}(\%)$	$\text{CaO}(\%)$	$\text{Na}_2\text{O}(\%)$	$\text{MgO}(\%)$	MnO	TiO_2	outros
[1]	44,25	48,66	1,02	5,24	0	0	0,44	0	0	0
[2]	61,66	33,66	0,48	3,6	0,12	0	0,25	0,03	0,05	0,09
[3]	42,19	39,24	1,88	0	0,02	0	0,2	0	1,49	0,21
[4]	50,38	34,76	0,35	1,18	0,01	0,09	0,83	0	0,03	0,11
[5]	59,04	24,68	0,87	0,46	5,22	6,77	0,34	0	1,12	1,69
[6]	42,79	35,36	3,19	0,21	6,22	0,03	0,22	0	5,98	5,58
[7]	54,76	26,41	8,48	0	3,54	0,8	0,78	0,03	1,67	3,53

Fonte: Autoria própria (2022)

Ao observar a Tabela 3, que apresenta as composições químicas dos resíduos de caulim estudados por 7 diferentes autores, constata-se que em todos os trabalhos avaliados o valor do somatório dos teores de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 é compatível com as especificações constantes na NBR 12653 (ABNT, 1992). Isso colaborou para que praticamente todos os trabalhos pesquisados [1, 2, 3, 5, 6, 7] obtivessem resultados satisfatórios para as misturas produzidas, chegando a obter um percentual de até 120% de índice de atividade pozolânica no cimento produzido com rejeito de caulim [6].

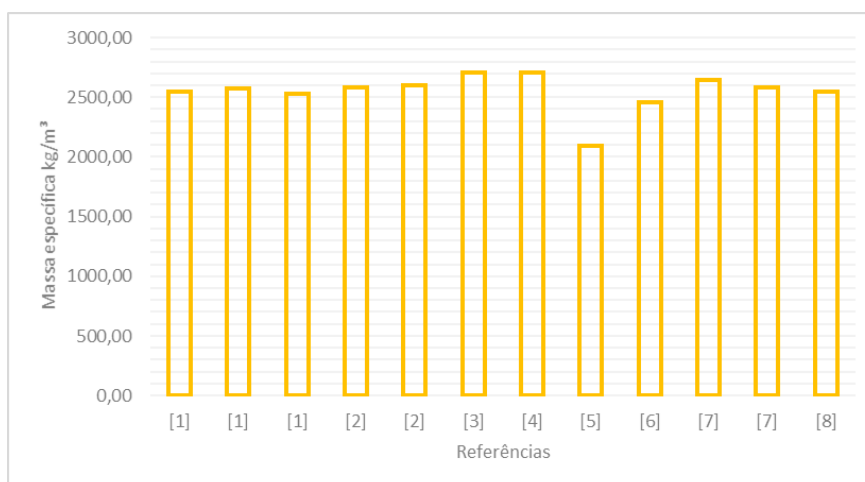
Somente a pesquisa do autor [4] apresentou resultados negativos quanto ao uso do material estudado, tendo em vista que houve uma pequena redução nas propriedades mecânicas do composto produzido com o resíduo em substituição a parte do cimento. Os resultados satisfatórios encontrados nos demais trabalhos podem ser explicados, dentre outras razões, ao fato de o resíduo utilizado apresentar um alto teor de caulinita, bem como baixo teor de quartzo (sílica livre). Somente teores de quartzo e mica superiores a 10% (sobre a massa total do material calcinado) prejudicam de modo significativo as propriedades pozolânicas do material (AMBROISE e CALLE, 1993).

3.4.2 Densidade

Segundo Barata e Angélica (2012), a reatividade e o desempenho de uma metacaulinita não estão associados somente à quantidade de fase pozolanicamente ativa presente (caulinita), mas também à finura e, conseqüentemente, à área superficial específica. Esta última variável irá interferir diretamente na qualidade do material produzido, sendo que valores mais elevados tendem a proporcionar melhores qualidades mecânicas aos compósitos produzidos.

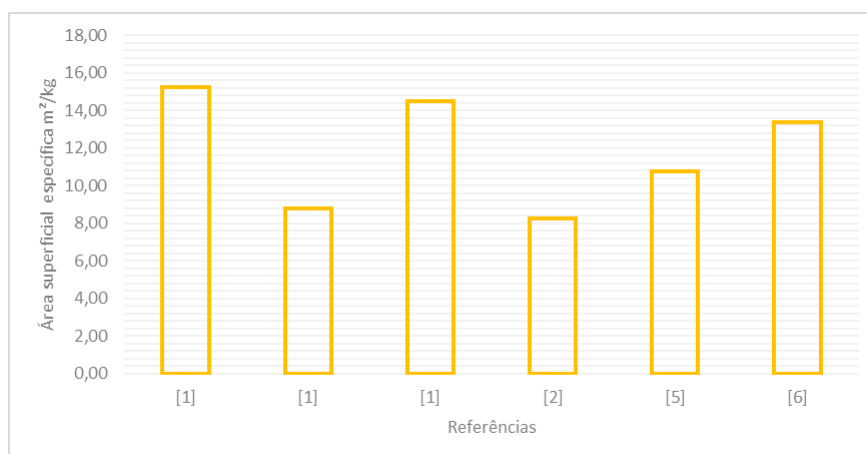
Para a determinação das características físicas do resíduo como área superficial específica pode-se utilizar o método da adsorção de nitrogênio (BET), enquanto para a verificação da massa específica deve-se adotar o ensaio prescrito pela NBR 16605 (ABNT, 2017). Nos Gráficos presentes nas Figuras 10 e 11, encontram-se os resultados de massa específica e área superficial específica, respectivamente, encontrados por alguns dos autores utilizados como referência neste trabalho.

Figura 10 – Gráfico da massa específica dos resíduos estudados



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 11 – Gráfico da área superficial específica dos resíduos estudados



Fonte: Autoria própria (2022)

Os valores reduzidos de massa específica, na ordem de 2,09 e 2,71 kg/dm³, segundo a explicação dada por Angélica e Barata (2012), indicam que todos os caulins são constituídos basicamente por caulinita, com baixos teores de outros minerais secundários como, por exemplo, quartzo, muscovita, anatásio e gibsita. Com relação às áreas superficiais específicas, as quais variam de 8,24 m²/g a 15,27 m²/g, percebe-se que os resíduos avaliados possuem elevada finura, fato que colabora para que o material seja considerado um bom aditivo para o cimento.

Por outro lado, a extrema finura, bem como a elevada área superficial das pozolanas formadas a partir do resíduo de caulim fazem com que a argamassa produzida demande um maior consumo de água, exigindo em torno de 19 a 30% a mais do que a argamassa convencional, percentuais esses que excedem o limite máximo estipulado pela norma NBR 5752 (ABNT, 1992) o qual é de 15%. (BARATA e ANGELICA, 2011). Este mesmo comportamento já havia sido observado por outros autores que relatam que a incorporação do metacaulim reciclado aos sistemas de cimento Portland (concretos, argamassas, pastas) requer uma quantidade de água superior à das misturas de referência ou uma dosagem maior de aditivos redutores de água.

3.4.3 Granulometria

As determinações da curva granulométrica e do diâmetro médio das partículas (DMP), para os resíduos que passaram pelo processo de moagem e calcinação, podem ser realizadas através de granulômetro baseado no princípio de difração a laser. Já para os resíduos *in natura*, pode-se aplicar o procedimento descrito na NBR 248 (ABNT, 2003). Barata e Angélica (2011) afirmam que, dependendo do tratamento térmico empregado no resíduo, as amostras, independentemente da temperatura e do tipo de caulim,

podem apresentar substancial aglomeração das partículas, ocasionando alteração na granulometria. Este efeito da aglomeração pode ser tão expressivo a ponto de não ser possível determinar através da difração a laser a distribuição granulométrica das partículas após a calcinação. Havendo, portanto, a necessidade de realizar uma moagem nas amostras que devem ser calcinadas por 10 minutos em moinho planetário, antes da execução do ensaio de distribuição granulométrica.

De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2012), para ser considerado pozolânico, é necessário que o material apresente um máximo de 34% de partículas retidas na peneira de malha 45µm no ensaio de granulometria. Segundo Oliveira e Barbosa (2016), abaixo da granulometria 0,045mm, encontra-se alto teor de caulim.

Na Tabela 7, podem ser observados os resultados da variação de diâmetro do resíduo de caulim encontrados por alguns dos autores selecionados para esta pesquisa. Nota-se que há uma grande variação nestes dados, demonstrando que existe uma ampla faixa de distribuição granulométrica entre os materiais estudados. Isto pode estar relacionado ao tratamento prévio empregado no resíduo, já que em alguns casos como [3, 4, 5] o material foi utilizado *in natura*, enquanto nos demais trabalhos [1, 2, 6] passou primeiramente por um processo de peneiramento, moagem e calcinação.

Sabe-se que um cimento de granulometria mais fina possui maior quantidade de grãos por unidade de massa, ou seja, maior área específica. Posto isso, a água encontrará maior área de contato com o cimento e a reação se dará com maior intensidade, resultando em uma maior resistência mecânica e maior liberação de calor (CARVALHO, 2012). Por isso, os resíduos que apresentam maior grau de finura são os mais indicados para utilização na formulação dos cimentos.

Tabela 7 – Variação do diâmetro médio dos resíduos de caulim estudados por diversos autores.

Referências	Variação de diâmetro
[1]	0,2µm - 8 µm
[1]	0,5µm - 8 µm
[1]	0,9µm - 5 µm
[2]	10µm - 100 µm
[3]	5,31µm - 94,80 µm
[3]	31,13µm - 340,18 µm
[3]	29,27µm - 389,51 µm
[4]	45µm - 2000 µm
[5]	150µm - 1200 µm
[6]	0,9µm - 1µm
[6]	0,4µm - 0,5µm

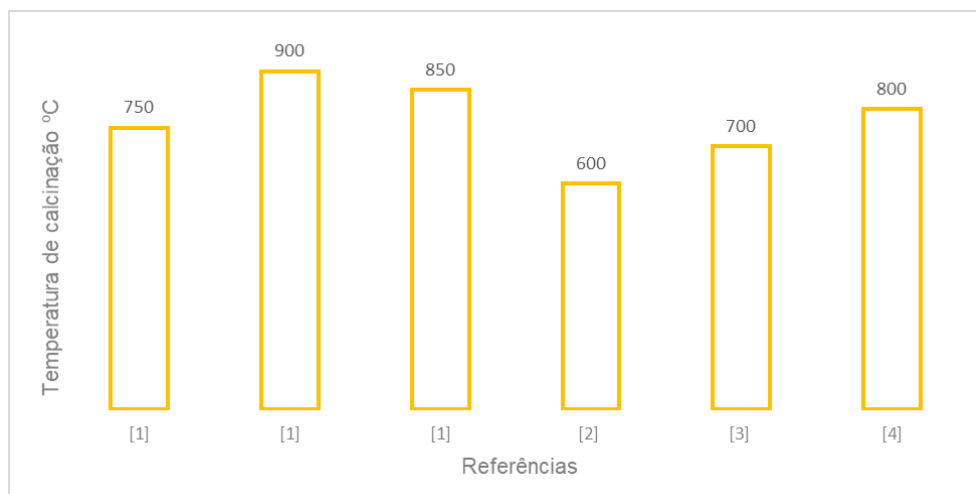
Fonte: Autoria própria (2022)

3.4.5 Temperatura de calcinação

Azeredo (2012) explica que quando uma caulinita é aquecida a uma faixa de temperatura compreendida entre 500°C e 900°C, esse mineral se transforma em metacaulinita. No processo de calcinação todas as moléculas de água e os íons OH^- começam a ser eliminados numa faixa de temperatura compreendida entre 400°C e 525°C. Nesse momento ocorre a desidroxilação da caulinita, a qual passa de um estado cristalino para um estado amorfo. Esse processo é então completado em cerca de 800°C e o produto gerado é chamado de metacaulinita.

O tratamento térmico da caulinita obtida a partir dos resíduos do beneficiamento de caulim para obtenção de uma pozolana tem sido tema de vários trabalhos que mostram efeitos da temperatura de calcinação, como também da sua composição química e mineralógica na desidroxilação/amorfização da caulinita (AZEREDO, 2012; BARATA e ANGÉLICA, 2012; SANTOS *et al.*, 2012; GUO *et al.*, 2016). No Gráfico da Figura 12, observa-se a faixa de temperatura de calcinação para tratamento térmico de resíduos de caulim utilizada por diversos autores.

Figura 12 – Gráfico da faixa de temperatura de calcinação utilizada por diversos autores



Fonte: Autoria própria (2022)

Para verificação de que o processo de tratamento térmico é eficiente para a produção da metacaulinita, é feita uma análise do potencial pozolânico da amostra, que pode ser descrito como a capacidade do material de reagir com o hidróxido de cálcio. Este parâmetro pode ser medido através de ensaios como, difração de raios-x (DRX), termogravimetria (TG), método Chapelle e evolução da resistência mecânica ao longo do tempo. Quanto maior a quantidade de hidróxido de cálcio consumido, maior é a atividade pozolânica do material (MASSAZA, 1998).

Com relação à verificação da atividade pozzolânica através da resistência mecânica ao longo do tempo, existem normas brasileiras e internacionais que tratam do assunto. No Brasil as normas NBR 5751 (ABNT, 2015) e 5752 (ABNT, 2014) prescrevem o método de avaliação da evolução da resistência ao longo do tempo em misturas contendo cal ou cimento Portland. De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2014), para que a metacaulinita seja considerada de qualidade, os resultados de atividade pozzolânica devem obedecer aos seguintes requisitos: resistência aos 28 dias da mistura maior que 75% em relação a uma amostra contendo apenas cimento Portland e de 6,0 MPa para uma amostra com cal e pozzolana para a idade de 7 dias. Os trabalhos apresentados na Figura 4, obtiveram resultados satisfatórios quanto a estes requisitos.

Conforme afirmam Barata e Angélica (2012), um dos fatores mais importantes na escolha de uma caulinita utilizada como matéria prima para a produção do metacaulim, além da finura e da pureza, é a quantidade de defeitos na estrutura cristalina do material, tendo em vista que caulinitas com maior quantidade de defeitos na estrutura cristalina, ou mal cristalizadas, quando calcinadas, apresentam maiores taxas de desidroxilação em relação às caulinitas com menor grau de defeitos (bem cristalizadas), o que permite produzir uma pozzolana com alta reatividade a temperaturas menores, o que se traduz em menor custo energético. Estes autores, Barata & Angélica (2012), demonstraram que as pozzolanas produzidas a partir dos resíduos com maior grau de defeitos apresentaram alta reatividade, inclusive superior à reatividade encontrada nas pozzolanas disponíveis comercialmente utilizadas no estudo, com uma temperatura de calcinação ótima de 750°C.

Santos *et al.*, (2012), obtiveram um índice de atividade pozzolânica da ordem de 90,06% para o resíduo de caulim, utilizando uma temperatura de calcinação de 600°C. O concreto produzido com este material (para proporção de até 10% de adição de resíduo) apresentou resistência à compressão superior ao composto executado com metacaulim industrial.

De forma geral, os trabalhos citados mostraram que, independentemente da origem do resíduo de caulim, é possível obter um material com excelente qualidade pozzolânica, usando um tratamento térmico adequado, composto por peneiramento, moagem e calcinação com temperaturas entre 600°C e 900°C.

3.5 APLICAÇÕES EM CONCRETOS E ARGAMASSAS

3.5.1 Resistência mecânica

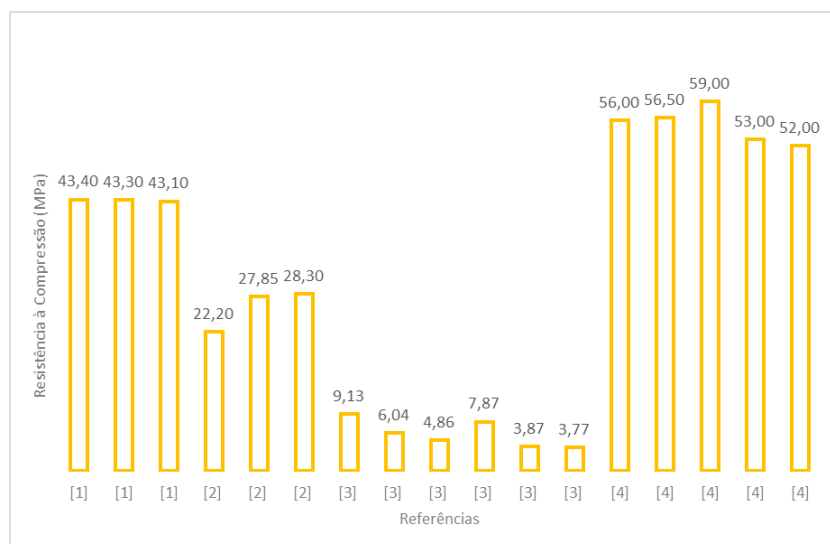
3.5.1.1 Resistência à compressão simples

Conforme explica Nakakura (2003), a principal propriedade utilizada para avaliar o desempenho dos materiais de construção é a resistência mecânica. No caso das argamassas e concretos, esta característica está relacionada à sua capacidade de resistir aos esforços de tração, compressão ou cisalhamento, decorrentes de cargas estáticas ou dinâmicas atuantes nas edificações, ou advindos de efeitos das condições ambientais.

Neste trabalho serão apresentados os resultados obtidos pelos autores pesquisados, referentes ao ensaio de resistência à compressão e resistência à tração para misturas à base cimentícia (concreto e argamassa). Nos Gráficos das Figuras 13 e 14, constam os resultados observados para a resistência à compressão das argamassas e concretos, respectivamente.

Com base nestes dados é possível constatar que há uma grande variação de resultados referente a esta propriedade, isto se deve ao fato de terem sido empregados diferentes métodos de tratamento no resíduo de caulim utilizado, bem como, diferentes traços e percentuais de resíduo. Cabe salientar também que em alguns trabalhos houve adição do resíduo em substituição ao cimento, enquanto em outros houve apenas a adição, ou ainda a substituição de parte do agregado miúdo pelo referido material.

Figura 13 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à compressão de argamassas



Fonte: Autoria própria (2022)

Barata e Angélica (2011), buscaram investigar a reatividade das pozolanas produzidas a partir da calcinação e moagem dos resíduos de beneficiamento de caulim, obtidos nas regiões do Rio Capim e Rio Jari. O objetivo da pesquisa era avaliar a influência da mineralogia de cada tipo de caulinita (com maior ou menor quantidade de defeitos na estrutura cristalina) sobre a temperatura de queima e, consequentemente, nas características do produto final, de modo a obter o material de maior reatividade com um menor dispêndio de energia. Foram estudados três tipos de resíduos cauliníticos, dois processados e um não processado. Com relação aos processados, o primeiro era procedente de uma indústria que beneficia o caulim do Rio Jari (RCJ) e o outro do distritocaulinítico do Rio Capim (RCC). O resíduo não processado, o caulim “*flint*” (CF) também era o proveniente da região do Rio Capim, região Nordeste do Pará.

Os autores citados acima submeteram os resíduos a temperaturas de calcinação de 750°C, 850°C e 900°C, e, posterior moagem, para a produção das pozolanas. Estas adições foram comparadas ainda com outras duas pozolanas industriais, sendo estas: a Sílica Ativa (SA) e Metacaulim de Alta Reatividade (MCAR). Para a realização dos ensaios mecânicos, foram produzidas argamassas com cimento Portland, as quais tiveram parte do seu volume de cimento substituído, em 35%, por cada uma das pozolanas estudadas.

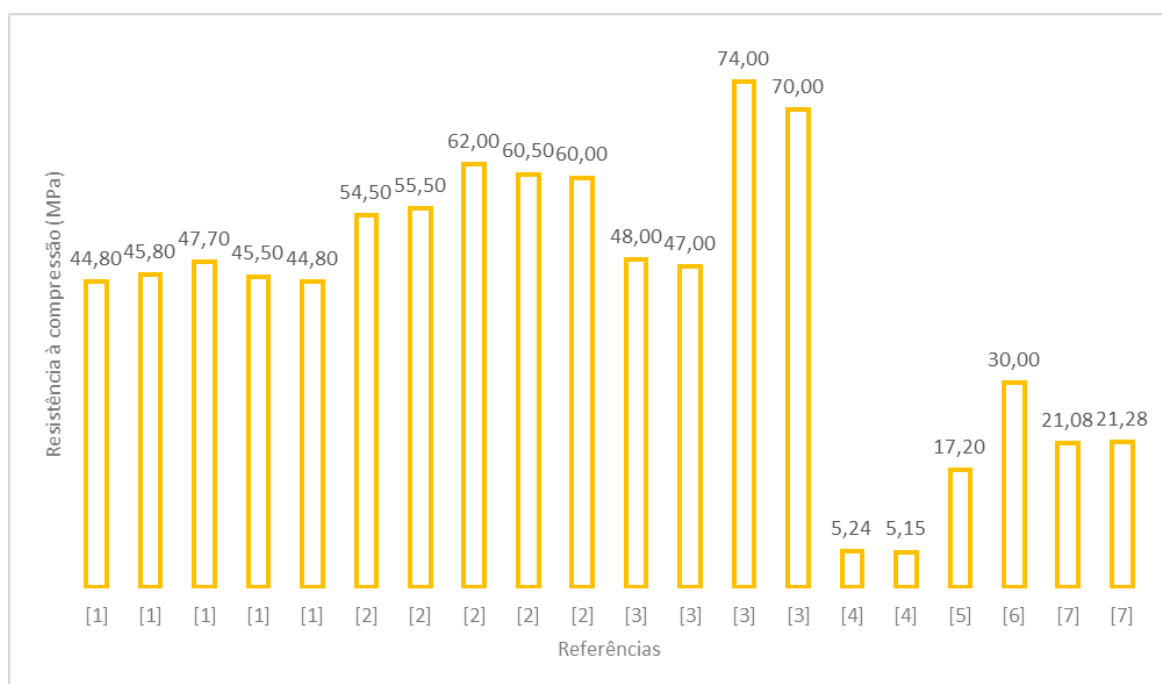
Os resultados mostraram que as pozolanas produzidas das caulinitas com maior grau de defeitos na estrutura cristalina (CF) demandaram temperaturas mais reduzidas que a com menor grau de defeitos (RCC e RCJ), chegando a obter uma resistência à compressão da ordem de 43,40 MPa para uma temperatura de calcinação de 750°C.

Santos *et al.*, (2012), optaram por estudar, ao invés da substituição, a adição de percentuais de resíduos advindos do beneficiamento do caulim em relação à massa de cimento para a produção de argamassas. Tal material passou por um processo de moagem e calcinação a 600°C para que fosse obtido o metacaulim reativo (MR). Após isso, os autores produziram argamassas com adições de MR nas proporções de 5%, 10% e 20%, além de compósitos com os mesmos percentuais de adição para o metacaulim industrial (MI). Os resultados dos ensaios de resistência à compressão axial foram comparados com os valores obtidos para a argamassa convencional (sem a adição de resíduo). Com isso, verificou-se que as composições com a presença do MR apresentaram um aumento considerável nas suas propriedades mecânicas quando comparado ao traço padrão e ao traço com 10% de adição do metacaulim industrial, chegando a obter um valor para a resistência à compressão de 28,30 MPa.

Azeredo (2012), em sua tese de doutorado, procurou avaliar as propriedades frescas, endurecidas e microestruturais de uma argamassa à base de cal com a inserção de resíduo de caulim. O resíduo em questão foi estudado de duas formas: uma parte *in natura*, que foi usada como agregado miúdo nas argamassas e a outra parte como pozolana, após passar por peneiramento e calcinação a 700°C, obtendo então o metacaulim (MC). Foram produzidas pastas contendo o resíduo como pozolana (MC), e argamassas cujo aglomerante foi composto por cal+MC e o agregado pelo resíduo *in natura*+areia de rio. Os resultados mostraram que nas argamassas, quando se substituiu parcialmente a areia de rio pelo resíduo *in natura*, a resistência mecânica diminuiu (em até cerca de 50%) comparado com a mistura contendo somente areia como agregado miúdo (0% de resíduo). Por outro lado, as composições contendo os resíduos *in natura* e com menor teor de MC em cura úmida apresentaram melhor desempenho no que diz respeito às propriedades endurecidas avaliadas, resistência à compressão de 9,13 MPa aos 28 dias, representando uma queda de apenas 4% em relação à argamassa tradicional.

Xu *et al.*, (2018), exploraram a viabilidade potencial da reciclagem da areia residual de caulim (KTS), gerada como um subproduto da seleção da mineração de caulim, como substituto da areia natural de rio (NRS) como agregado fino para a produção de argamassas de cimento e concreto. A caracterização do resíduo revelou que a KTS possuía um alto teor de quartzo e propriedades físicas comparáveis para NRS. Os resultados experimentais revelaram que a introdução da KTS levou a uma redução da expansão induzida pela reação alcalina com ácido silícico (ASR) como uma melhoria na resistência à compressão da argamassa resultante, que chegou a alcançar 59MPa para o percentual de 60% de substituição, fato este intimamente relacionado à textura áspera e natureza angular do KTS.

Figura 14 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à compressão de concretos



Fonte: Autoria própria (2022)

Lotfy *et al.*, (2015) avaliaram as propriedades mecânicas de um concreto produzido com adição do resíduo do beneficiamento do caulim em relação à massa do cimento nas proporções de 5%, 10%, 15%, 20% e 25%. O resíduo utilizado passou apenas pelo processo de secagem em estufa a uma temperatura de 110°C por um período de 1 hora, e depois moído em um moinho de bolas, sendo em seguida peneirado. Os resultados demonstraram que a incorporação do resíduo afetou a resistência à compressão positivamente, especialmente nos níveis de substituição de 10% e 15% após 28 dias.

Guo *et al.*, (2016) estudaram a atividade pozzolânica dos rejeitos quando usados como aditivo de cimento e a quantidade ótima de rejeito utilizado como aditivo para concreto. Os resultados mostraram que, sendo calcinado em temperatura adequada e moídos com certa finura, os rejeitos apresentaram alta atividade pozzolânica. O concreto

produzido obteve maior resistência à compressão quando o rejeito substitui o cimento em 20% do peso, alcançando a marca de 62MPa, aos 28 dias.

Barbosa *et al.*, (2016) analisaram os efeitos da substituição de uma parte do agregado gráudo convencional (areia) por resíduo proveniente do peneiramento do caulim, material cujos grãos ficam retidos nas peneiras de malha de abertura #100 *mesh*. As porcentagens de substituição utilizadas foram 25% e 50%, em relação ao volume de areia. O resíduo foi simplesmente incorporado ao concreto, sem passar por nenhum tipo de beneficiamento prévio. Como resultado, os autores concluíram que, com o aumento do teor do resíduo de caulim, houve redução considerável na resistência à compressão. Para a composição com 25% de substituição essa redução foi da ordem de 15%, enquanto para a composição com 50% de substituição, esse valor chegou a 45%. Os autores atribuíram esta redução na resistência do concreto à presença do elemento mica no resíduo de caulim, já que dificulta a homogeneização dos materiais devido à forma laminar característica da mica.

Almeida, Vidal e Castro (2016) estudaram a viabilidade da ideia de se inserir uma etapa prévia ao descarte dos resíduos de caulim, sendo esta denominada ciclonagem, e, com o material obtido, produzir um concreto com a substituição de 30% do volume do cimento em sua composição. Os resultados demonstraram que a etapa adicional, com hidrociclone, proporcionou a recuperação de 99,69% do material fino inferior a 0,045mm, granulometria do caulim, e com alvura suficiente para seu uso industrial. O concreto modificado produzido atingiu, aos 7 dias, a resistência mínima C15, indicada para fundações e obras provisórias.

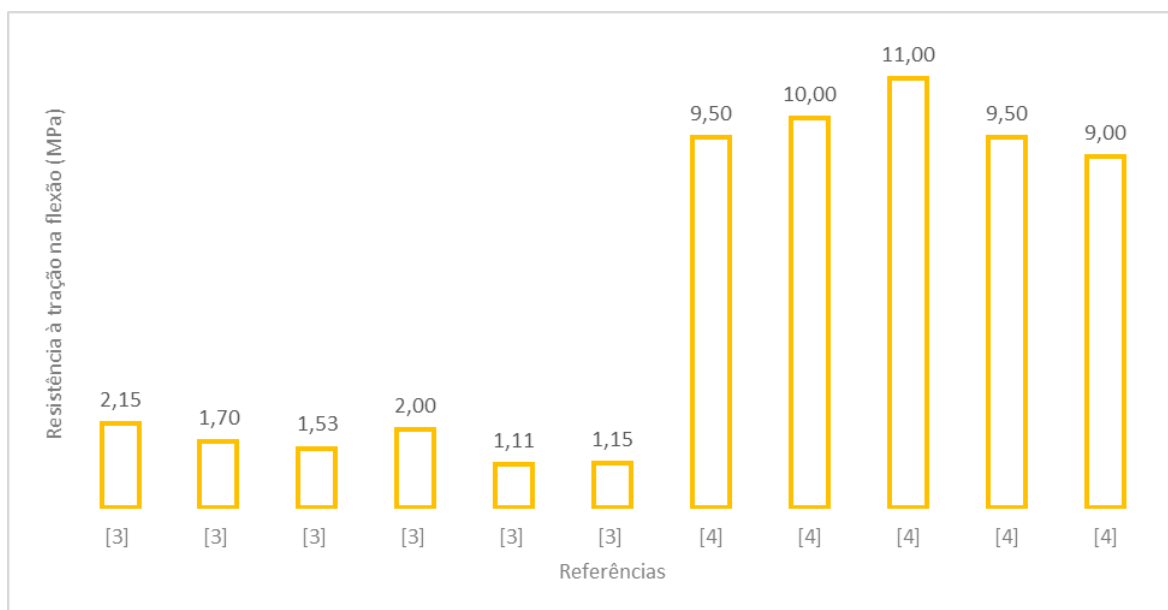
Seguindo a mesma linha de pesquisa, Leandro *et al.*, (2017) estudaram a possibilidade de produzir um cimento com substituição de 30% de seu volume por um material pozzolânico proveniente do resíduo de beneficiamento de caulim, utilizado em sua forma *in natura*, sem passar por nenhum tipo de beneficiamento, o que encareceria o produto final. Os autores concluíram que o resíduo de caulim pode substituir parcialmente o material pozzolânico utilizado como argila pozzolânica na formulação do cimento. No entanto, o resultado do ensaio de resistência à compressão do cimento produzido revelou que o composto modificado apresentou uma diminuição de 45% em relação ao cimento padrão (sem adição de resíduo).

Almeida, Vidal e Castro (2017) publicaram um artigo no qual descreveram os resultados obtidos para três tipos diferentes de concreto modificado. O primeiro compósito foi produzido com a substituição parcial de 30% do cimento por resíduo de caulim, enquanto o segundo tipo foi elaborado seguindo o mesmo traço, porém, com um pequeno acréscimo de água, para melhorar a trabalhabilidade do concreto. A terceira composição foi executada com a substituição de 10% do cimento e 30% da areia por resíduo de caulim. Entre as três composições estudadas, esta última foi a que apresentou melhor desempenho, possuindo uma resistência à compressão axial de 21,08MPa aos 28 dias e uma adequada consistência para uso em fundações, obras provisórias e concreto com armaduras passivas.

3.5.1.2 Resistência à tração

Ao avaliar os resultados publicados para a propriedade de resistência à tração, notou-se que há grande lacuna nesta área, visto que entre os artigos selecionados para esta pesquisa, apenas três autores executaram o ensaio para aferir esta variável, sendo dois para argamassa, um para o concreto e um para ambos os compósitos. Os dados coletados estão apresentados no Gráfico da Figura 15 e 16, para argamassas e concreto, respectivamente.

Figura 15 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à tração das argamassas

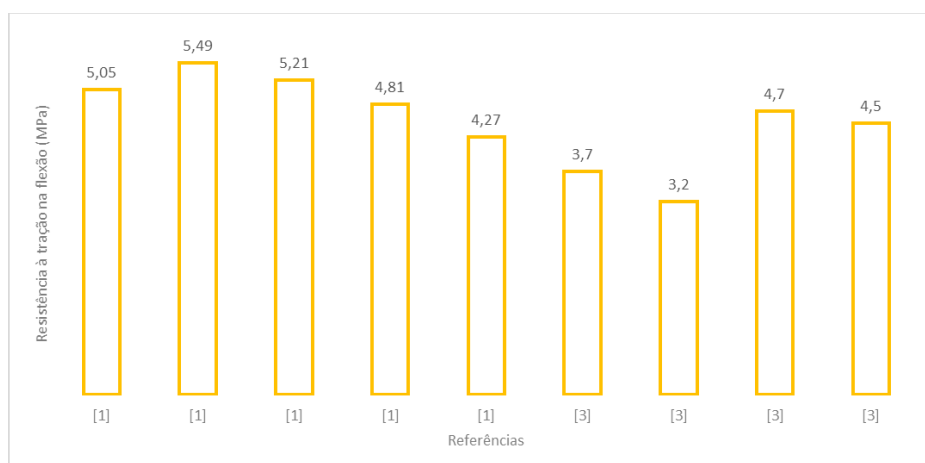


Fonte: Autoria própria (2022)

Os autores descritos na Figura acima obtiveram resultados satisfatórios para a argamassa produzida com inserção de resíduo de caulim calcinado. Em ambos os casos, os valores de resistência à tração das argamassas foram superiores aos resultados das argamassas convencionais.

Para o concreto, foram observados resultados semelhantes aos das argamassas. No entanto, nestes casos o resíduo foi utilizado em sua forma *in natura* (sem ser calcinado). Verificou-se que houve melhorias na resistência à flexão dos compósitos modificados em comparação ao concreto de referência. É importante destacar que no estudo desenvolvido por Lotfy *et al.*, (2015) foi feita a adição do resíduo em relação ao peso do cimento, enquanto na pesquisa de Xu *et al.*, (2018) foi feita a substituição de parte do agregado miúdo pelo resíduo.

Figura 16 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de resistência à tração de concretos de acordo com o percentual de resíduo incorporado



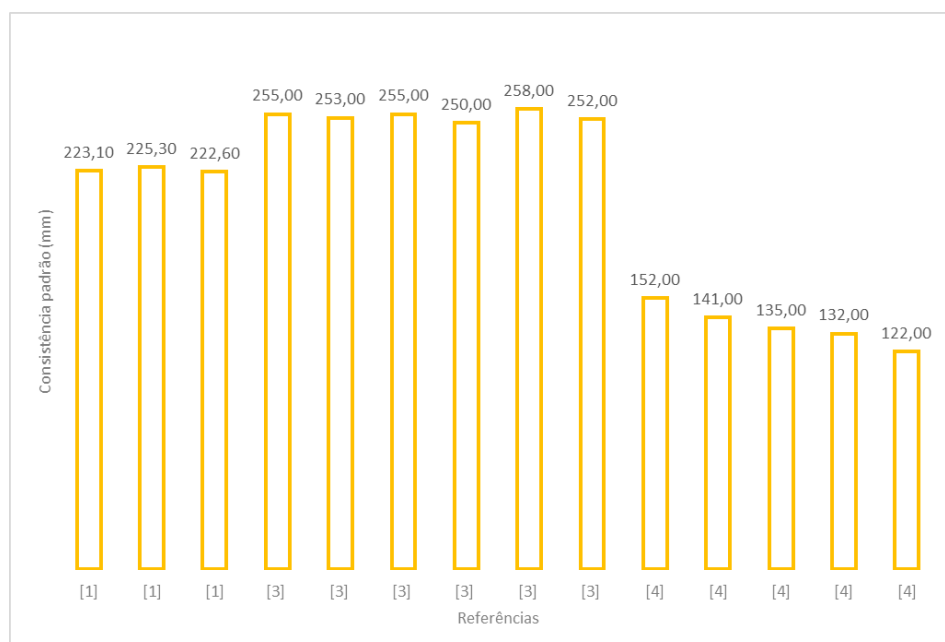
Fonte: Autoria própria (2022)

3.5.1.3 Trabalhabilidade

A consistência pode ser influenciada pelo tipo, forma e características texturais do agregado, apesar de não haver trabalhos conclusivos que quantifiquem tal influência (SILVA, 2006). Segundo Carneiro (1999), a areia não contribui com as reações químicas do endurecimento da argamassa, mas influencia no estado fresco pela composição granulométrica: o formato dos grãos interfere na trabalhabilidade e na retenção de água nas resistências mecânicas, bem como na capacidade de deformação e na permeabilidade. Os Gráficos das Figuras 17 e 18 apresentam os resultados obtidos por alguns autores em relação à trabalhabilidade das argamassas e concretos, respectivamente. De forma geral, observa-se que a incorporação do resíduo de caulim às misturas cimentícias proporciona um aumento na consistência padrão, reduzindo assim a trabalhabilidade das misturas.

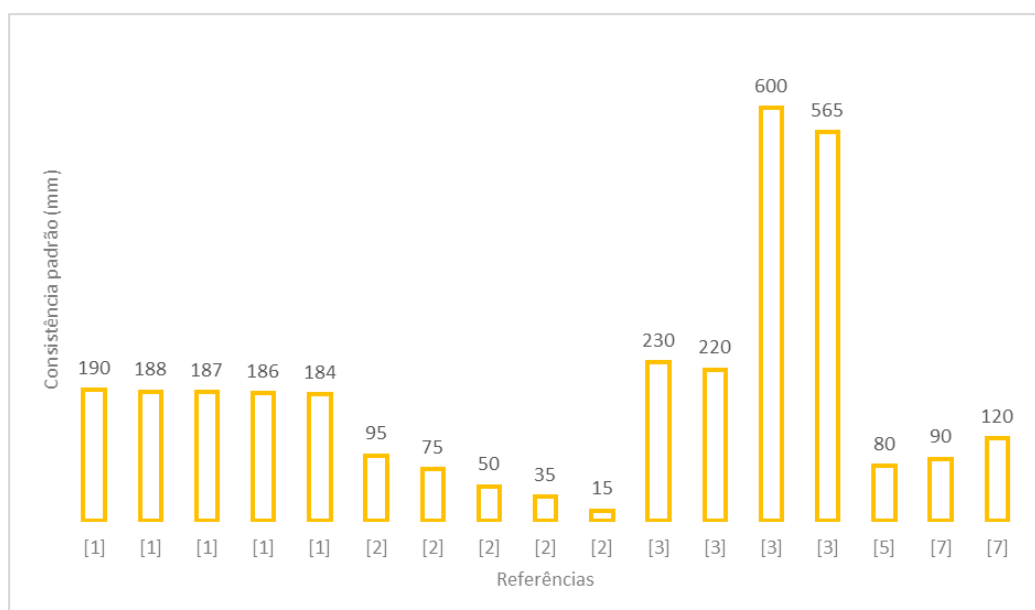
Lotfy *et al.*, (2015) verificaram em seu trabalho que o aumento do teor do resíduo de caulim ao concreto diminui a trabalhabilidade da mistura sendo necessário utilizar aditivos superplastificantes para alcançar o *slump* desejado, ao que corroboram outros autores que observaram o mesmo fenômeno.

Figura 17 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de consistência das argamassas



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 18 - Gráfico comparativo dos resultados do ensaio de consistência dos concretos



Fonte: Autoria própria (2022)

3.5.2 Composição utilizada para misturas à base cimentícia (teor ótimo)

A relação água/aglomerante é determinante na resistência de argamassas. A lei de Abrams mostra que a resistência é inversamente proporcional ao valor dessa relação. O aumento da quantidade de água na mistura aumenta a porosidade, causando um enfraquecimento da matriz e consequentemente diminuindo a resistência (MEHTA e MONTEIRO, 2008). O resíduo de caulim, por apresentar em sua constituição teores de argila, tem bastante influência sobre esta propriedade, já que seus grãos atraem mais água. Por isso, o percentual de resíduo utilizado nas misturas deve ser analisado de forma que seja possível indicar o teor ótimo de incorporação, e não prejudicar as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos.

Na Tabela 8, são apresentados os teores ótimos indicados pelos autores selecionados nesta pesquisa. Observa-se que existe uma ampla faixa de substituição para o cimento a ser utilizado em concreto, compreendida entre 15% e 100%, sendo que os melhores resultados obtidos em relação às propriedades mecânicas do material, comparando os trabalhos aqui selecionados, encontram-se no estudo publicado por Xu *et al.*, (2018).

Para as substituições de parte do cimento pelo resíduo de caulim na produção de argamassas, observa-se a faixa compreendida entre 10% e 35%. Entre estes dois percentuais, o trabalho que se mostrou mais eficiente foi o apresentado por Barata e Angélica (2011).

Barbosa *et al.*, (2016) foi o único a estudar a substituição de 25% do volume de areia por resíduo para a produção de concreto, indicando oportunidade de pesquisa para avaliação da influência de outras porcentagens nas propriedades do concreto.

Três autores avaliaram a substituição de parte da areia por resíduo de caulim para a produção de argamassas. Os teores utilizados foram 10% e 100%. O melhor desempenho mecânico do compósito produzido foi referente ao trabalho de Xu *et al.*, (2018).

Por fim, dois autores avaliaram a substituição de parte da areia e do cimento pelo resíduo de caulim para a produção de concreto. Em ambos os casos foi utilizado o teor de substituição de 10% em relação ao cimento e 30% em relação a areia.

Tabela 8 – Teor ótimo de substituição ou adição utilizado por alguns autores

Autor	Teor ótimo de substituição e/ou adição	Material produzido
Souza <i>et al.</i> , (2015)	20% de substituição em relação a massa decimento	Concreto
Barbosa <i>et al.</i> , (2016)	25% de substituição em relação ao volumede areia	Concreto
Barbosa <i>et al.</i> , (2016)	10% de substituição em relação ao cimento e30% em relação à areia	Concreto
Almeida, Vidal e Castro (2017)	10% de substituição em relação ao peso docimento e 30% em relação à areia	Concreto
Leandro <i>et al.</i> , (2017)	30% de substituição em relação ao volumedo cimento	Concreto
Almeida, Vidal e Castro (2016)	30% em relação ao peso do cimento	Concreto
Barata e Angélica (2011)	35% de substituição em relação ao volumede cimento	Argamassa
Santos <i>et al.</i> , (2012)	10% de adição em relação a massa docimento	Argamassa
Gomes, Ferreira e Gomes (2017)	10% de substituição em relação ao volumede areia	Argamassa
Azeredo, (2012)	10% de substituição em relação à cal e amassa de areia	Argamassa
Lotfy <i>et al.</i> , (2015)	15% de substituição em relação a massa decimento	Concreto
Guo <i>et al.</i> , (2016)	40% de substituição em relação a massa decimento	Concreto
Xu <i>et at.</i> , (2018)	100% de adição em relação a massa decimento	Concreto
Xu <i>et at.</i> , (2018)	100% de substituição em relação a massa daareia	Argamassa

Fonte: Autoria própria (2022)

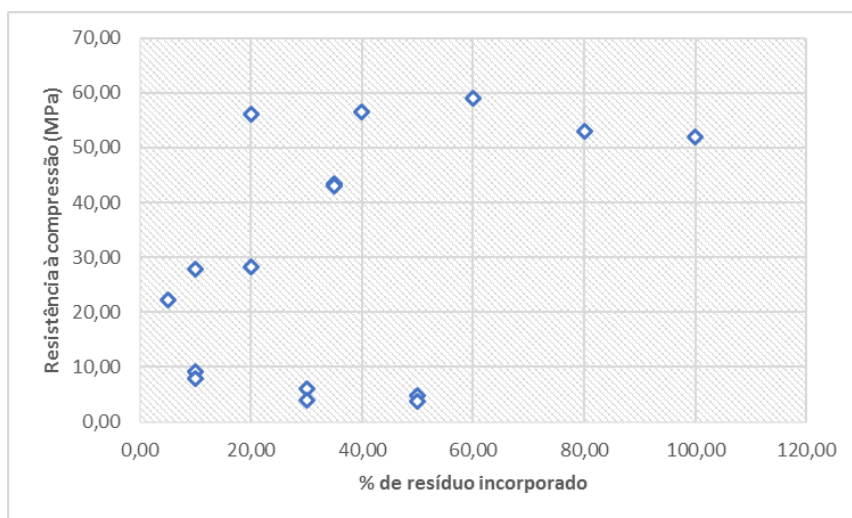
3.5.3 Correlação entre o percentual de resíduo utilizado e as propriedades das misturas cimentícias

Neste tópico serão apresentados os gráficos de dispersão, também conhecidos como gráficos de correlação, a fim de avaliar a possível relação entre duas variáveis, buscando entender o vínculo de causa e efeito, bem como o quão determinante é a correlação (nula, positiva ou negativa). Foi utilizada como variável independente, o percentual de resíduo de caulim, e como variáveis dependentes, as propriedades do material produzido.

- Resistência à compressão

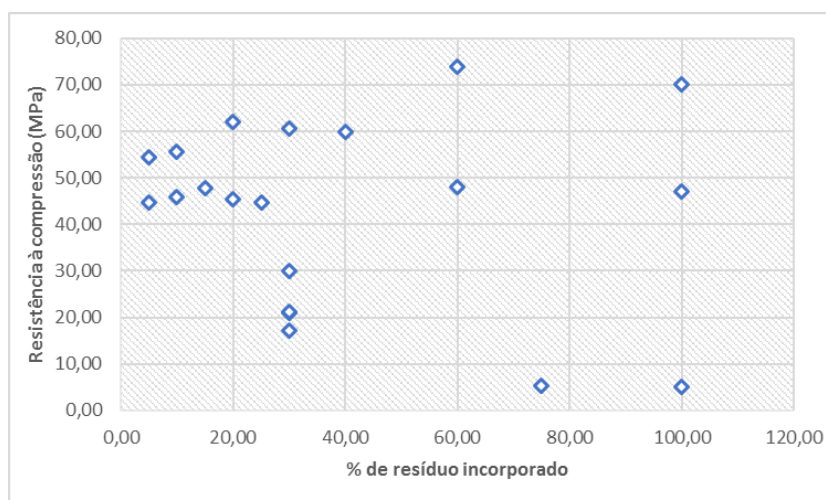
Em relação a resistência à compressão tanto das argamassas quanto dos concretos, conforme ilustrado nos Gráficos das Figuras 19 e 20, respectivamente, foi observada uma correlação fraca negativa. No entanto, até certo ponto, há uma tendência de decréscimo dessa propriedade à medida que se aumenta a quantidade de resíduo incorporado, com exceção de alguns trabalhos, nos quais foi verificado um aumento da resistência proporcional ao aumento do resíduo até determinada porcentagem.

Figura 19 – Gráfico de correlação entre a resistência à compressão e o percentual de resíduo incorporado para as argamassas



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 20 – Gráfico de correlação entre a resistência à compressão e o percentual de resíduo incorporado para os concretos

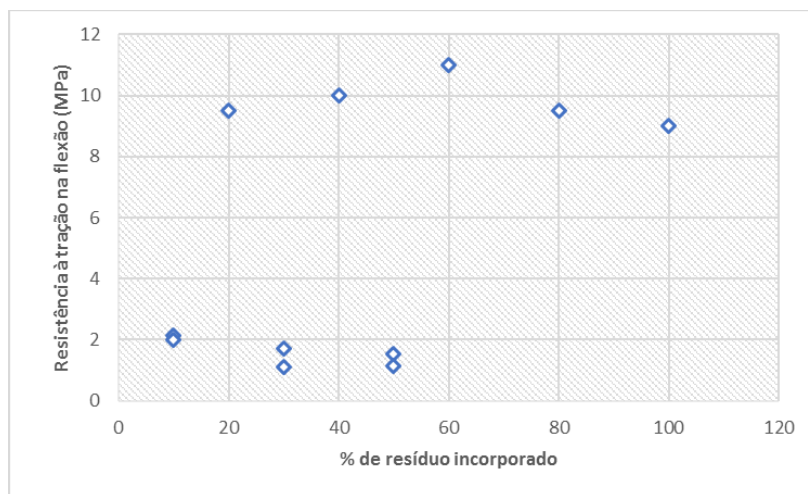


Fonte: Autoria própria (2022)

- Resistência à tração na flexão

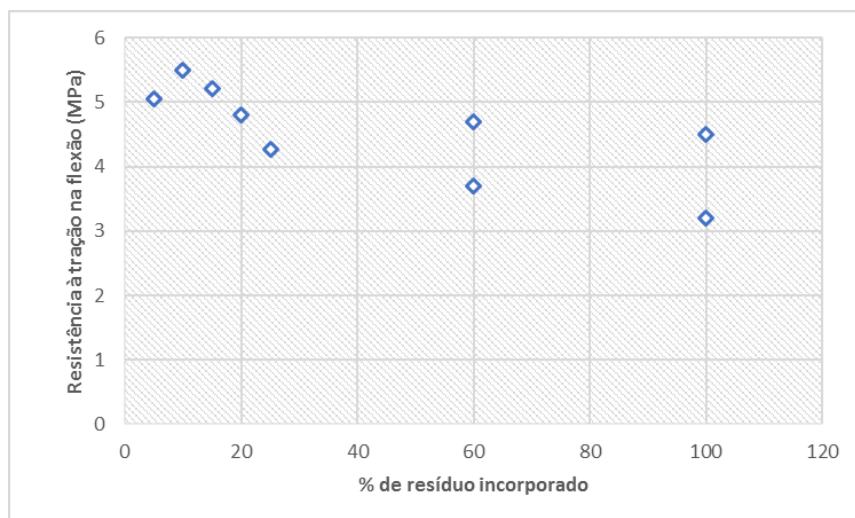
Nos Gráficos das Figuras 21 e 22 podem ser observados os resultados de correlação entre a resistência à tração na flexão das argamassas e concretos, respectivamente, e o percentual de resíduo incorporado. Observa-se que a correlação é nula ou inconclusiva para as argamassas, não sendo possível relacionar as duas variáveis estudadas. No entanto, em relação aos concretos é possível verificar uma correlação fracanegativa, ou seja, à medida que se aumenta o teor de resíduo incorporado, a resistência diminui.

Figura 21 – Gráfico de correlação entre a resistência à tração na flexão e o percentual de resíduo incorporado para as argamassas



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 22 – Gráfico de correlação entre a resistência à tração na flexão e o percentual de resíduo incorporado para os concretos

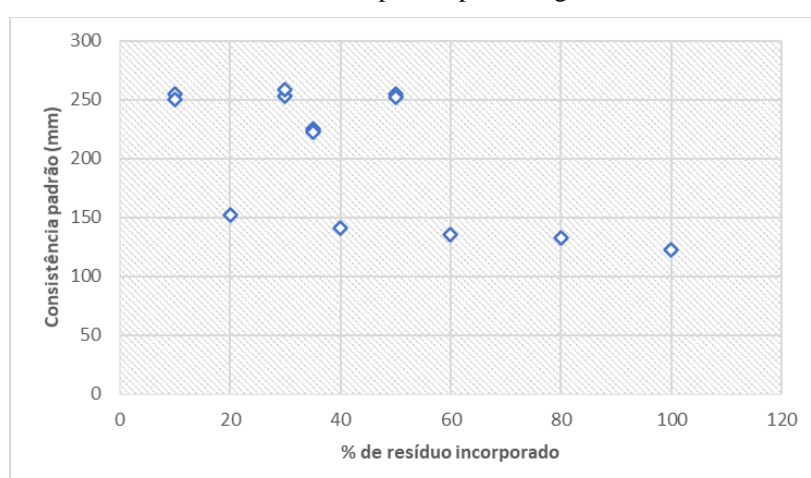


Fonte: Autoria própria (2022)

- Trabalhabilidade

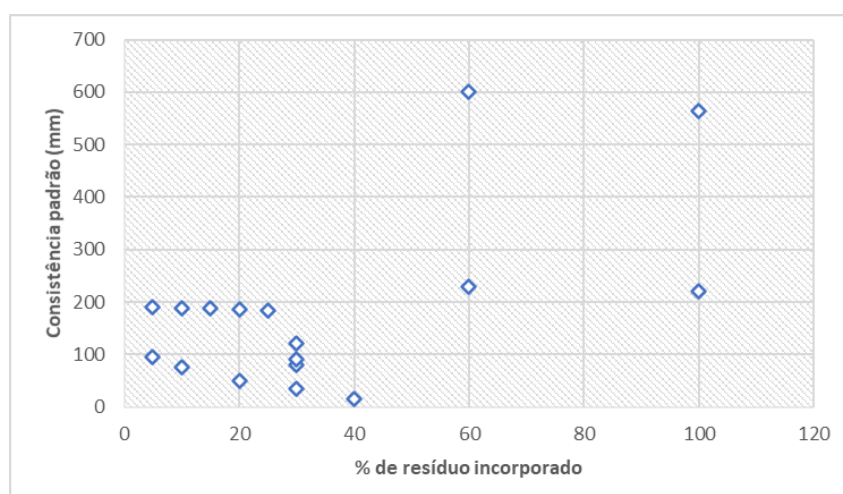
Em relação à consistência padrão das argamassas e concretos, os Gráficos das Figuras 23 e 24 evidenciam que há uma correlação negativa fraca entre esta variável e o percentual de resíduo incorporado. O aumento do resíduo de caulim proporciona a diminuição na consistência padrão dos compósitos. No entanto, assim como verificado na resistência à compressão, em determinados casos observa-se resultados incongruentes.

Figura 23 – Gráfico de correlação entre a consistência padrão e o percentual de resíduo incorporado paraas argamassas



Fonte: Autoria própria (2022)

Figura 24 – Gráfico de correlação entre a consistência padrão e o percentual de resíduo incorporado paraos concretos



Fonte: Autoria própria (2022)

3.5.4 Oportunidade de pesquisa

A presente revisão sistemática permitiu identificar lacunas na literatura atual. Sendo assim, são apresentadas abaixo, algumas sugestões de pesquisa que poderiam potencializar o uso do resíduo advindo do beneficiamento do caulim para a produção de concretos e argamassas:

- Realização de ensaio de absorção de água e módulo de elasticidade em concretos e argamassas – Apenas um trabalho apresentou um estudo sobre o módulo de elasticidade do concreto produzido com resíduo de caulim, sendo este o de Souza *et al.*, (2015). Nos demais trabalhos, também não se observou resultados para os testes de porosidade e absorção de água das misturas cimentícias.
- Comparativo entre incorporação de resíduo calcinado e resíduo *in natura* – Não foi encontrado nenhum trabalho que verse sobre este tema. Apenas o trabalho de Azeredo (2012) abordou o assunto. Porém, as composições propostas utilizaram uma mistura de resíduo *in natura* e resíduo calcinado, uma parte em substituição ao cimento e outra em substituição à areia.
- Comparativo entre os efeitos da adição e substituição de resíduo de caulim nas argamassas e concretos, tanto *in natura* como calcinados – Não há trabalhos que tenham realizado este tipo de análise.
- Substituição total e parcial do agregado miúdo pelo resíduo de caulim para a produção de concreto – Apenas Barbosa *et al.*, (2016) realizou estudo a respeito. O autor utilizou, porém, apenas o percentual de 25% de substituição.
- Comparativo entre a substituição do agregado miúdo e a substituição do cimento por resíduo de caulim para a produção de misturas cimentícias – Não se verificou nenhuma abordagem sobre este tema.

3.6 CONCLUSÕES

O presente trabalho conseguiu alcançar o objetivo a que se propôs, tendo em vista que foi possível identificar o uso potencial do resíduo proveniente das etapas do beneficiamento do caulim para a produção de concretos e argamassas, tornando mais compreensível o referido processo, e fornecendo informações acerca da influência da incorporação deste material na formulação de misturas cimentícias.

De modo geral, observou-se que o resíduo de caulim possui viabilidade técnica para fabricação de concretos e argamassas. O material em estudo atendeu aos requisitos exigidos por normas nacionais e internacionais, apresentando, em alguns casos, resultados comparáveis aos de adições pozolânicas

comerciais, popularmente utilizadas na produção de concretos. Além disso, ficou claro o potencial de sustentabilidade apresentado por tal subproduto.

De forma isolada é possível concluir que:

- A composição química e mineralógica do resíduo de caulim tende a agir como fator limitante para sua utilização, pois condiciona a obtenção de materiais com maior ou menor atividade pozolânica.
- Os dados encontrados para resistência à compressão, resistência à tração na flexão e trabalhabilidade, revelaram resultados otimistas. Predominantemente, para resíduos utilizados como substituto de parte do cimento, a temperatura de calcinação ótima observada foi de 750°C. No entanto, foram verificados resultados animadores também para o uso do resíduo não calcinado.
- Notou-se um número escasso de pesquisas sobre o tema abordado. Nesse contexto, percebe-se a necessidade de novos estudos, de forma a aprofundar essa área de pesquisa.

REFERÊNCIAS

- [1] VERONEZZI, F., FORUM DA CINSTRUÇÃO, <http://www.forumdaconstrucao.com.br/conteudo.php?a=23&Cod=1827>. Acessado em maio de 2021.
- [2] DAL MOLIN, D. C. C., *Contribuição ao estudo das propriedades mecânicas dos concretos de alta resistência com e sem adições de microssilica*. Tese de D.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 1995.
- [3] MASUERO, P., *et al.*, “Utilização de escória aciaria elétrica e de cobre para adições para concreto”, In: *Congresso Brasileiro do Concreto, nº40, Rio de Janeiro, RJ, 1998*.
- [4] MOURA, W. A., *Utilização de escória de cobre como adição e como agregado miúdo para concreto*. Tese de D.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 2000.
- [5] SOUZA, P. S. L., *et al.*, “Avaliação do módulo de elasticidade em concreto com metacaulim de alta reatividade, proveniente de rejeito industrial”, *Revista Matéria UFRJ*, v. 20, nº4, pp. 982-991, Jul, 2015.
- [6] BARATA, M., ANGÉLICA, R. S., “Atividade pozolânica dos resíduos cauliníticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia”, *Revista Matéria UFRJ*, v. 16, nº3, pp. 795-810, mar., 2011.
- [7] MORAES, C. G., *et al.*, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CERÂMICA, http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132013000400012. Acessado em abril de 2021.

- [8] SILVA, E. P. *et al.*, “Avaliação de painéis de tijolos prensados de solo-cimento incorporados com resíduos de calçados (EVA)”, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 3, n°2, pp. 44-59, ago., 2007.
- [9] CASTRO, S. F., *Incorporação de resíduos de caulim em solo-cimento para construções civis*. Dissertação de M.Sc., Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, PB, 2008.
- [10] LIMA JÚNIOR, G. V., *Avaliação da potencialidade do resíduo secundário de Caulim do Pará para utilização em porcelanato*. Trabalho de Conclusão de Curso., Universidade Federal do Pará, Marabá, PA, 2012.
- [11] MENEZES, R. R. *et al.*, “Utilização do resíduo do beneficiamento do caulim na produção de blocos e telhas cerâmicos”, *Revista Matéria UFRJ*, v. 12, n°1, pp. 226-236, mar., 2007.
- [12] BARBOSA, A. A. *et al.*, “Aproveitamento do resíduo de caulim na produção do concreto sem fins estruturais”, In: *VII Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental Campina Grande/PB*, Campina Grande, PB, 21-24 novembro 2016.
- [13] ALMEIDA, K. M., *et al.*, “Estudo do aproveitamento de resíduos de caulim do Seridó na produção de concreto”, In: *XXIV – Jornada de Iniciação Científica-CETEM*, Ouro Preto, MG, 17-22 setembro 2016.
- [14] LEANDRO, A. P. *et al.*, “Estudo do resíduo de caulim pegmatítico usado como ingrediente na formulação de cimento Portland”, *Holos*, v. 6, n°2, pp. 224-232, nov., 2017.
- [15] GOMES, C. R. A., *et al.*, “Substituição parcial da areia de quartzo por resíduo de caulim para a formulação de argamassas colantes”, In: *XXII – Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa*, Belém, PA, 10-22 outubro 2017.
- [16] AZERÊDO, A. F. N., *Estudo do resíduo de caulim em argamassas a base de cal quanto às suas propriedades frescas, endurecidas e microestruturais*. Tese de D.Sc., Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, 2012.
- [17] CERVO, A. L., *et al.*, *Metodologia científica*, 6 ed., São Paulo, SP, Pearson Prentice Hall, 2007.
- [18] BARROS, A. J. S., LEHFELD, N. A. S., *Fundamentos de metodologia: um guia para a iniciação científica*, 2 ed., São Paulo, SP, Makron Books, 2000.
- [19] SANTOS, M. A. R. C., GALVÃO, M. G. A., “A elaboração da pergunta adequada de pesquisa”, *Residência pediátrica*, v. 4, n°2, pp. 53-56, ago., 2014.
- [21] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 12653: Materiais pozolânicos – especificação*, Rio de Janeiro, RJ, 2014.
- [22] SANTOS, M. J. AC., *et al.*, “Avaliação da reatividade do metacaulim reativo produzido a partir do resíduo do beneficiamento de caulim como aditivo na produção de argamassa”, In: *VII CONNEPI – Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação*, Palmas, TO, 19-21 outubro 2012.

- [23] LOTFY, A., *et al.*, “Effect of kaolin waste content on the properties of normal-weight concretes”, *Construction and Building Materials*, v. 83, nº1, pp. 102-107, mar., 2015.
- [24] GUO, Z., *et al.*, “Study on flotation tailings of Kaolinite-type pyrite when used as cement admixture and concrete admixture”, *Procedia Environmental Sciences*, v. 31, nº1, pp. 644-652, mai., 2016.
- [25] XU, W., *et al.*, “Feasibility of kaolin tailing sand to be as an environmentally friendly alternative to river sand in construction applications”, *Journal of Cleaner Production*, v. 205, nº1, pp.1114-1126, abr., 2018.
- [26] AMBROISE, J., *et al.*, “Pozzolanic behavior of thermally activated kaolin”, In: *International Conference on Fly Ash, Silica Fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete*, 731-48, Istanbul, Turkey, 1993.
- [27] BARATA, M. S., ANGÉLICA, R. S., “Caracterização dos resíduos caulíníticos das indústrias de mineração de caulim da amazônia como matéria-prima para produção de pozolanas de alta reatividade”, *Cerâmica*, v. 58, nº2, pp. 36-42, jun., 2012.
- [28] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó — Determinação da massa específica*, Rio de Janeiro, RJ, 2017.
- [29] ALMEIDA, K. M., *et al.*, “Utilização do resíduo de caulim na composição do concreto”, In: *XXV – Jornada de Iniciação Científica e I Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação*, Ouro Preto, MG, 1-5 julho 2017.
- [30] NÓBREGA, A. F., *Potencial do aproveitamento de caulim paraibano para o desenvolvimento de argamassas de múltiplo uso*. Dissertação de M.Sc., Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, PB, 2007.
- [31] LIMA, J. M., *Estudo de aproveitamento do resíduo do beneficiamento de caulim como matéria prima na produção de pozolanas para cimentos compostos e pozolânicos*. Dissertação de M.Sc., Universidade Federal do Pará, Belém, PA, 2004.
- [32] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 5752: Materiais pozolânicos — Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias*, Rio de Janeiro, RJ, 2014.
- [33] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR NM 248: Agregados - Determinação da composição granulométrica*, Rio de Janeiro, RJ, 2003.
- [34] OLIVEIRA, M. P., BARBOSA, N. P., “Potencialidades de um caulim calcinado como material de substituição parcial do cimento Portland em argamassas”, *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 10, nº2, pp. 490-496, out., 2006.
- [35] CARVALHO, E. F. T., *O concreto sem mistério*, 1 ed., Ouro Preto, MG, UFOP, 2012.
- [36] BARROSO, T. R., *Estudo da atividade pozolânica e da aplicação em concreto de cinzas do bagaço de cana-de-açúcar com diferentes características físico-químicas*. Dissertação de M.Sc., Universidade Federal do Norte Fluminense, Campo dos Goytacazes, RJ, 2011.

- [37] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, *NBR 5751: Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias*, Rio de Janeiro, RJ, 2015.
- [38] NAKAKURA, E. H., *Análise e classificação das argamassas industrializadas segundo a NBR 13281 e a MERUC*. Dissertação de M.Sc., Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2003.
- [39] SILVA, N. G., *Argamassa de revestimento de cimento, cal e areia britada de rocha calcária*. Dissertação de M.Sc., Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2006.
- [40] CARNEIRO, A. M. P., *Contribuição ao estudo da influência do agregado nas propriedades de argamassas compostas a partir de curvas granulométricas*. Tese de D.Sc., Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 1999.

CAPÍTULO 4

4 ARTIGO 2 - EFEITO DO BENEFICIAMENTO DO RESÍDUO DE CAULIM DA AMAZÔNIA NAS CARACTERÍSTICAS DE UM MATERIAL CIMENTÍCIO SUPLEMENTAR EMPREGADO NA PRODUÇÃO DE UM CIMENTO PORTLAND COMPOSTO

Este capítulo apresenta a caracterização do resíduo de caulim da Amazônia e o estudo das melhores proporções com vistas ao uso como adição mineral para a criação de um cimento composto, aplicado em compósitos cimentícios. Para tanto, caracterizações químicas, físicas e mineralógicas do material foram realizadas. Além de um estudo sobre os impactos de diferentes proporções de incorporação do resíduo nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos cimentícios fabricados com os cimentos modificados.

RESUMO

As pesquisas relacionadas a incorporações de materiais alternativos para a produção de cimento Portland têm crescido muito nas últimas décadas, tendo em vista as preocupações ambientais decorrentes da extração das matérias-primas e fabricação do cimento. A substituição e/ou diminuição do clínquer por materiais reaproveitados pode gerar benefícios ambientais, como a redução do consumo energético e da emissão de dióxido de carbono (CO₂) na atmosfera. Entre os diversos materiais que vêm sendo estudados, o resíduo proveniente do beneficiamento de caulim tem se mostrado promissor, dada as suas características e alto volume que é gerado nas empresas produtoras. Neste sentido, este trabalho avaliou as propriedades físico-químicas e mineralógicas do resíduo de caulim da Amazônia, como potencial uso para material cimentício suplementar. Para tanto, o resíduo coletado em uma empresa da região amazônica, foi caracterizado em três estados: sem beneficiamento, após processo de calcinação nas temperaturas de 500°C, 600°C, 700°C e 750°C com moagem final e, apenas moído. Essa caracterização contemplou propriedades físicas, químicas e mineralógicas. O resíduo tratado termicamente à temperatura de 600°C e o sem calcinação produziram 6 argamassas, que foram submetidas aos ensaios de resistência à compressão axial, módulo de elasticidade estático e absorção de água. O teor ótimo indicado para a utilização do resíduo como adição mineral pozzolânica foi o de 15% e para o

uso como material carbonático 10%. Por fim, os resultados demonstraram que o resíduo de caulim apresenta propriedades adequadas para produção de um cimento composto, podendo ser utilizado tanto como adição pozolânica quanto como adição do tipo filler (sem a necessidade do processo de calcinação), tendo em vista que atendeu a normativa brasileira.

Palavras-Chave: Resíduo de Caulim, Cimento Portland, Adição Mineral Cimentícia, Materiais Cimentícios Suplementares.

4.1 INTRODUÇÃO

A utilização de resíduos provenientes do processamento mineral para fabricação de cimentos alternativos, além contribuir para a diminuição de inúmeros problemas ambientais, auxilia na logística reversa destes subprodutos, originando cimentos ecológicos cujas propriedades são adequadas para a produção de concretos e argamassas. Segundo Menegatti et al., (2023) e Coskun (2023) o uso de resíduos regionais pode inclusive ajudar na economia circular local. Neste sentido, cimentos com resíduo de silício, de manganês, de minério de ferro, entre outros, vêm sendo produzidos (SANTOS, OLIVEIRA e OLIVEIRA, 2021; PAUMGARTTEN, 2020; CUNHA, 2022). Dentre esses resíduos, o subproduto oriundo do beneficiamento do caulim destaca-se de forma técnica e mineralógica como material cimentício suplementar (SILVA et al., 2021; ARRUDA JUNIOR et al., 2022; ARRUDA JUNIOR et al, 2023).

Silva e Picanço (2023) explicaram que os caulins advêm de alterações de silicatos de alumínio, particularmente os feldspatos, e podem ocorrer em dois tipos de depósitos, a saber: os primários ou residuais (eluvial) e os secundários (transportado ou sedimentar). Estes últimos estão dispostos, majoritariamente, na área da bacia amazônica e nas regiões costeiras. Especificamente no Brasil, as reservas estão localizadas, quase na sua totalidade, na região norte do país, mais precisamente nos estados do Pará, Amapá e Amazonas. Essas reservas se caracterizam por serem constituídas de depósitos secundários que ocorrem a partir da erosão dos depósitos primários e sedimentação em grandes bacias.

Em paralelo, segundo os dados da Associação Nacional de Mineração – ANM, em 2017 a produção de caulim beneficiada no Brasil correspondeu a um total de 1,74 Mt, dos quais o Pará representou cerca de 93,5%, com 1,62 Mt produzidas, sendo que para o quantitativo de caulim beneficiado 70% da matéria prima se transformou em rejeito durante o processo. No que tange as aplicações do caulim, ele é versátil e pode ser utilizado como matéria-prima em indústrias de papel, borracha, plásticos, tintas, pesticidas, rações e

cimento. Sua industrialização envolve os processos de lavra e beneficiamento, cujas etapas variam de acordo com o uso a que o caulim produzido se destina, e durante este processo é possível retirar impurezas tais como: óxidos e hidróxidos de ferro, óxido de titânio, matéria orgânica, mica, feldspato e quartzo (SILVA; PICANÇO, 2022).

Apesar da importância comercial da indústria de mineração do caulim, os processos de lavra e beneficiamento geram enormes quantidades de rejeitos que embora não sejam caracterizados como resíduos perigosos, segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), ainda assim, representam um passivo ambiental. No Estado do Pará, a quantidade do resíduo caulinitico gerada pelas três maiores empresas da região que executam o processo de beneficiamento do caulim foi de aproximadamente 14 milhões de toneladas só no ano de 2021 (ARRUDA JUNIOR et al., 2023).

As indústrias que realizam a extração e beneficiamento do caulim são responsáveis por dar uma destinação ambientalmente adequada aos resíduos gerados. No entanto, os custos para essa atividade são bem elevados, haja vista que as lagoas de sedimentação requerem obras com grandes movimentações de terra e extensas áreas para suas construções, além de um monitoramento constante, e ainda assim, há o risco de acidentes, como o ocorrido em 2007, no município de Barcarena/Pará/Brasil, no qual foram depositados cerca de 200 mil metros cúbicos do resíduo no rio Pará, causando problemas ao meio ambiente, bem como à população circunvizinha (SILVA et al., (2021). Loft et al., (2015) afirmaram que em países como Canadá, por exemplo, a realidade não é diferente do que é encontrado no Brasil. Guo et al., (2016), acrescentaram que no sudoeste da China, centenas de milhões de toneladas de rejeitos de caulim são produzidas anualmente. Todavia, este subproduto não possui uma alternativa para a realização da sua logística reversa, por isso, se acumula, causando efeitos nocivos ao meio ambiente local.

Diante disso, alguns estudos vêm apontando alternativas para realizar a logística reversa do resíduo caulinitico e uma das formas indicadas é o uso do resíduo para a produção de material cimentício suplementar, dadas as já conhecidas propriedades deste material como o alto índice de concentração de caulinita e baixo grau de impurezas, o que faz com que se assemelhe a sílica ativa. Todavia, para que o resíduo de caulim possa ser utilizado como material cimentício suplementar é necessário que este material passe por um beneficiamento prévio, a fim de gerar a ativação pozolânica do material. Este processo compreende, em geral, as etapas de moagem e calcinação (SOUZA et al., 2015; BARBOSA et al., 2016; ALMEIDA VIDAL e CASTRO, 2016; LEANDRO et al., 2017; GOMES, FERREIRA e GOMES, 2017; AZEREDO, 2012; BARATA e ANGÉLICA, 2011).

Azeredo (2012), explicou que quando uma caulinita é aquecida a uma faixa de temperatura compreendida entre 500 °C e 900 °C, esse mineral se transforma em uma metacaulinita de alta reatividade. Neste sentido, os estudos sobre o efeito da temperatura ótima a ser utilizada para a sinterização do resíduo de caulim tornam-se importantes, haja vista que um menor dispêndio de energia torna o material produzido mais interessante do ponto de vista econômico e ambiental (AZEREDO, 2012; BARATA e ANGÉLICA, 2012; SILVA et al., 2021; ARRUDA JUNIOR et al., 2022; ARRUDA JUNIOR et al, 2023).

Apesar de o uso do resíduo de caulim como adição pozolânica já ser bastante difundido, o resíduo em sua forma in natura ainda não possui muitas opções para o seu reaproveitamento, a não ser como substituto do agregado miúdo para composição de misturas cimentícias, dadas as suas características físicas como baixa área superficial específica (OLIVEIRA, 2016; AZEREDO, 2012; AZEREDO et al., 2014). Por isso, os estudos voltados ao reaproveitamento do resíduo em sua forma in natura detêm grande relevância. Neste sentido, este trabalho busca avaliar não apenas o uso do material calcinado como adição pozolânica para cimento Portland, mas também, o uso do resíduo sem a aplicação do processo de sinterização como adição mineral. Diante disso, surgiram os seguintes questionamentos: o resíduo de caulim apresenta características adequadas para ser utilizado como material cimentício suplementar, sem a necessidade de ativação térmica? A aplicação do processo de moagem é suficiente para transformar o resíduo in natura em material cimentício suplementar? Quais os efeitos da incorporação do resíduo apenas moído nas propriedades dos compósitos cimentícios em relação ao resíduo que passou pelo processo calcinação?

Neste contexto, a presente pesquisa se insere e avalia o potencial técnico do uso de resíduo de caulim da Amazônia como material cimentício suplementar para a produção de um cimento Portland composto. A contribuição científica deste trabalho reside em uma nova abordagem para o uso do resíduo de caulim amazônico, pautada na possibilidade de utilização do resíduo sob duas diferentes formas, a saber: o resíduo que foi calcinado e moído e o resíduo que foi apenas moído, haja vista a oportunidade de utilizar uma maior quantidade de resíduo, com menor dispêndio de energia, indicando uma maneira ambientalmente viável para a realização da logística reversa do resíduo de caulim, contribuindo também para a redução do consumo de clínquer e consequente emissão de dióxido de carbono para a atmosfera.

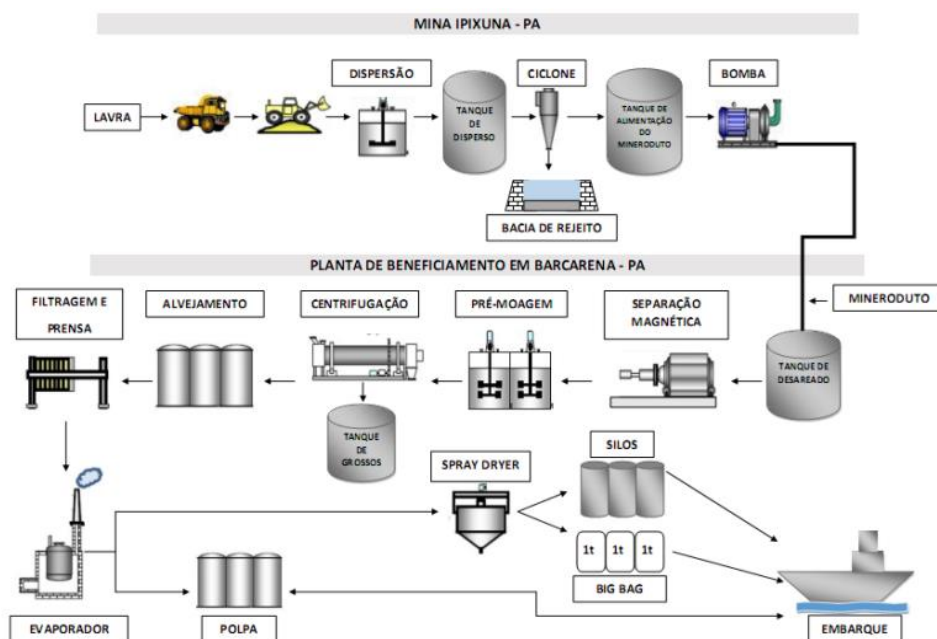
4.2 MATERIAIS E MÉTODOS

4.2.1 Materiais

- **Resíduo de caulim**

O resíduo utilizado nesta pesquisa é proveniente do beneficiamento do caulim por via úmida, obtido após a etapa de centrifugação, como pode ser observado no fluxograma da Figura 25. Tal material tem origem na mina localizada na cidade de Ipixuna no Estado do Pará, no Brasil, explorada pela empresa Imerys – RCC. Neste local o material passa primeiramente pelo pré-beneficiamento que inclui os processos de dispersão, desareamento, centrifugação e empolpamento. Em seguida, o material é bombeado com vazão entre 260 e 350 m³/hora através do mineroduto de Ø 12 (doze) polegadas de diâmetro e comprimento de 158 km, para a planta de beneficiamento do grupo Imerys no município de Barcarena/PA. Neste local, ele é submetido a diversos processos industriais e beneficiamento, gerando produtos de acordo com as necessidades dos clientes. Na Figura 26 é possível observar a localização da mina em Ipixuna/PA, bem como a planta de beneficiamento da empresa em Barcarena/PA, de onde o resíduo foi obtido.

Figura 25 - Fluxograma do processo de beneficiamento do caulim pela empresa Imerys - RCC



Fonte: Ferreira (2012)

Figura 26 - Mapa de localização da mina em Ipixuna/PA e da planta de beneficiamento em Barcarena/PA



Fonte: Ferreira (2012)

Após a coleta do resíduo, sem qualquer beneficiamento (RI), este foi submetido ao processo de secagem em estufa por um período de 24 h a uma temperatura de 105°C. Após isso, o resíduo foi caracterizado antes e após a calcinação e moagem e só moagem, propiciando três situações de estudo, conforme mostra a Tabela 9.

Tabela 9 - Nomenclatura utilizada para o resíduo

Nomenclatura	Tipo de resíduo
RI	Resíduo sem beneficiamento
RIM	Resíduo moído por 1h
RB 500	Resíduo calcinado a 500°C e moído por 1hora
RB 600	Resíduo calcinado a 600°C e moído por 1hora
RB 700	Resíduo calcinado a 700°C e moído por 1hora
RB 750	Resíduo calcinado a 750°C e moído por 1hora

Fonte: Os autores, (2023)

O RB passou pelo processo de calcinação em quatro diferentes temperaturas: 500 °C, 600°C, 700 °C e 750°C, por um período de 3 h. Estas temperaturas e tempo de permanência no forno foram escolhidas com base no trabalho de Silva e Picaço (2022). Após a calcinação,

o material foi resfriado lentamente no forno, foi destorroado e moído em um moinho de bolas da marca EMIC, com velocidade de rotação de 12 rpm. A carga moedora foi composta por 5 kg de esferas para cada 1 kg de resíduo, sendo 2/3 de esferas maiores, com diâmetro de 32 mm e 1/3 de esferas menores, com diâmetro de 12 mm. A moagem foi realizada em circuito aberto, a seco, com tempo de moagem de 60 minutos. O tempo de moagem e as cargas moedoras foram definidas baseadas no estudo de Viveiros (2017).

A terceira condição de estudo tratou do material (RIM), o qual foi separado em frações passantes na peneira de abertura n#200, com abertura de malha de 0,075 mm após sua moagem.

- **Demais constituintes**

Para a confecção das argamassas que foram utilizadas na segunda fase da pesquisa, que corresponde ao estudo das melhores proporções de resíduo de caulim incorporado ao cimento Portland, foi utilizado como aglomerante o cimento Portland CPV de alta resistência inicial. Optou-se por utilizar este tipo de aglomerante por se tratar de um cimento livre de adições o que permitiria avaliar as reações ocorridas com a incorporação do resíduo de caulim como material cimentício suplementar.

A areia utilizada nesta pesquisa é um material padronizado, que satisfaz as condições especificadas pela NBR 7214 (ABNT, 2015), quanto aos parâmetros físico-químicos e mineralógicos.

4.2.2 Métodos

- **Etapas de caracterização do resíduo de caulim**

Após o processo de beneficiamento os resíduos: RI, RB e RIM foram submetidos aos ensaios de massa específica, segundo a NBR 16605 (ABNT, 2017); perda ao fogo NBR NM 18 (ABNT, 2012); área específica (blaine) NBR 16372 (ABNT, 2015); granulometria a laser; análise termogravimétrica; difração de raios-x (DRX); fluorescência de raios-x; índice de atividade pozolânica com cimento NBR 5752 (ABNT, 2014) e índice de atividade pozolânica com cal NBR 5751 (ABNT, 2015).

Para o ensaio de granulometria a laser as amostras foram dispersas em 250 ml de água destilada, misturada em um agitador mecânico por 20 minutos. Após isso, 15 ml dessa mistura foi separada e dispersa em um banho ultrassônico, e por fim, colocada em um equipamento do tipo CILAS modelo 1064, para determinação da granulometria.

A análise termogravimétrica foi efetuada, utilizando um equipamento modelo RB 3020BP. O ensaio consistiu em aquecer as amostras em uma faixa de temperatura que variou de 25° C a 100° C a uma taxa de 10°/min em ambiente com atmosfera controlada, com gás nitrogênio, fluxo de 50 ml/min. Foram utilizadas as técnicas de análise térmicas: termogravimetria (TG), termogrametria derivada (DTG) e análise térmica diferencial (TDA).

O ensaio de difração de raios-x (DRX) foi realizado em um difratômetro Bruker D8 Discover, utilizando-se radiação monocromática de um tubo com ânodo de cobre acoplado a um monocromador Johansson para $K\alpha_1$ operando em 40kV e 40mA, configuração Bragg-Brentano θ -2 θ , detector unidimensional Lynxeye, intervalo de 2 θ de 3° a 100°, com passo de 0,01°. As amostras foram mantidas em rotação de 15 rpm durante a medida.

O ensaio de fluorescência de raios-x foi executado com pastilhas prensadas, confeccionadas pela mistura e homogeneização na proporção de 3 g do aglutinante para 9 g de amostra previamente seca. Essas pastilhas foram prensadas com uma força de 15 toneladas. As medidas de fluorescência de raios-x (FRX) foram realizadas em um espectrômetro Rigaku modelo ZSX Primus IV, equipado com tubo de Rh. Para análise dos elementos menores, os resultados foram obtidos por pacote de curvas de calibração GeoTrace 3° da Rigaku.

- **Etapas de produção das argamassas para o estudo das melhores proporções de incorporação das adições minerais produzidas**

Após a fase de caracterização do resíduo de caulim, com base nos resultados verificados, principalmente pela redução dos picos de caulinita constante no difratograma das amostras e pela distribuição granulométrica observada, constatou-se que o resíduo RI não atendeu aos requisitos normativos necessários para a sua utilização como material cimentício suplementar, ao passo que o RIM demonstrou características adequadas para o uso como material carbonático e o RB600 se mostrou adequado para fins de adição pozolânica. A partir disso, foram então desenvolvidas 6 formulações de argamassas, com diferentes percentuais de substituição cimento Portland (em massa) por resíduo do tipo

RB600 e RIM, cujos desempenhos foram comparados com o da argamassa de referência (AR), produzida com cimento CPV. O intuito nesta fase foi encontrar a melhor proporção de incorporação para adições pozolânicas feitas com RB600 e, adições de material carbonático, elaboradas com o RIM, em substituição ao clínquer do cimento Portland convencional. As composições estudadas foram definidas com base nos percentuais estipulados pela NBR 16697 (ABNT, 2018). Dessa forma, chegou-se as formulações descritas na Tabela 10. Estabeleceu-se o traço de referência de 1:3:0,48, baseado na NBR 7215 (2019). Todavia, devido ao maior consumo de água, provocado pela incorporação das adições, foi necessário alterar a relação água/cimento. Posteriormente, as argamassas produzidas foram submetidas aos ensaios de índice de consistência NBR 13276 (ABNT, 2016); resistência à compressão NBR 13279 (ABNT, 2005), módulo de elasticidade estático NBR 8522-1 (ABNT, 2021) e absorção de água por imersão NBR 9778 (ABNT, 2005). A partir dos resultados aferidos nos respectivos ensaios foi feita uma análise de correlação a fim de se identificar os efeitos das variáveis controláveis: relação água/cimento, tipo e proporção das adições incorporadas sobre as variáveis dependentes: resistência mecânica, deformabilidade, consistência e permeabilidade das argamassas.

Tabela 10 - Nomenclatura utilizada para as argamassas

Nomenclatura	% de clínquer	% de RB	% de RIM	a/c
AR	100	-	-	0,48
RB6%	94	6	-	0,49
RB15%	85	15	-	0,53
RB50%	50	50	-	0,63
RIM6%	94	-	6	0,49
RIM10%	90	-	10	0,50

Fonte: Os autores, (2023)

4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.3.1 Resultados de caracterização do resíduo de caulim

A Tabela 11 apresenta os resultados de FRX das amostras analisadas.

Tabela 11 – Resultados obtidos no ensaio de fluorescência de raios-X

Elemento	Amostra					
	RI	RIM	RB500	RB600	RB700	RB750
SiO ₂	51,89%	45,28%	46,06%	51,49%	51,61%	52,01%
Al ₂ O ₃	46,21%	39,97%	41,09%	47,39%	45,80%	45,87%
Fe ₂ O ₃	0,86%	0,34%	0,34%	0,62%	0,38%	0,43%
TiO ₂	0,82%	0,33%	0,35%	0,34%	0,38%	0,38%
Outros	0,21%	14,08%	12,16%	0,09%	1,83%	1,31%

Fonte: Os autores, (2023)

Foi possível verificar que em todas as amostras analisadas o valor do somatório dos teores de SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃ são maiores que 70%, atendendo, portanto, às especificações da NBR 12653 (ABNT, 2014) para que um material seja classificado como adição pozolânica da classe N. Observa-se que a amostra que apresenta a maior concentração de SiO₂ é o RB750. Todavia, este percentual não é discrepante dos demais resultados. Segundo Christ, Tutikian e Helene (2022), pozolanas que possuem elevado teor de dióxido de silício SiO₂ reagem com Ca (OH)₂, formando produtos hidratados que melhoram o desempenho mecânico e a durabilidade do material. Todavia, um elevado teor deste componente pode vir a prejudicar a reatividade da pozolana produzida.

Conforme explica Sousa (2017), as adições com maiores teores de Al₂O₃ possuem maior reatividade pozolânica, já que esta propriedade está diretamente ao maior teor de caulinita, que é o argilomineral potencialmente ativado pelo tratamento térmico. Por outro lado, quanto maior o teor de SiO₂, menor a reatividade pozolânica, pois o quartzo não é reativo. Por esta análise, pode-se inferir que a amostra RB600 é a que possui maior potencial para produzir adições com boa atividade pozolânica.

A Tabela 12 apresenta os valores de massa específica e perda ao fogo obtidos. Observa-se que praticamente não houve variação na massa específica em cada tipo de resíduo, sendo que se verificou uma pequena variação de ordem crescente, diretamente proporcional ao aumento de temperatura de calcinação, a exceção das amostras RI e RIM.

Na NBR 16605 (ABNT, 2017) é possível verificar que os valores de massa específica da maior parte dos cimentos comercializados no Brasil, varia de 2,90 a 3,20 – sendo um pouco mais elevados que os resultados aferidos para os resíduos calcinados na presente pesquisa. Segundo Barata e Angélica (2012), baixos valores de massa específica, compreendidos entre 2,09 e 2,71 g/cm³ podem indicar que o resíduo de caulim é composto basicamente por caulinita, com baixos teores de elementos minerais complementares como o quartzo, muscovita, anatásio e gibsit.

Tabela 12 - Resultados obtidos para a massa específica, perda ao fogo e área específica

Amostra	Valor da massa específica	Perda ao fogo (%) Limite Normativo $\leq 10\%$	Área Espec. (cm²/g)
RI	2,632 g/cm ³	13,50%	2985
RIM	2,631 g/cm ³	13,20%	3985
RB 500 C	2,624 g/cm ³	6,70%	4085
RB 600 C	2,626 g/cm ³	6,30%	4110
RB 700 C	2,628 g/cm ³	6,10%	4285
RB 750 C	2,704 g/cm ³	5,80%	4429

Fonte: Os autores, (2023)

Em relação à perda ao fogo, constatou-se que os valores encontrados para os resíduos calcinados estão de acordo com o que é estipulado pela NBR 12653 (ABNT, 2014) para serem considerados adições pozolânicas, ou seja, menor que 10%. Dessa forma, o material em cotejo pode ser enquadrado na classe N do referido documento normativo. Outro ponto observado aqui é que semelhante ao que foi detectado por Barata (2007), à medida que se aumenta a temperatura de calcinação empregada no resíduo, ocorre a transformação de caulinita em metacaulinita, fazendo com que haja uma diminuição do percentual de perda ao fogo nas amostras.

Os resíduos não tratados termicamente (RI e RIM), por sua vez, obtiveram percentuais maiores que o limite estipulado pela norma em questão, o que significa que não apresentam reatividade suficiente para serem utilizados como adição pozolânica. Todavia, os valores estão em consonância com o que foi encontrado por Barata (2007) – que afirma que 14,70% é o valor teórico ideal para o mineral caulinita.

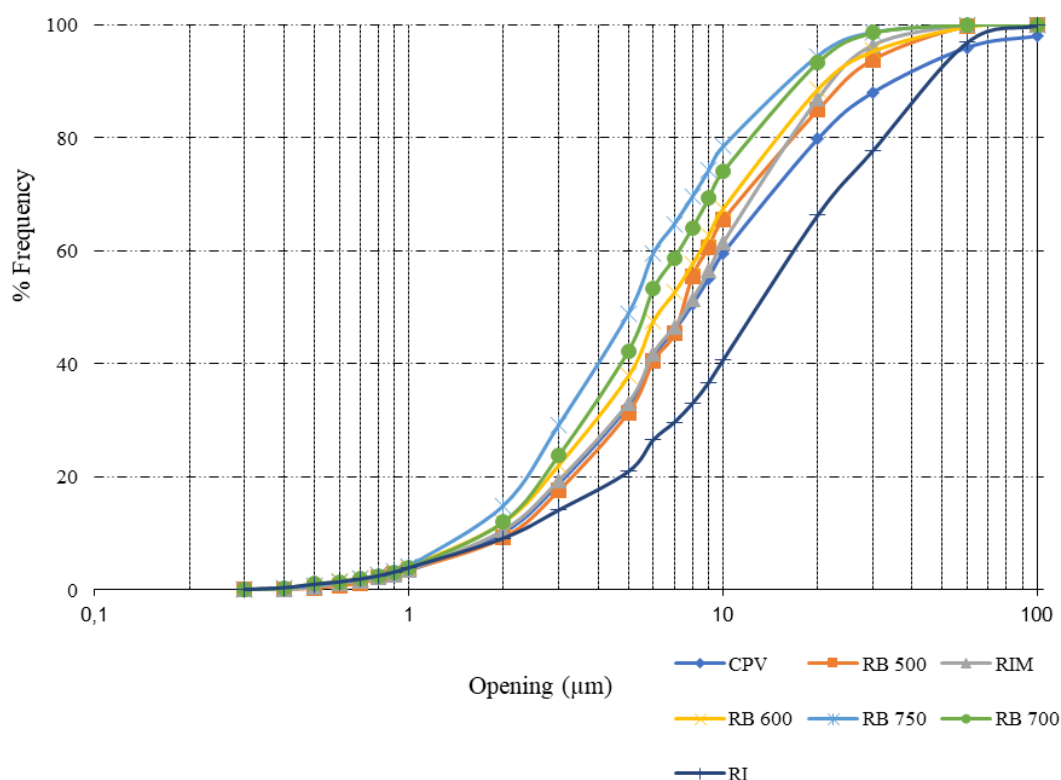
Observa-se ainda que houve um aumento na área específica dos resíduos, diretamente proporcional à elevação da temperatura de calcinação empregada no tratamento térmico. O resíduo que passou apenas pelo processo de moagem também obteve um crescimento considerável em sua área específica em relação ao resíduo sem beneficiamento, o que demonstra a eficiência do tratamento empregado.

Segundo Silva e Picanço (2022), um cimento com granulometria mais fina possui maior quantidade de grãos por unidade de massa, ou seja, maior área específica. Por isso, a água encontrará maior área de contato com o cimento e a reação se dará com maior intensidade, resultando em uma resistência mecânica mais elevada e maior liberação de calor.

Barata (2007) afirma que pozolânas altamente reativas como a sílica ativa; cinza de casca de arroz e metacaulinita de alta reatividade, geralmente apresentam área específica de 20.000 m²/kg, 60.000 m²/kg e 16.800 m²/kg, respectivamente. Os valores encontrados para as amostras analisadas nesta pesquisa se aproximam dos resultados obtidos no estudo publicado por Hoppe Filho *et al.*, (2017), pelo qual a área de superfície específica do metacaulim foi de 470 m²/kg e do fíler calcário 760 m²/kg. Além do que, ao comparar os resultados da área de superfície específica dos resíduos de caulim beneficiados com o valor obtido para o cimento CPV (345 m²/kg), constata-se que este possui maior dimensão de grãos. Este é um dos principais achados desta pesquisa, uma vez que foi possível verificar que a moagem empregada no resíduo possibilitou o aumento considerável do blaine da amostra, originando um material com grau de finura mais elevado que o cimento de referência, fato este que indica o potencial do uso do RIM como adição do tipo fíler.

Das curvas granulométricas do resíduo de caulim (ilustradas na Figura 27), obtidas por meio do granulômetro à laser, observa-se que o RB750 é o material que apresenta o menor tamanho de partículas em relação ao CPV. Todavia, verifica-se que não houve grande diferenciação entre as amostras de resíduos calcinadas em diferentes temperaturas. O resíduo que passou apenas pela moagem também apresentou tamanho de partículas bem semelhantes as amostras que passaram pelo tratamento térmico, demonstrando novamente a efetividade do método de beneficiamento empregado.

Figura 27 - Curvas de distribuição granulométrica a laser



Fonte: Os autores, (2023)

Em relação ao volume de partículas, os materiais calcinados e moídos a temperatura de 700°C e 500°C apresentaram maior volume para os grãos com tamanhos médios de cerca de 7 μm , enquanto os calcinados a 600°C e 750°C obtiveram maior volume para os grãos com diâmetro médio de aproximadamente 9 μm , já o resíduo *in natura* para partículas com tamanho de 7 μm , e o resíduo apenas moído, para grãos com diâmetro de 6 μm .

De acordo com a NBR 12653 (ABNT, 2014), para ser considerado pozolânico é necessário que o material apresente um máximo de 34% de partículas retidas na peneira de malha 45 μm no ensaio de granulometria. Silva e Picanço (2022) afirmam que abaixo da granulometria de 0,045 mm encontra-se um alto teor de caulim. Pelos resultados auferidos nesta pesquisa constatou-se que todas as amostras de resíduos cumprem este requisito normativo.

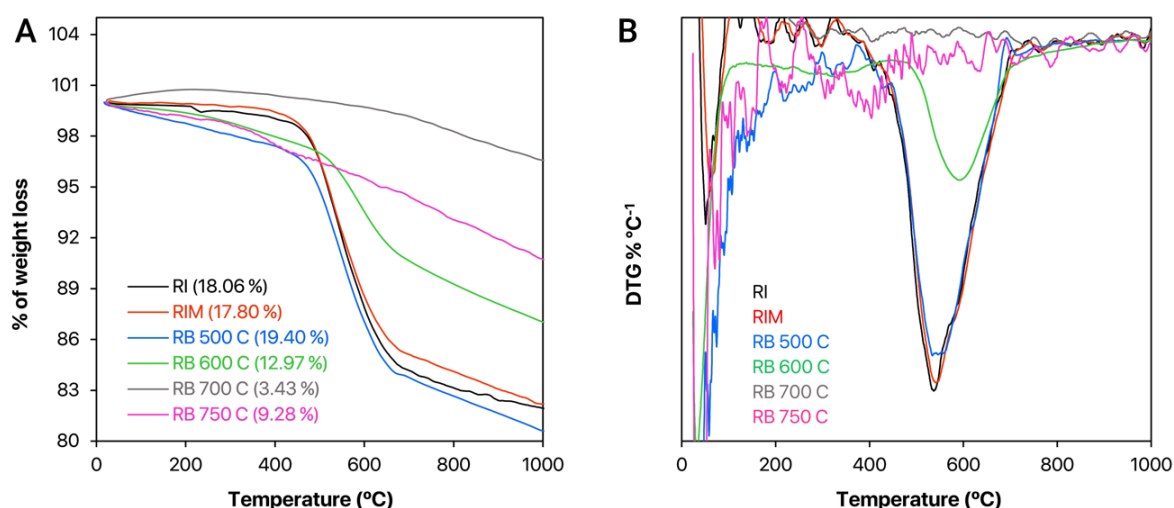
Os gráficos das Figuras (28a) e (28b) apresentam os resultados auferidos na análise termogravimétrica realizada nos resíduos analisados neste trabalho. A área de cada pico das curvas DTG representa as perdas de massa associadas ao processo de desidroxilação das caulinitas, calculadas para os intervalos de temperaturas apresentados.

Os resultados de TG/DTG e ATD mostram que o processo de conversão da caulinita em metacaulinita começa a ocorrer em 450°C finalizando em cerca de 600°C, indicando

então que a calcinação a uma temperatura de 600°C a 700°C está adequada para este tipo de material.

Além disso, podem ser observados os fenômenos da desidratação da hidroxila (OH), ou seja, a perda constitucional de OH⁻, que acontece entre 600°C e 800°C, transformando a caulinita em metacaulinita, e a recristalização da metacaulinita convertendo-se em mulita, para temperaturas superiores a 800°C. Observa-se na Figura 4a que a amostra que apresentou maior perda de massa foi o resíduo in natura (18,06%), ao passo que a amostra RB 700 foi a que menos sofreu esse processo, com uma perda de apenas (3,43%) o que demonstra que temperaturas acima de 600°C proporcionam um material com características pozolânicas, conforme já verificado na literatura existente sobre o assunto.

Figura 28 - (a) Variação do percentual de perda de massa; (b) variação térmica pela diferença de temperatura



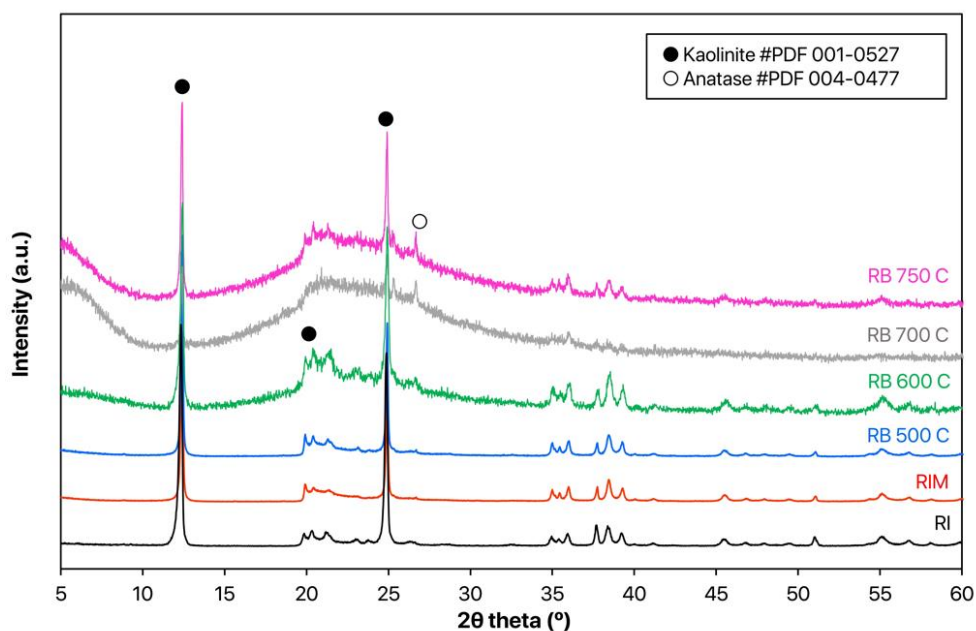
Fonte: Os autores, (2023)

A Figura 29 ilustra os difratogramas de raios-X das amostras analisadas. Os espectros indicam que os resíduos de caulim são constituídos essencialmente pelo mineral caulinita, além do mineral acessório Anatásio, que está presente apenas na amostra calcinada (RB750). O fato de as amostras serem constituídas majoritariamente por caulinitas demonstra a excelente qualidade destes materiais como matéria-prima para adições pozolânicas, já que segundo Barata (2007), a fabricação deste tipo de adição somente é possível por meio da calcinação de argilas contendo teores mínimos de 90% de caulinita. Após a calcinação é possível observar que os picos de caulinita diminuíram nas amostras BR750, RB700 e RB600.

Segundo Nobrega (2007), a intensidade do pico de portlandita é um parâmetro para se avaliar a atividade pozolânica do material, sendo que a evolução destes picos representa o consumo de hidróxido de cálcio. Este autor afirma que a decomposição do hidróxido de cálcio ocorre em torno de 500°C, e a verificação da atividade pozolânica se dá pela diminuição do pico correspondente a esta faixa de temperatura. Nos materiais analisados neste trabalho observou-se que este fenômeno ocorreu quando se aplicou temperatura de 600°C.

Outro fator importante a ser destacado aqui é a influência da cristalinidade do caulim na atividade pozolânica da adição produzida. Segundo Barata (2007) uma caulinita muito bem ordenada dá origem a uma metacaulinita de baixa reatividade. Por isso, caulinitas com uma maior quantidade de defeitos em sua estrutura cristalina proporcionam maiores taxas de desidroxilação e, consequentemente maior reatividade. Este autor afirma ainda que o grau de desordem pode ser observado pela formação dos picos principais de caulinita mais alargados na base dos difratogramas. Levando isso em consideração, todas as amostras calcinadas apresentam um bom potencial de reatividade, tendo em vista os ângulos apresentados.

Figura 29- Difratogramas de raios-X das amostras analisadas



Fonte: Os autores, (2023)

A Tabela 13 apresenta os resultados obtidos no ensaio de índice de atividade pozolânica com cal e com cimento para as amostras estudadas nesta pesquisa. Observou-se que houve um pequeno aumento na resistência mecânica dos compósitos à medida que se

aumentava a temperatura de calcinação. Todas as composições analisadas, a exceção das amostras RIM e RB 500, atingiram o parâmetro mínimo estipulado pela NBR 5751 (ABNT, 2015) e NBR 5752 (ABNT, 2014) para serem considerados materiais pozolânicos. Novamente observa-se aqui que o resíduo calcinado à 600°C com posterior moagem se mostra adequado para utilização como adição pozolânica. Todavia, o resíduo apenas moído não se enquadra nesta mesma classificação, restando seu uso indicado para outros tipos de adições minerais como a adição do tipo fíler, por exemplo.

Os dados obtidos estão de acordo com o que já havia sido registrado em outras pesquisas semelhantes como a de Barata & Angélica (2011), que obtiveram resultados superiores para o ensaio de índice de atividade pozolânica com cal para resíduos que foram calcinados a temperaturas de 750°C. Todavia, os resultados auferidos na presente pesquisa comprovam que é possível obter pozolanas de boa qualidade com um menor dispêndio de energia e este fato pode estar relacionado a quantidade de defeitos presentes na microestrutura do material, devido ao tipo de mineral utilizado, caulim do tipo duro, sobreposto na mina ao caulim *soft*.

Tabela 13 - Resultados do ensaio de IAP com cal e cimento

Amostra	Resultado médio da	Resultado médio da
	resistência à compressão aos 7 dias - ensaio de IAP com cal (MPa)	resistência à compressão aos 28 dias - ensaio de IAP com cimento (MPa)
RIM	1,92	12,45
RB 500	2,68	16,75
RB 600	6,06	23,04
RB 700	6,35	23,55
RB 750	6,52	23,73
Argamassa de referência	-	23,81
Resistência requerida	6,00	(90%) = 21,43

Fonte: Os autores, (2023)

É válido ressaltar aqui que durante o ensaio se verificou uma diminuição da trabalhabilidade das misturas contendo resíduo de caulim em relação a argamassa de referência, todavia, esta diferença ficou dentro do limite mínimo previsto pela normativa brasileira e não se mostrou prejudicial ao composto final. Tais resultados estão de acordo com a literatura pesquisada, pela qual autores como Silva e Picanço (2022) explicam que o resíduo de caulim, por apresentar em sua constituição teores de argila, tem bastante influência sobre a trabalhabilidade dos produtos cimentícios, já que seus grãos atraem mais

água. Por isso, o percentual de resíduo utilizado nas misturas deve ser analisado de forma que seja possível indicar o teor ótimo de incorporação, e não prejudicar as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos.

Analisando em conjunto os resultados do ensaio de IAP com cal e com cimento, constatou-se que a temperatura de 600°C foi suficiente para proporcionar ao resíduo características adequadas para ser considerado como adição pozolânica, com o menor dispêndio de energia possível. Em relação ao resíduo que passou apenas pelo processo de moagem, apesar de não ter se observado uma ativação pozolânica satisfatória de acordo com as normas vigentes, pode-se verificar que dada as suas propriedades como área específica, granulometria semelhante a do cimento e composição química (produto praticamente livre de impurezas), este produto pode ser utilizado como material carbonático para compor cimentos do tipo CPIIZ ou CPIV, a depender do percentual de resíduo incorporado.

4.3.2 Resultados dos ensaios físico-mecânicos das argamassas

A Tabela 14 apresenta os resultados obtidos para os ensaios de absorção de água por imersão nas 6 composições de argamassa que foram produzidas com diferentes percentuais de incorporação de material RB600 e RIM. Observou-se que à medida que seu aumenta o percentual de resíduo incorporado na mistura ocorre o acréscimo do volume de água absorvido pelo material, a exceção da amostra RB15% que obteve uma absorção menor que a da argamassa de referência. Este fato já havia sido observado em trabalhos similares como o de Azerêdo (2012), que vincula o crescimento da absorção de água nos compósitos ao maior teor de água incorporado nas misturas contendo resíduo de caulim. O autor explica que quando ocorre a cura dos corpos de prova a água da mistura evapora, deixando espaços vazios. Por isso, as composições com maior relação água/cimento tendem a possuir um maior número de lacunas. Além disso, um maior teor de resíduo provoca um menor empacotamento das partículas, contribuindo assim para o fenômeno observado. Esta explicação se encaixa perfeitamente no caso em tela, haja vista que a amostra RB50% (com relação água/cimento de 0,63) teve uma permeabilidade bem superior à argamassa RB15% (com relação água/cimento de 0,53).

Tabela 14 - Resultados da absorção de água por imersão das argamassas

Amostra	Absorção de água (%)
RB6%	6,18
RB15%	4,73
RB50%	7,25
RIM6%	6,26
RIM10%	6,42
REF	5,69

Fonte: Os autores, (2023)

A Tabela 15 apresenta os resultados obtidos para o índice de consistência das argamassas produzidas. Verificou-se que houve uma relação inversamente proporcional entre a quantidade de resíduo incorporado e a diminuição da trabalhabilidade da argamassa. Isso fez com que fosse necessário aumentar a relação água/cimento (conforme descrito na Tabela 2), além do uso de aditivo superplastificante na proporção de 0,4% sobre a massa total do aglomerante, para que a argamassa atingisse a trabalhabilidade mínima desejável, conforme estipula a NBR 7215 (ABNT, 2019). Tais resultados convergem para o que foi constatado na literatura que versa sobre o tema. Lotfy *et al.*, (2015) verificaram em seu trabalho que o aumento do teor do resíduo de caulim ao concreto diminui a trabalhabilidade da mistura, sendo necessário utilizar aditivos superplastificantes para alcançar o espalhamento desejado, com que corroboram outros autores que observaram o mesmo fenômeno como Barata & Angélica (2011).

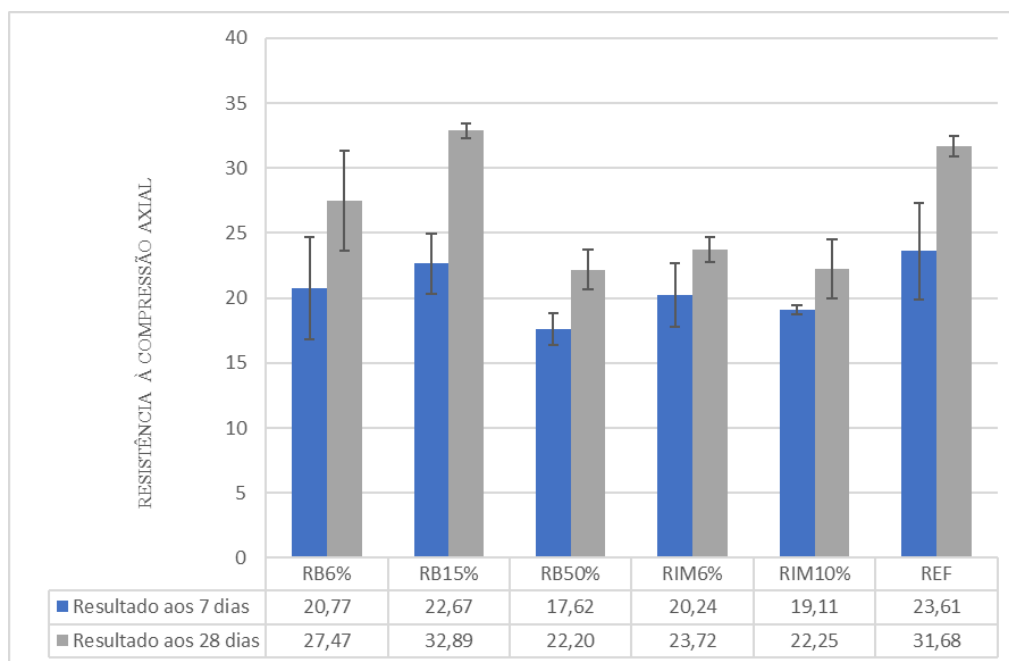
Tabela 15 - Resultados do ensaio de IAP com cal

Amostra	Índice de consistência (mm)
RB6%	21,00
RB15%	20,00
RB50%	19,00
RIM6%	21,00
RIM10%	20,50
REF	22,00

Fonte: Os autores, (2023)

O gráfico da Figura 30 apresenta os resultados obtidos no ensaio de resistência à compressão axial nos corpos de prova nas idades de 7 e 28 dias.

Figura 30 – Resistência à compressão das argamassas (MPa) aos 7 e 28 dias de cura

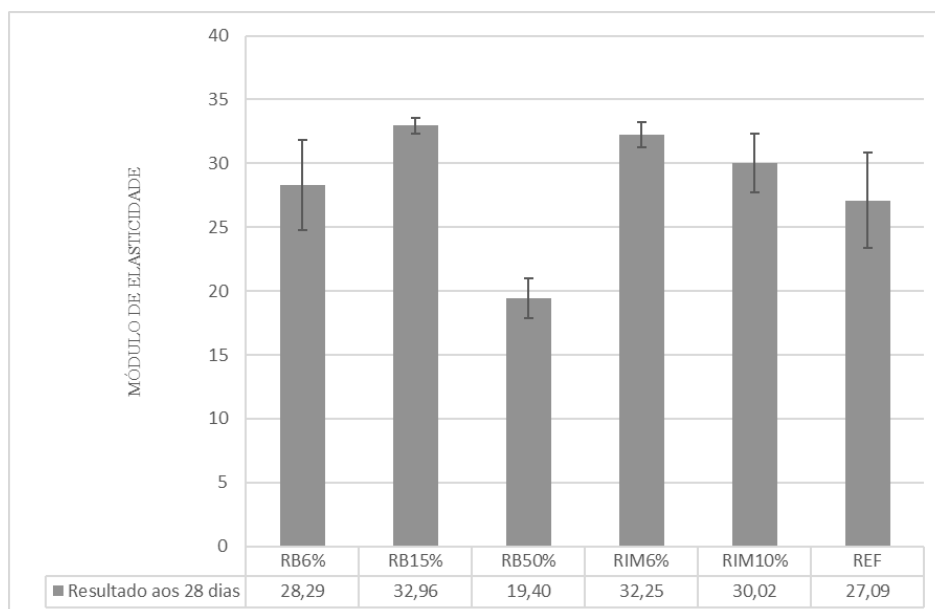


Fonte: Os autores, (2023)

Verificou-se que na primeira idade, a composição que apresentou o melhor resultado foi a argamassa de referência, seguida pela argamassa RB15%. Enquanto o menor desempenho foi observado para a argamassa RB50% que obteve uma queda na resistência da ordem de 25%. Aos 28 dias, a argamassa RB15% apresentou o melhor resultado entre as composições analisadas, indicando ser esse o teor ótimo de adição pozolânica para o resíduo de caulim tratado termicamente na temperatura de 600°C. Todavia, constatou-se também que a mistura RIM10% obteve um resultado satisfatório para ser utilizada como adição carbonática, haja vista que este material permite um maior percentual de aproveitamento do resíduo, com menor dispêndio de energia para o seu tratamento, já que foi apenas moído. Os resultados encontrados estão de acordo com o que foi constatado em trabalhos como o de Santos *et al.*, (2012) que realizaram a adição de resíduo de caulim calcinado à temperatura de 600°C em argamassas de cimento Portland, e, obtiveram resultados de resistência à compressão superiores aos compósitos de referência para um percentual de incorporação de até 10%. Lotfy *et al.*, (2015) utilizou resíduo de caulim que passou apenas pelo processo de moagem como adição carbonática para concreto, alcançando bons níveis de resistência para os teores de 10% e 15%, aos 28 dias de cura.

O gráfico da Figura 31 ilustra os resultados obtidos para o módulo de elasticidades das composições analisadas, aos 28 dias de cura.

Figura 31 – Módulo de elasticidade estático das argamassas (GPa) aos 28 dias de cura



Fonte: Os autores, (2023)

Observou-se que as misturas RB15% e RIM6% foram as que apresentaram o pior desempenho neste quesito, haja vista que a argamassa produzida possui um baixo nível de deformabilidade, propriedade muito importante para aplicações de argamassas. Observando, isoladamente, apenas os resultados medianos, pode parecer que eles não estão coerentes com os resultados aferidos no ensaio de resistência à compressão. Todavia, ao observar o desvio padrão para cada amostra, verifica-se que a argamassa de referência e a mistura RB6% foram as que apresentaram a maior variação de resultados. Isso ajuda a explicar o fato de estas misturas apresentarem um menor valor para esta grandeza, quando comparadas as demais amostras. Posto isso, depreende-se que ocorre uma diminuição no módulo de elasticidade dos compósitos à medida que se aumenta a quantidade de resíduo incorporado na mistura, para além do percentual de 15%. Ao confrontar estes resultados com os estudos já existentes sobre o tema, verifica-se que o decréscimo no módulo de elasticidade pode estar relacionado diretamente com a quantidade de água incorporada na mistura. Souza *et al.*, (2015), constataram em seu estudo, que a diminuição dos valores de módulo de elasticidade possui uma ligação inversamente proporcional com a relação água/cimento empregada. Nas maiores relações a/c, tem-se um maior afastamento dos grãos de cimento, fazendo com que haja uma maior presença, principalmente na zona de transição, dos cristais de hidróxido de

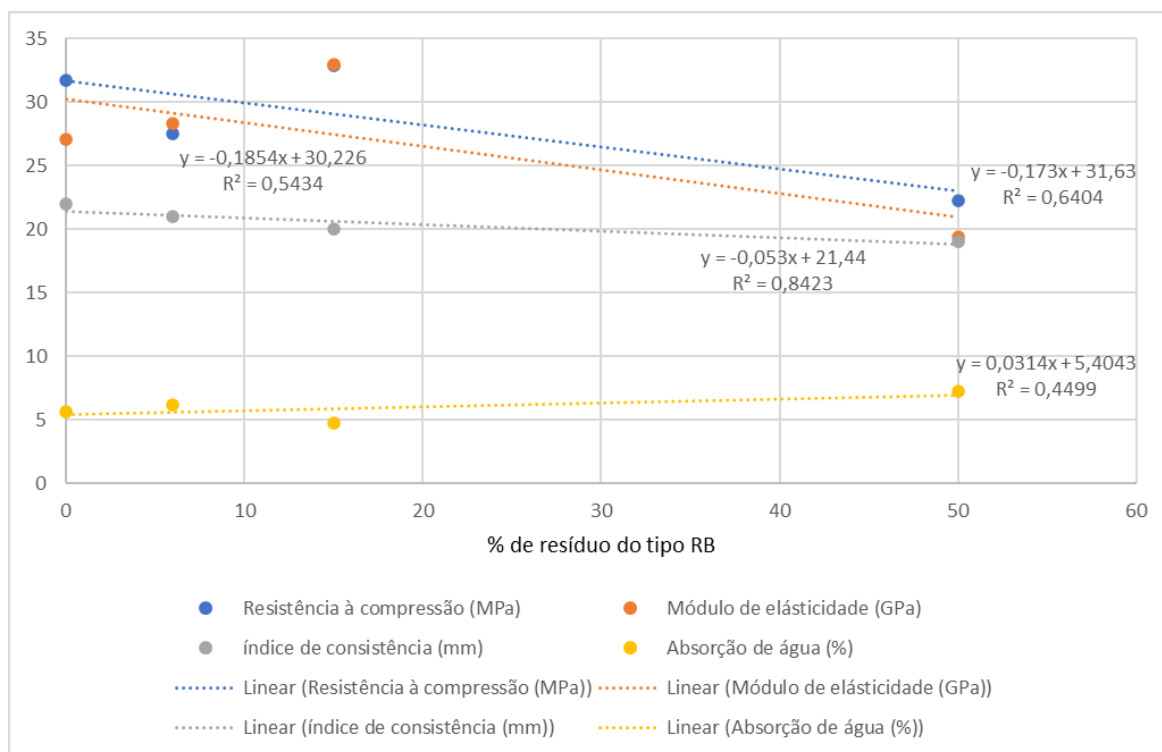
cálcio e de etringita, resultando em um enfraquecimento das ligações no concreto endurecido. Todavia, os autores acrescentam que, na verificação dos efeitos isolados do teor de substituição, para percentuais de até 20% ocorre um aumento no módulo de elasticidade dos compósitos.

4.3.3 Análise da correlação dos resultados

Nos gráficos ilustrados nas Figuras 32 e 33 é possível observar a correlação existente entre as variáveis isoladas e as variáveis dependentes estudadas neste trabalho. No primeiro caso é avaliada a relação entre o percentual de resíduo do tipo RB e as propriedades físico-mecânicas das argamassas produzidas, enquanto na segunda simulação é analisada a influência da relação água/cimento sobre tais características. Observa-se que existe uma correlação forte linear e inversa entre o percentual de resíduo incorporado, a resistência à compressão e o módulo de elasticidade das argamassas. O mesmo fato é verificado para o índice de consistência, cuja correlação é a mais forte entre as quatro variáveis avaliadas. Por outro lado, a absorção de água demonstrou uma correlação considerada como moderada, tendo em vista que o valor de variância encontrado foi de 0,4499.

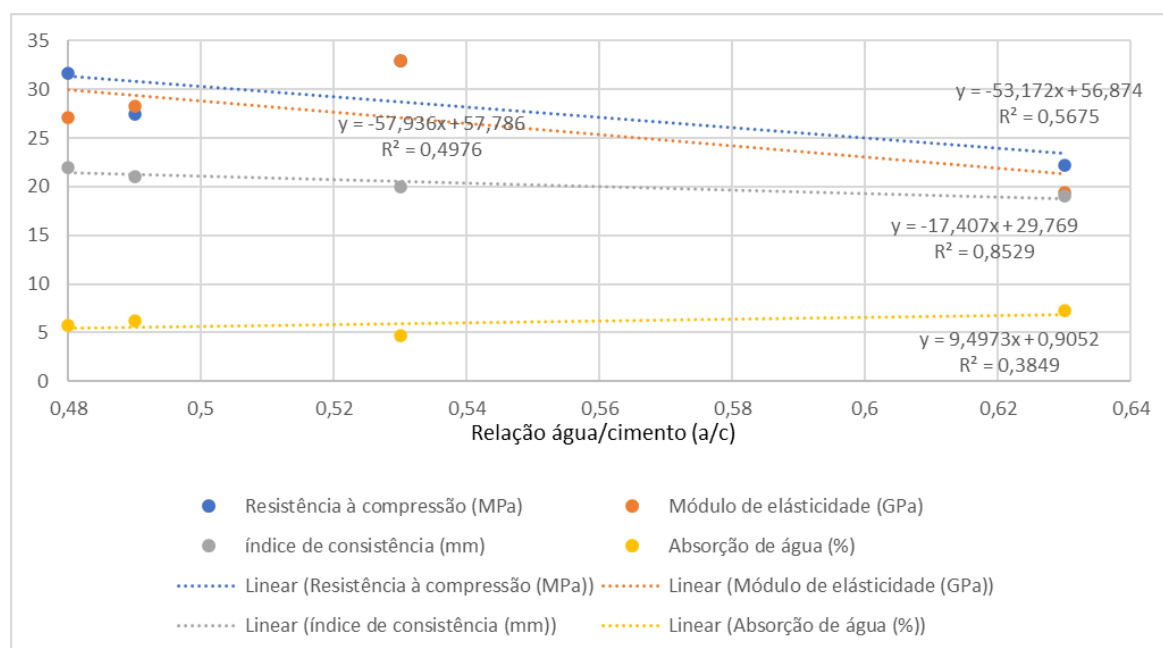
É válido destacar que os resultados presentes nos gráficos 32 e 33 podem ser considerados espelhos, levando em consideração que também existe uma relação diretamente proporcional entre a quantidade de resíduo incorporado e a relação água/cimento. Sendo assim, pode-se afirmar que, caso não seja utilizado aditivo para reduzir a necessidade do aumento da quantidade de água na composição, a argamassa exigirá uma maior relação água/cimento, à medida que se aumenta a quantidade de resíduo, e com isso, serão verificadas as alterações das propriedades do compósito, de acordo com a tendência linear que está apresentada neste trabalho. Esses dados são muito úteis para a avaliação da composição de misturas cimentícias com o uso de resíduo de caulim, já que por meio da equação encontrada neste estudo, pode-se projetar diversos tipos composições, com as características desejadas em projeto, sem que haja a necessidade de se efetuar novos procedimentos experimentais.

Figura 32 – Gráfico de correlação entre o percentual de resíduo do tipo RB incorporado e as propriedades físico-mecânicas das argamassas



Fonte: Os autores, (2023)

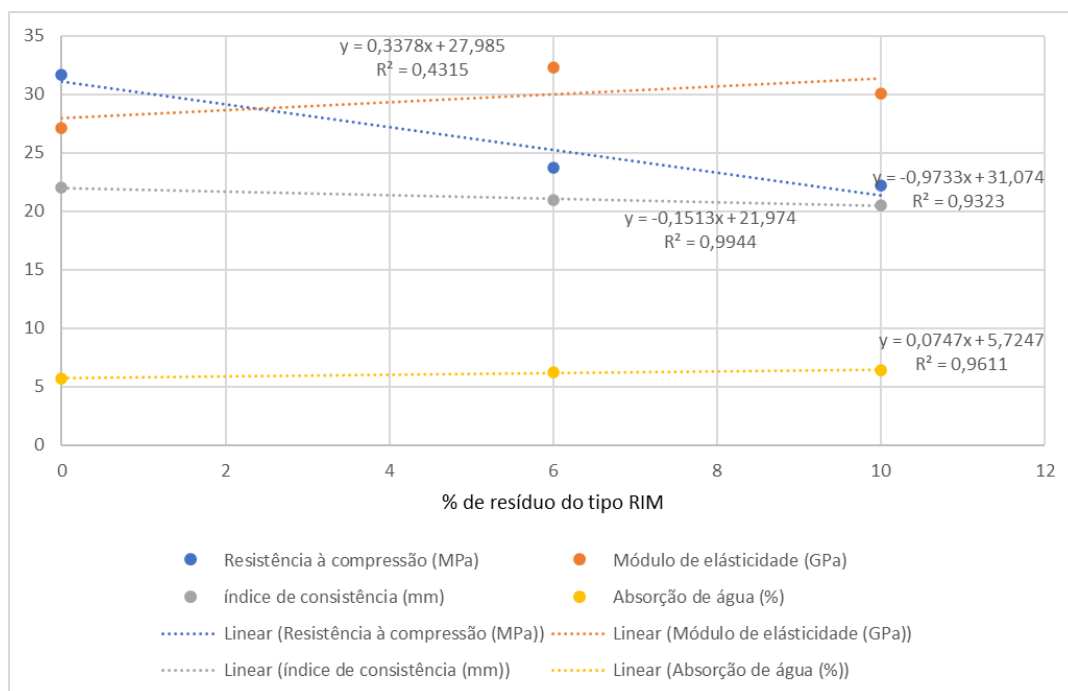
Figura 33 – Gráfico de correlação entre a relação água/cimento e as propriedades físico-mecânicas das argamassas



Fonte: Os autores, (2023)

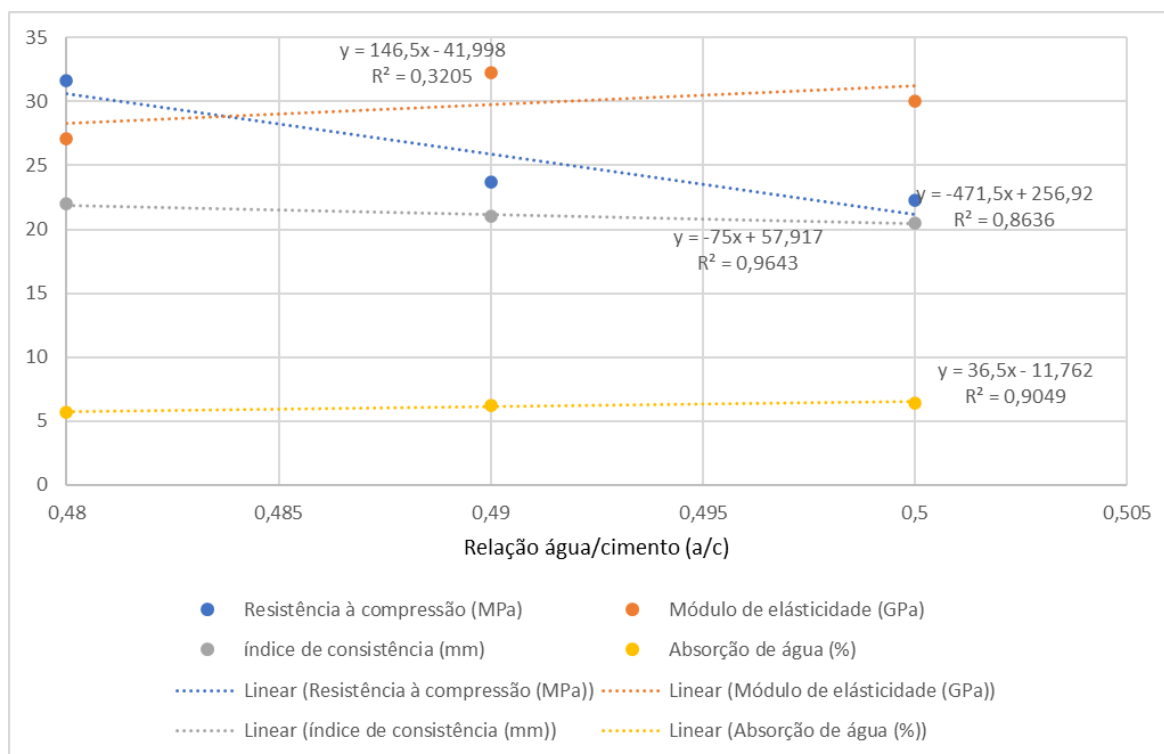
Nos gráficos ilustrados nas Figuras 34 e 35 é feito o mesmo tipo de análise descrito nas Figuras 33 e 32. Porém, neste caso é avaliada a influência do resíduo do tipo RIM nas propriedades das argamassas. No primeiro gráfico verifica-se que ocorreu uma correlação linear moderada positiva para a quantidade de resíduo incorporado, o módulo de elasticidade e a absorção de água. Já para a resistência à compressão e o índice de consistência, observa-se que ocorreu uma correlação forte, linear e inversa. A diferença verificada no que se refere a influência da quantidade de resíduo incorporado (do tipo RB ou RIM) sobre as propriedades das argamassas, pode ser explicada justamente pelas especificidades entre ambos os resíduos, devido ao tipo de tratamento empregado. O resíduo do tipo RB por possuir propriedades pozolânicas foi mais eficiente para aumentar a resistência mecânica da argamassa, enquanto o resíduo do tipo rim, por possuir características do tipo fíler, contribuiu para reduzir o índice de porosidade dos compósitos, porém, não foi suficiente para aumentar a resistência à compressão das argamassas.

Figura 34 – Gráfico de correlação entre o percentual de resíduo do tipo RIM incorporado e as propriedades físico-mecânicas das argamassas



Fonte: Os autores, (2023)

Figura 35 – Gráfico de correlação entre a relação água/cimento e as propriedades físico-mecânicas das argamassas



Fonte: Os autores, (2023)

4.4 CONCLUSÕES

As seguintes conclusões isoladas são destacadas:

- I. Em relação a massa específica, verificou-se que os valores auferidos praticamente não diferem entre si, havendo um pequeno crescimento, diretamente proporcional ao aumento da temperatura de calcinação empregada. Os dados também revelam que o resíduo de caulim possui massa específica um pouco abaixo dos cimentos comercializados no Brasil. No entanto, os baixos valores encontrados revelam que este material é composto fundamentalmente por caulinita, apresentando poucas impurezas em sua constituição.
- II. No que se refere a perda ao fogo, constatou-se que todas as amostras de resíduo de caulim atenderam ao limite estipulado pela NBR 12653 (ABNT, 2015) para serem consideradas adições pozolânicas, a exceção do RI e RIM. Além do que, observou-se que à medida que se aumenta a temperatura de calcinação, ocorre a diminuição do percentual de perda ao fogo, o que pode ser explicado pela transformação da caulinita em metacaulinita.

- III. Os resultados obtidos por meio dos ensaios de área específica (*blaine*) e granulometria a laser, demonstraram que o beneficiamento empregado (moagem e calcinação), fez com que houvesse um aumento da área específica dos grãos, cujas dimensões ficaram bem próximas do valor teórico de *blaine* do cimento CPV. O RB750 foi a amostra que apresentou o menor tamanho de partículas em relação ao RI. No entanto, não houve grande diferenciação de valores entre as amostras analisadas. Ademais, todas as composições atenderam ao requisito estipulado pela NBR 12653 (ABNT, 2015) para ser consideradas como adição pozolânica.
- IV. Os valores aferidos no ensaio de TG/DTG e TDA demonstraram que a partir de 450°C ocorreu o processo de conversão da caulinita em metacaulinita, o qual foi finalizado na faixa de temperatura compreendida entre 600°C e 700°C. Pelos difratogramas de raios-X das amostras analisadas, observou-se que os resíduos de caulim são constituídos basicamente pelo mineral caulinita, fato este que indica a extrema qualidade deste material como adição pozolânica. Ademais, todas as amostras possuem em sua composição um somatório dos teores de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ maior que 70%, atendendo às especificações da NBR 12653 (ABNT, 2014) para que um material seja classificado como adição pozolânica da classe N.
- V. Os ensaios de índice de atividade pozolânica com a cal e com o cimento corroboraram com os resultados de caracterização dos resíduos de caulim, demonstrando que este material possui reatividade pozolânica, quando submetido a processo de moagem e ativação térmica.
- VI. Por meio dos resultados aferidos nos ensaios de resistência à compressão, módulo de elasticidade e absorção de água das argamassas que foram produzidas com o uso de resíduo de caulim, foi verificado que, o resíduo tratado termicamente à temperatura de 600°C com posterior moagem, apresentou características indicadas para ser utilizado como adição mineral pozolânica com percentual ótimo de incorporação de 15%. Para o resíduo que foi apenas moído o melhor teor foi o de 10% para utilização como material carbonático.
- VII. Por fim, sugere-se a realização de um estudo futuro, avaliando a possibilidade do uso, em conjunto, das composições RB15% e RIM10%, para compor um cimento com 15% de adição mineral pozolânica e 10% de material carbonático que poderia ser aplicado para a fabricação de argamassas, haja vista que não foi verificado na literatura existente este tipo de estudo, até o presente momento, existindo assim uma lacuna a ser preenchida nessa área de conhecimento.

5. REFERÊNCIAS

ARRUDA, E. S.; BARATA, M. S. Cimento de baixo impacto ambiental a partir dos resíduos caulínicos da Amazônia. Revista Matéria, v.27, n.1, 2022.

ARRUDA, E. S.; BRAGA, N. T. S.; BARATA, M. S. Life cycle assessment to produce LC3 cements with kaolinitic waste from the Amazon region, Brazil. Case Studies in Construction Materials. Disponível em: www.elsevier.com/locate/cscm. Acessado em: 07/08/2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND – ABCP. Uma breve história do cimento Portland. Disponível em: < <https://abcp.org.br/cimento/historia/>>, acessado em: 12/02/2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT, NBR 12653: Materiais pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro, 2014.

_____. NBR 16697: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

_____. NBR 16605: Cimento Portland e outros materiais em pó – Determinação da massa específica. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

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

_____. NBR 5751: Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica com cal aos 7 dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

_____. NBR 5752: Materiais pozolânicos – Determinação da atividade pozolânica com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2014.

_____. NBR NM 18: Cimento Portland – Análise química – Determinação da perda ao fogo. Rio de Janeiro: ABNT, 2012.

_____. NBR 16697: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2018.

_____. NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

_____. NBR 13276: Argamassa para assentamento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

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

_____. NBR 8522-1: Concreto endurecido – Determinação dos módulos de elasticidade e de deformação Parte 1: Módulos estáticos à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

_____. NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

AZERÊDO, A. F. N. Estudo do resíduo de caulim em argamassas a base de cal quanto as suas propriedades frescas, endurecidas e microestruturais. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Pernambuco, Recife/PE, 2012.ecife/PE, 2012.

BARATA, M. S; ANGÉLICA, R. S. Atividade pozolânica dos resíduos caulíníticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia. Cerâmica, v.58, nº2, pp.36-42, jun, 2012.

BARATA, M. S.; ANGÉLICA, R. S. Caracterização dos resíduos caulíníticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia como matéria-prima para a produção de pozolanas de alta reatividade. Revista Matéria UFRJ, v.16, nº3, pp.795-810, mar, 2011.

BARATA, M. S. Aproveitamento dos resíduos caulíníticos das indústrias de beneficiamento de caulim da região Amazônia como matéria-prima para fabricação de um material de construção (pozolanas). Tese de Doutorado – Universidade Federal do Pará, Belém/PA, 2007.

CHRIST, R.; TUTIKAN, P.; HELENE, P. Concreto de Ultra Alto Desempenho – UHPC: Fundamentos, propriedades e dosagem. 1ª Ed. São Paulo/SP. Editora Leud. 2022.

CUNHA, R. R. da. Emprego do resíduo de silício metálico como material pozolânico na produção de cimento Portland composto. Tese de Doutorado – Universidade Federal do Pará, Belém/PA, 2022.

COSKUN, E. A. Circular economy, relevant problems and outcomes, Reference Module in Social Sciences, Elsevier, 2023, ISBN 9780443157851. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780443137761000106>. Acessado em: 06/10/2023.

LOTFY, A., et al., *Effect of kaolin waste content on the properties of normal-weight concretes*, Construction and Building Materials, v. 83, nº1, pp. 102-107, mar., 2015.

MENEGATTI, L. C.; CALDAS, L. R.; TOLEDO FILHO, R. D. (2023). Projetar para desmontar: revisão sobre a avaliação do ciclo de vida (ACV) de estruturas de concreto: design for disassembly: a review of concrete structures life cycle assessment (LCA). IX Sustentável, 9 (2), 157–170. <https://doi.org/10.29183/2447-3073.MIX2023.v9.n2.157-170>.

NÓBREGA, A. F. Potencial do aproveitamento de caulim paraibano para o desenvolvimento de argamassas de múltiplo de uso. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa/PB, 2007.

PAUMGARTTEN, M. D. V. Resíduos Industriais da Amazônia como Adição Mineral para Cimento Portland. Dissertação de Mestrado - Universidade Federal do Pará, Belém/PA, 2020.

SANTOS, M. J. AC., et al., Avaliação da reatividade do metacaulim reativo produzido a partir do resíduo do beneficiamento de caulim como aditivo na produção de argamassa, In: VII CONNEPI – Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação, Palmas, TO, 19-21 outubro 2012.

SANTOS, M. A DOS.; OLIVEIRA, A. P. DE.; OLIVEIRA, A. M. DE. Um estudo da perspectiva do uso de resíduo industrial de silício como adição mineral em matrizes

cimentícias: origem, processamento e propriedades. In: REUCP, Petrópolis, v. 15, n° 1, ISSN 2318-0692, 2021, p. 103-119.

SILVA, L.; PICANÇO, M. S. Análise investigativa sobre o uso de resíduo de caulim para a produção de compósitos cimentícios. ISSN 1517-7076, Revista Matéria, Rio de Janeiro, 2022.

SILVA et al., Valorization of kaolin mining waste from the Amazon region (Brazil) for the low-carbon cement production. Case Studies in Construction Materials. Disponível em: www.elsevier.com/locate/cscm. Acessado em: 07/08/2023.

SOUSA, S. M. F. Avaliação do emprego de pozolanas como materiais alternativos ao clínquer na produção de cimento Portland. Dissertação de Mestrado – Faculdade IETEC, Belo Horizonte, 2017.

SOUZA et al., Avaliação do módulo de elasticidade em concreto com metacaulim de alta reatividade, proveniente de rejeito industrial. ISSN 1517-7076, Revista Matéria, Rio de Janeiro, 2015.

VIVEIROS, D. C. S. Rejeito do minério de manganês como material de construção civil. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Pará, Belém/PA, 2017.

CAPÍTULO 5

5 ARTIGO 3 - CIMENTO COMPOSTO POR ADIÇÕES MINERAIS DE RESÍDUO DE CAULIM, APLICADO EM CONCRETOS E ARGAMASSAS

Este capítulo apresenta o desempenho do cimento com adição mineral de resíduo de caulim em sua aplicação em argamassa inorgânica de revestimento de parede e tetos e na fabricação de concreto. Propriedades no estado fresco e endurecido e concretos e argamassas, produzidas a partir de um cimento composto com 25% e 60% de adições minerais de resíduo de caulim como substituto parcial do cimento Portland composto comercial para uso em argamassas de revestimento de paredes e tetos e para a produção de concretos de uso estrutural.

Resumo

O benefício técnico do uso de adições minerais em materiais cimentícios vem sendo estudado pela literatura e é interessante do ponto de vista de durabilidade, desempenho e da redução de emissões de CO₂. Neste sentido, este trabalho avaliou a viabilidade técnica do uso de um cimento composto por adições do tipo pozolana e fíler, produzidas a partir do resíduo de caulim da Amazônia, para a confecção de concreto e argamassa de revestimento. Para tanto, o cimento composto por 25% e 60% de adições minerais de resíduo de caulim foi aplicado em diferentes composições de concretos e argamassas. Foram avaliadas as propriedades das argamassas no estado fresco e endurecido, e no concreto foram realizados ensaios para analisar suas características físico-mecânicas. Os resultados demonstram a adequabilidade do cimento composto por adições de resíduo de caulim como substituto parcial do cimento Portland composto comercial para uso em argamassas de revestimento de paredes e tetos e para a produção de concretos de uso estrutural. Esse resultado é expressivo no que se refere à inovação da criação de um cimento que possui características ao mesmo tempo pozolânicas e de fíler, advindas do uso de adições minerais de resíduo de caulim, obtidas do reaproveitamento deste material. O estudo demonstrou que o cimento composto criado é versátil e pode ser utilizado em diferentes aplicações, a depender do traço e função desejada. Este estudo abre um leque de possibilidades, principalmente, para a indústria cimenteira e para as fontes geradoras do resíduo, como uma forma de realizar a

logística reversa deste material, além de gerar benefícios ambientais decorrentes da diminuição do consumo do clínquer empregado nos cimentos tradicionais comercializados atualmente.

Palavras-Chave: Resíduo de Caulim, Argamassa de Revestimento, Cimento Composto, Material Cimentício Suplementar, Concreto.

5.1 INTRODUÇÃO

O emprego de adições minerais em substituição parcial ao clínquer para a produção do cimento Portland tem sido objeto de investigação na produção científica e é uma das principais estratégias na área de construção civil para a redução da emissão de CO₂ por parte da indústria mundial do cimento. Neste sentido, pesquisas sobre cimentos modificados com menores impactos ambientais, produzidos a partir da combinação de argilas calcinadas e calcário, denominados LC3 (*calcined clay limestone cement*), vêm indicando durabilidade e bom desempenho, comparativamente a cimentos comuns, em especial em relação à resistência à penetração de cloretos, mitigação da reação álcali-agregado, controle de expansões pela presença de sulfatos (DHANDAPANI, & SANTHANAM, 2017; MARAGHECHI *et al.*, 2018; SILVA *et al.*, 2021; ARRUDA JR e BARATA, 2023).

Neste contexto, Arruda Jr e Barata (2022) mencionam que, países como Suíça, Cuba, Índia e Brasil têm utilizado o resíduo de caulim como alternativa para a produção do LC3, haja vista a grande disponibilidade de reservas de caulim, e as características deste material, que é constituído essencialmente por caulinita extremamente fina.

O caulim é um mineral industrial com características especiais, sendo quimicamente inerte em uma ampla faixa de pH. Possui coloração neutra e alto poder de cobertura, quando usado como pigmento ou como extensor em aplicações de cobertura e carga, além de ser macio e pouco abrasivo, com baixa condutividade de calor e eletricidade. Ao mesmo tempo, as propriedades físicas, químicas e mineralógicas do mineral caulim indicam potencial para a utilização do resíduo gerado no seu processo de beneficiamento a produção de adições minerais (SILVA, 2024). Autores como Silva *et al.*, (2024) verificaram que o resíduo de caulim, além de ser extremamente fino, apresenta composição química com teores de SiO₂ + Al₂O₃ + Fe₂O₃ maiores que 70%, atendendo, portanto, às especificações da normativa brasileira para ser classificado como adição pozolânica. Ainda de acordo com estes autores, o resíduo, após passar por um processo de moagem, torna-se adequado para a utilização

como adição do tipo fíler, sem a necessidade de ativação térmica, o que reduz os custos para tal aplicação.

No Brasil, especificamente na região amazônica, as indústrias de beneficiamento de caulim depositam, anualmente, cerca de 70 milhões de toneladas deste subproduto (AZEREDO, 2012; BARATA e ANGÉLICA, 2012; SILVA et al., 2021; ARRUDA JUNIOR e BARATA, 2022; ARRUDA JUNIOR et al., 2023).

As reservas brasileiras de caulim secundário, o qual possui alta concentração de caulinita com partículas inferiores a 2 μm , estão localizadas na Amazônia, principalmente no estado do Pará, onde estão instaladas as principais empresas de beneficiamento de caulim do mundo. Estima-se que a quantidade de resíduo gerada pelo processo de beneficiamento de caulim seja da ordem de 50 milhões de toneladas, sendo constituído por caulinitas com granulometria na ordem de 0,2 a 0,8 μm , cuja cristalinidade varia de acordo com a quantidade de defeitos a depender do tipo de jazida e da profundidade em que a amostra de caulim é extraída. Atualmente, a indústria cimenteira do estado do Pará já utiliza o resíduo de caulim para a correção do percentual de alumínio na produção do clínquer (ARRUDA JR e BARATA, 2022).

Até o presente momento, não foram publicados trabalhos que versem sobre a possibilidade de utilização do resíduo de caulim como material cimentício suplementar para a composição de um cimento composto, sob duas diferentes formas, a saber: o resíduo calcinado e moído (utilizado como adição pozolânica) e o resíduo apenas moído (utilizado como adição do tipo fíler). Na pesquisa desenvolvida por Silva *et al.*, (2024), é constado que o resíduo, após passar por um processo de moagem, possui características adequadas para uso como material carbonático para a composição de cimento. Ademais, é destacado os teores ótimos, tanto para a utilização deste tipo de resíduo, quanto para o resíduo que passou pelo processo de calcinação, cujas propriedades são indicadas para utilização como adição pozolânica. Apesar de a referida pesquisa indicar que o resíduo pode ser aplicado destas duas diferentes formas, os autores se limitam a estudar a utilização, de maneira isolada, dos dois tipos de adição, produzindo um cimento composto pozolânico e um outro, composto por adições do tipo fíler.

Diante deste contexto, a presente pesquisa avança com contribuições sobre a aplicação do cimento composto por adições de resíduo de caulim do tipo pozolânico e do tipo fíler, em argamassas e concretos. Para tanto, serão avaliadas as propriedades físico-mecânicas dos compósitos produzidos com este tipo de cimento, nos teores máximos recomendados por Silva *et al.* (2024).

5.2 MATERIAIS E MÉTODOS

5.2.1 Materiais

O resíduo de caulim utilizado nesta pesquisa trata-se do material cuja caracterização físico-química e mineralógica foi analisada e discutida anteriormente nas publicações de Silva *et al.* (2024) e Arruda Jr e Barata (2022). Este resíduo é proveniente do processo do beneficiamento do mineral denominado caulim do tipo *flint* (CF), cuja composição química apresenta grande concentração de hidróxidos e óxidos de ferro (Tabela 16), estando sobreposto na mina ao caulim *soft*, o qual é o minério de maior interesse para a indústria de papel. Este material é um subproduto gerado durante a etapa de centrifugação do beneficiamento do caulim, por via úmida.

Este material *in natura*, após a coleta, foi seco em estufa por um período de 24 h, para redução da umidade, e então dividido em dois diferentes tipos, o primeiro trata-se do resíduo que passou apenas pelo processo de moagem, que foi designado neste trabalho como RIM, e o segundo, denominado RB é o resíduo calcinado à temperatura de 600 °C, por um período de 3 h, com posterior moagem. Os processos de beneficiamento empregados no resíduo seguiram a metodologia descrita por Silva *et al.* (2024). Na Tabela 16, podem ser observadas as composições químicas do resíduo RB e RIM, e, na Tabela 17, os resultados de massa específica, perda ao fogo e área específica dos dois tipos de resíduos.

Tabela 16 – Composição química do resíduo de caulim

Amostra	% dos elementos presentes				
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Outros
RB	51,49	47,39	0,62	0,34	0,09
RIM	45,28	39,97	0,34	0,33	14,08

Fonte: Silva *et al.* (2024)

Tabela 17 – Resultados obtidos para a massa específica, perda ao fogo e área específica

Amostra	Massa específica	Perda ao fogo	Área específica
RB	2,626 g/cm ³	13,20%	4090 (cm ² /g)
RIM	2,631 g/cm ³	6,30%	3985 (cm ² /g)

Fonte: Silva *et al.* (2024)

Ademais, para a composição dos concretos e argamassas, utilizou-se o cimento Portland CPV de alta resistência inicial, similar aos cimentos europeus CEM I 52,5 e CEM I 42,5 R. Optou-se por utilizar este tipo de aglomerante por se tratar de um cimento livre de adições o que permitiria avaliar as reações ocorridas com a incorporação do resíduo de caulim como material cimentício suplementar. Já para a produção dos concretos e argamassas de referência, foi utilizado o cimento CP II-F-32, cuja composição possui adição de fíler calcário, em teor que varia de 6% a 10%.

Devido ao maior consumo de água na argamassa modificada, houve a necessidade de utilização de um aditivo (superplastificante PCE de pega normal) da marca MC-PowerFlow 310, na dosagem recomendada pelo fornecedor.

A areia utilizada nesta pesquisa é um material padronizado, que satisfaz às condições especificadas pela NBR 7214 (ABNT, 2015) quanto aos parâmetros físico-químicos e mineralógicos. Para o concreto, utilizou-se brita nº zero, devidamente caracterizada para este fim.

5.2.2 Métodos

Para a avaliação da argamassa foram elaboradas duas composições, sendo uma de referência (AR-REF), com traço de 1:1:0,52, confeccionada com cimento Portland do tipo CP II-F-32, e uma composição alternativa com resíduo de caulim em substituição a 25% do cimento CPV – (AR-CA25%). Do percentual total de substituição, 15% corresponderam ao RB e 10% ao RIM. Devido ao maior consumo de água na argamassa elaborada com resíduo, houve a necessidade de utilização de um aditivo superplastificante. Os percentuais de substituição e a relação água/cimento foram baseadas no trabalho de Silva *et al.* (2024).

Após a elaboração da dosagem, as argamassas produzidas tiveram suas propriedades físicas e mecânicas testadas, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido, de forma a verificar se os compósitos confeccionados atendiam às especificações da NBR 13281-1 (ABNT, 2023). Os ensaios realizados e as normativas brasileiras e internacionais correspondentes estão listadas na Tabela 18.

Tabela 18 – Ensaios realizados nas argamassas

Estado fresco	
Ensaio	Norma
Consistência pelo método da mesa	NBR 13276 (ABNT, 2016)
Densidade de massa fresca	NBR 13278 (ABNT, 2005)
Reometria por <i>squeeze-flow</i>	NBR 15839 (ABNT, 2010)
Estado endurecido	
Módulo de elasticidade dinâmico	NBR 15630 (ABNT, 2008)
Absorção de água por capilaridade	NBR 9779 (ABNT, 2012)
Resistência à compressão	NBR 13279 (ABNT, 2005)
Resistência à tração na flexão	NBR 13279 (ABNT, 2005)
Módulo de elasticidade estático	NBR 8522-1 (ABNT, 2022)
Densidade de massa endurecida	NBR 13280 (ABNT, 2005)
Resistência potencial à tração	NBR 15258 (ABNT, 2021)
Determinação da variação dimensional	NBR 15261 (ABNT, 2005)
Ensaio de durabilidade	
Carbonatação acelerada	ISO 1920-12 (2015) com adaptações
Análise da Microestrutura	
Microscopia Eletrônica de Varredura	

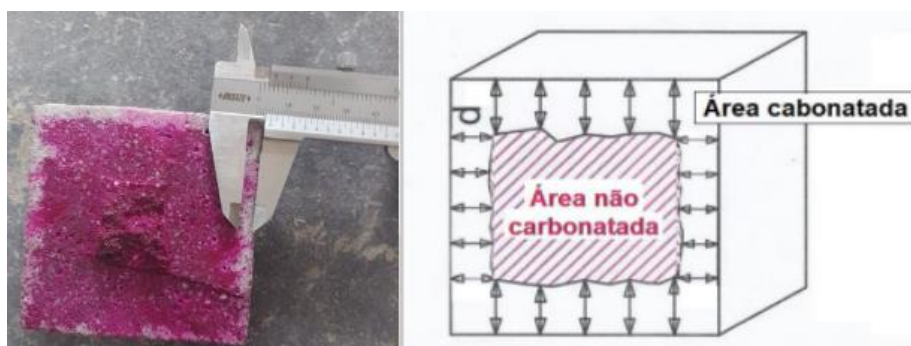
Fonte: Os Autores (2024)

Foram utilizadas 4 amostras, referentes às duas composições estudadas, para a realização de cada uma das análises, à exceção do ensaio de carbonatação acelerada, para o qual foram utilizados 2 corpos de prova de cada composição, e o ensaio de resistência potencial à tração, para o qual foi avaliado o comportamento apenas da composição AR-CA25%. Para o ensaio de módulo de elasticidade, seguiu-se o método não destrutivo descrito pela NBR 15630 (ABNT, 2008). Os corpos de prova analisados foram do tipo cilíndrico 10x20 cm. Optou-se por utilizar este tipo de amostra devido à maior área de contato para a propagação das ondas ultrassônicas. Para a determinação da velocidade de propagação da onda ultrassônica utilizou-se o Aparelho de Ultrassom Portátil Digital (PUNDIT LAB), com dois tipos de transdutores, calibrados em 54 kHz e diâmetro de 50 mm. A calibração do equipamento foi realizada antes de cada ensaio, empregando-se uma barra cilíndrica padrão (d=50 mm e h=160 mm), e utilizou-se a transmissão direta entre os transdutores.

Para a análise da carbonatação acelerada das argamassas, utilizou-se a metodologia proposta por Ribeiro *et al.* (2021), baseada na norma europeia ISO 1920 – 12 (2015) de durabilidade. Para tanto, foram moldados 2 corpos de prova para cada composição (AR-REF e AR-CA25%) em formato prismático, com dimensões de 80x80x300 mm. Segundo Machado (2022), esta forma geométrica é recomendada devido à possibilidade de obtenção

de resultados em diferentes idades, além de evitar a sobreposição do fenômeno nas faces laterais, caso cilíndrico. A profundidade de carbonatação nas fatias dos prismas foi determinada com o uso de um paquímetro digital (resolução 0,01 mm), medindo-se 5 pontos equidistantes para cada lado da seção, conforme ilustra a Figura 36. O resultado foi representado pela média das 20 medições individuais (em milímetros) de cada uma das fatias analisadas para a argamassa, para a idade de 30, 45, 60, 75, 90 e 120 dias, após o acondicionamento na câmara.

Figura 36 – Esquema das medições nas fatias retiradas dos prismas



Fonte: Os autores, adaptado de Machado (2022)

Por fim, realizou-se a análise da microestrutura dos compósitos produzidos por meio da aplicação da Microscopia eletrônica de varredura – MEV. Para essa última análise, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (MEV-FEG) Jeol JSM7100F com tensão de aceleração de elétrons de 3 e 5 keV nos modos de detecção de elétrons secundários (SED).

As análises composicionais foram realizadas pela técnica de espectroscopia por dispersão de energia (EDS), com um detector de raios-X Oxford Instruments XMax-n 80 acoplado ao microscópio.

No que se refere ao concreto, o traço de referência aplicado foi escolhido com base nas composições usualmente utilizadas na região de Belém/PA/Brasil, para estruturas de obras residenciais verticais, cuja exigência mínima de F_{ck} , aos 28 dias de cura, é de 30 MPa. Na Tabela 19, podem ser observadas as formulações e o consumo de material (em massa) para a produção dos concretos. Para as composições analisadas, foi estipulado um *Slump* de 10 ± 2 cm, o que exigiu a incorporação do aditivo superplastificante para restringir o aumento de água na relação água/cimento.

Tabela 19 - Consumo de materiais em (massa) por m³ de concreto

Traço utilizado: 1:1,375:2,375:0,45						
Nomenclatura	Cimento CII-F (kg/m³)	RB (kg/m³)	RIM (kg/m³)	Areia (kg/m³)	Brita (kg/m³)	Relação a/c
REF	450,00	-	-	618,00	1068,00	0,45
CON25%	337,50	67,50	45,00	618,00	1068,00	0,45
CON60%	180,00	225,00	45,00	618,00	1068,00	0,45

Fonte: Os Autores, (2024)

Para a avaliação das propriedades físico-mecânicas do concreto, foram realizados os ensaios de resistência à compressão axial (aos 28 dias), conforme recomendações prescritas na NBR 7215 (ABNT, 2019); absorção de água por capilaridade, de acordo com os procedimentos estabelecidos na NBR 9779 (ABNT, 2012); resistência à tração por compressão diametral, utilizando NBR 7222 (ABNT, 2011); e módulo de elasticidade, conforme o que preconiza a NBR 8522 (ABNT, 2017).

5.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

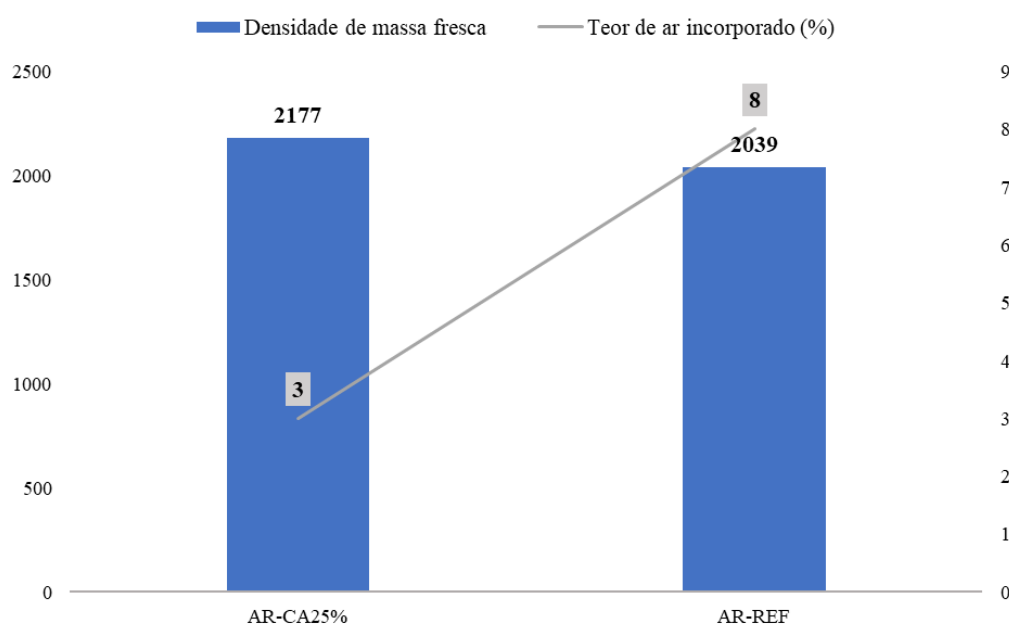
Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos nas análises físico-mecânicas realizadas nas argamassas e concretos estudados neste trabalho.

5.3.1 Ensaios no estado fresco

5.3.1.1 Densidade de massa fresca e teor de ar incorporado

A seguir, apresenta-se os resultados obtidos quanto às propriedades das argamassas no estado fresco. O Gráfico da Figura 37 indica os valores auferidos para a densidade de massa fresca e teor de ar incorporado das argamassas AR-CA25% e AR-REF.

Figura 37 – Resultados de densidade de massa fresca e teor de ar incorporado



Fonte: Os Autores, (2024)

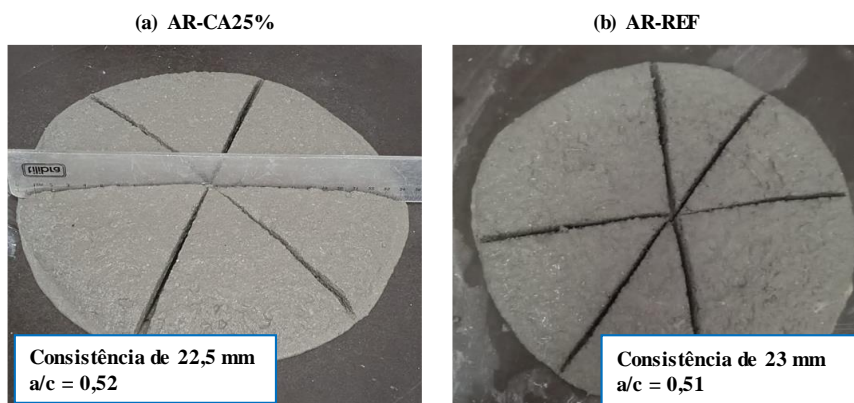
Observa-se que a argamassa com resíduo de caulim obteve um aumento em sua massa específica da ordem de 6,74% em relação à argamassa de referência. Segundo os parâmetros estabelecidos pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023), a composição AR-CA25% pode ser enquadrada na classe DF4, por possuir uma densidade maior que 2000 Kg/m³.

Segundo Azeredo (2012), a densidade de massa fresca está diretamente relacionada à quantidade de ar incorporado na mistura. Ainda de acordo com este autor, devido à menor densidade do ar e maior preenchimento do espaço volumétrico ocupado por ele, o aumento da incorporação de ar pode contribuir para a melhoria de algumas características das argamassas tais como: redução do módulo de elasticidade, da retração, da exsudação e da massa específica. Essa correlação entre densidade de massa fresca e ar incorporado foi constatado nos resultados aferidos nesta pesquisa, uma vez que a argamassa de referência, com 8% de ar incorporado, obteve uma densidade menor em comparação com a composição AR-CA25%, que registrou a incorporação de um percentual de 3% de ar. Acredita-se que este fenômeno ocorreu devido às características granulométricas do resíduo de caulim, que por possuir um menor diâmetro de partículas em relação ao cimento, propicia a diminuição dos espaços vazios na mistura.

5.3.1.2 Consistência pelo método da mesa e Squeeze-flow

A Figura 38 apresenta os resultados obtidos no ensaio de índice de consistência das argamassas produzidas. Observa-se que os valores aferidos foram muito semelhantes, haja vista que foi utilizado o aditivo superplastificante na composição AR-CA25% com o intuito de diminuir a relação água/cimento, uma vez que o resíduo de caulim exige maior consumo de água na mistura devido a sua elevada área específica. A consistência da argamassa se mostrou bem trabalhável e com um tempo de endurecimento relativamente adequado para a sua aplicação, levando em torno de 50 minutos para o início da pega. No estudo desenvolvido por Fukui (2017), descreve-se que nas argamassas industrializadas de revestimento, ocorre um aumento da viscosidade após 60 minutos contados a partir da mistura, com redução da capacidade plástica de manter coesão do material e de lubrificação entre os agregados.

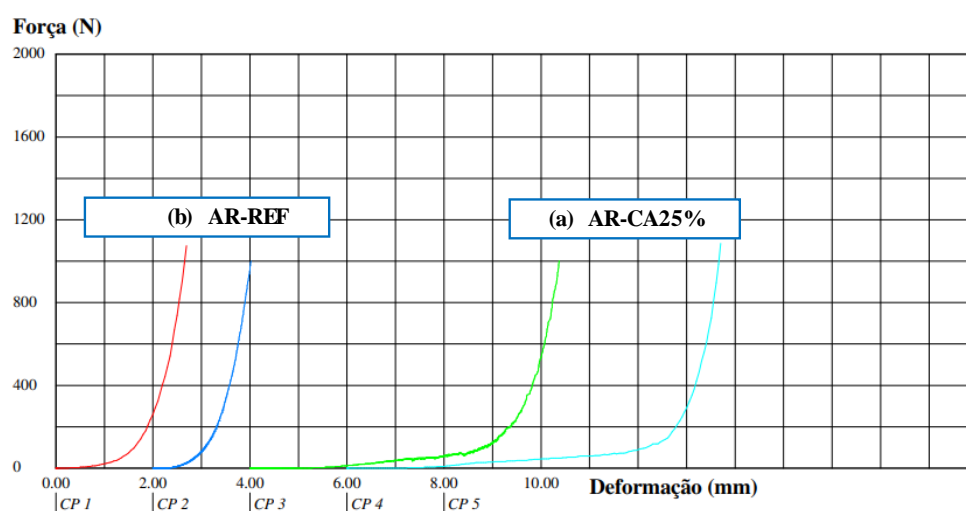
Figura 38 – Resultados da consistência da amostra AR-CA25% (a) e AR-REF (b)



Fonte: Os Autores, (2024)

Os resultados apresentados na Figura 3 foram corroborados pelo ensaio de *Squeeze-flow*, pelo qual foi possível observar, conforme ilustra o Gráfico da Figura 39, que a argamassa com resíduo de caulim obteve uma deformação um pouco maior do que a argamassa de referência, cujo aspecto se mostrou menos plástico. Para uma força máxima de 1000 N, a composição de referência apresentou uma deformação média de 3,40 mm, enquanto para o mesmo valor de força aplicado, a argamassa AR-CA25% alcançou uma deformação média de 11,90 mm, ambas com carregamento de 3mm/s. O aspecto mais enrijecido da composição de referência pode ser explicado pela não utilização de aditivo superplastificante, que foi aplicado apenas na composição com resíduo de caulim.

Figura 39 – Resultados do *Squeeze-flow* na amostra AR-REF (a) e AR-CA25% (b)



Fonte: Os Autores, (2024)

Para os concretos, notou-se o mesmo fenômeno observado nas argamassas, e praticamente não houve alteração no Slump, devido ao uso do aditivo, o que proporcionou um material com boa trabalhabilidade até mesmo para a composição com 60% de inserção de resíduo de caulim.

5.3.2 Ensaios no estado endurecido

5.3.2.1 Densidade de massa endurecida

A Tabela 20 ilustra os resultados aferidos no ensaio de densidade de massa endurecida das duas composições de argamassa. Observa-se que ambas as amostras apresentaram um valor de densidade maior que 1800 kg/m³, sendo, portanto, enquadradas na classe DE4, segundo a NBR 13281-1 (ABNT, 2023).

Tabela 20 – Resultados do ensaio de densidade de massa endurecida

Corpos de prova	AR-CA25%	AR-REF
CP1	2075	2043
CP2	2137	2045
CP3	2120	2039
Média	2111	2043
Desvio padrão	26,23	2,59
Limite normativo - DE >1800 (kg/m³)	DE4	DE4

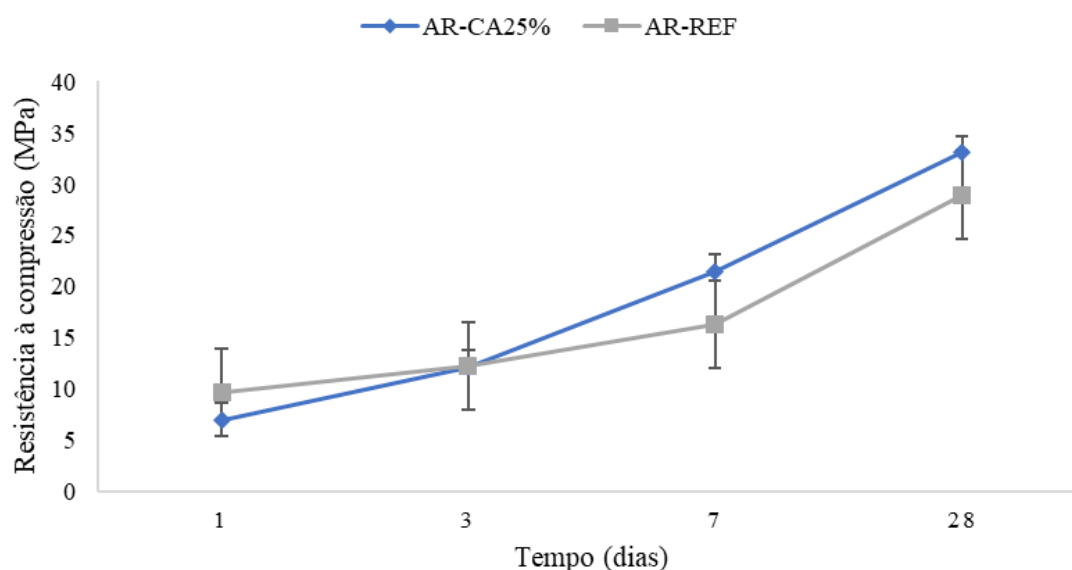
Fonte: Os Autores, (2024)

Os resultados são coerentes com o que foi verificado nos ensaios do estado fresco (teor de ar incorporado e índice de consciência), uma vez que a composição AR-CA25% obteve um valor de massa específica 3,22% maior que a argamassa de referência. Tal fato está relacionado ao maior índice de empacotamento das partículas, devido às características morfológicas dos grãos de resíduo de caulim, que geraram um efeito fíler, atuando como preenchedores dos espaços vazios e diminuindo a porosidade do material, conforme descrito por Lopes (2019).

5.3.2.2 Resistência à compressão

O Gráfico da Figura 40 ilustra a evolução da resistência à compressão, ao longo do tempo, para as argamassas analisadas nesta pesquisa. Observa-se que, na idade inicial (1º dia de cura), a composição AR-CA25% apresentava um valor inferior ao da argamassa de referência, equivalente a 27,44%. No entanto, a partir do 3º dia, os valores das duas amostras se equipararam e, a partir do 7º dia, a composição AR-CA25% ultrapassou a resistência obtida pela AR-REF. Essa inversão de cenário ocorreu devido à ação pozolânica do resíduo de caulim, cujos efeitos se mostraram mais efetivos que os da adição presente no cimento comercial CP-II-F-32. Aos 28 dias de cura, a composição AR-CA25% alcançou a resistência de 33 MPa, 12,42% maior que para a argamassa de referência.

Figura 40 – Evolução da resistência à compressão das argamassas ao longo do tempo



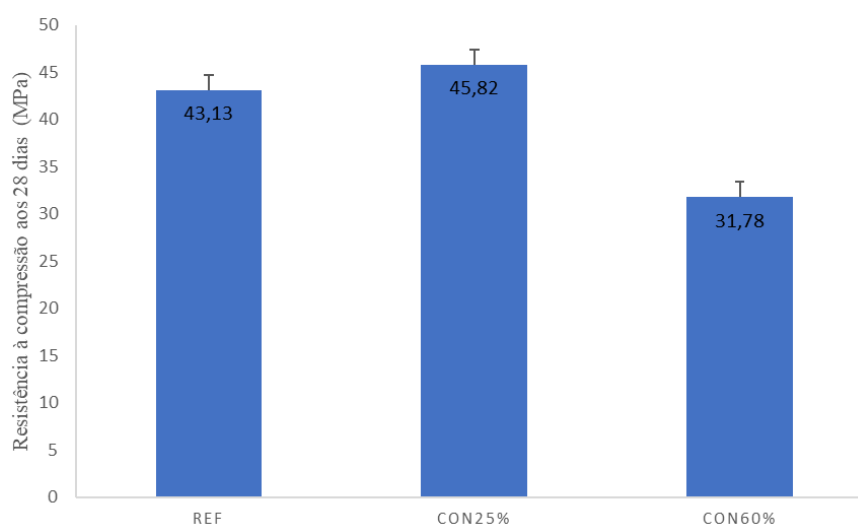
Fonte: Os Autores, (2024)

Os resultados registrados relacionam-se diretamente à maior densidade observada na argamassa com resíduo de caulim. A diminuição da porosidade do material contribuiu para a manutenção de um compósito com comportamento mais rígido. Este achado está de acordo com o que foi detectado no trabalho de Silva *et al.* (2021), pelo qual foi verificado que, a partir do 3º dia de cura, os compósitos produzidos com caulim apresentam picos de etringita, com posterior incremento da formação de portlandita. Após o 7º dia, ocorreu o aumento do pico de hemicarboaluminato, com redução da formação de monocarboaluminato. Os autores destacaram que este comportamento indica que os cimentos produzidos com adições de resíduo de caulim têm a mesma capacidade de formar produtos hidratados que fontes mais puras como o cimento. As argamassas por eles produzidas obtiveram comportamento semelhante ao que foi verificado na presente pesquisa, com compósitos que obtiveram um desempenho superior ao da argamassa de referência, chegando a 41,8 MPa, aos 28 dias de cura. Outros autores, como Arruda Jr *et al.* (2023), também obtiveram resultados similares, com argamassas modificadas que registraram uma resistência de 57 MPa aos 28 dias. Todavia, neste último caso, a principal dificuldade apontada pelos autores para o uso do resíduo de caulim em argamassas foi a baixa resistência apresentada nas primeiras idades de cura, haja vista que o melhor desempenho frente à argamassa de referência só veio a ocorrer a partir do 7º dia.

Para os concretos produzidos neste trabalho, notou-se um comportamento semelhante aos das argamassas, conforme pode ser observado no Gráfico da Figura 41, a

seguir. Todavia, para este caso, analisou-se a resistência apenas para a idade de 28 dias, já que é a partir desta data que a ação do resíduo de caulim se mostra mais evidente devido à ação pozolânica e efeito fíler gerados no compósito com o passar do tempo. Pela análise dos valores, verifica-se que a composição de cimento com até 25% de resíduo de caulim apresenta um valor de resistência superior ao do cimento CII-2-F, alcançando 45,82 MPa aos 28 dias de cura. Todavia, para a composição com 60% de inserção de resíduo, foi possível observar uma redução nesta propriedade em relação ao cimento de referência da ordem de 26%, fato este que já havia sido indicado no trabalho de Silva *et al.* (2024). Este decréscimo na resistência para composições com mais de 50% de resíduo de caulim se deve ao enrijecimento da mistura, provocado pelo aspecto argiloso do material que possui uma pega mais rápida, o que dificulta o processo de adensamento do concreto, mesmo com o uso de aditivo. Todavia, ainda assim, o cimento produzido com 60% de resíduo de caulim é suficiente para a confecção de um concreto estrutural com mais de 30 MPa aos 28 dias, atendendo aos parâmetros comerciais vigentes.

Figura 41 – Resistência à compressão dos concretos aos 28 dias de cura



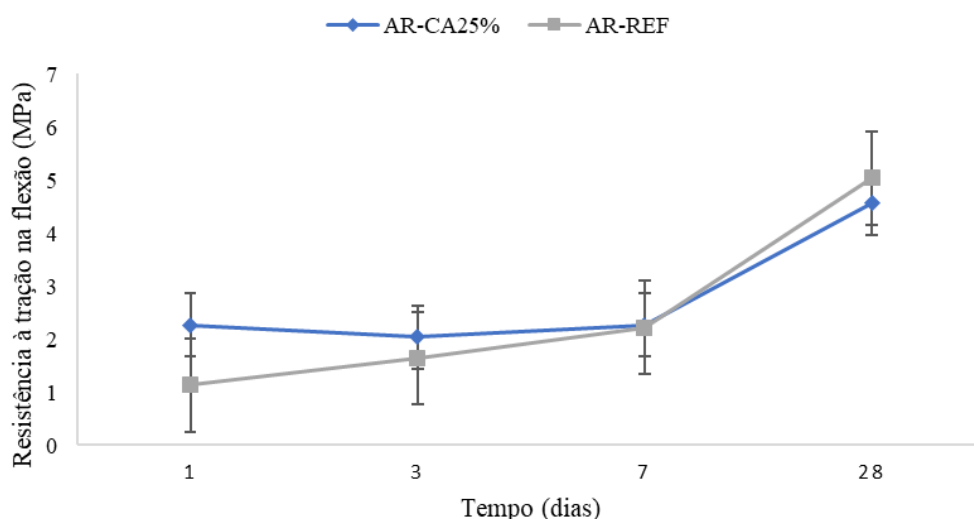
Fonte: Os Autores, (2024)

5.3.2.3 Resistência à tração na flexão

No Gráfico da Figura 42 é possível observar os resultados da evolução da resistência à tração na flexão das argamassas, ao longo dos dias. Verificou-se um comportamento inverso ao apresentado nos resultados do ensaio de resistência à compressão. Neste caso, a composição com resíduo de caulim obteve uma resistência inferior ao da AR-REF, até o 3º

dia de cura. A partir do 7º dia houve um aumento nos valores registrados pela AR-CA25%, que ultrapassou os resultados apresentados pela argamassa de referência. Aos 28 dias de cura, a composição AR-REF obteve uma resistência de 5,04 MPa, 9,33% maior que a argamassa com resíduo de caulim.

Figura 42 – Evolução da resistência à tração na flexão das argamassas ao longo do tempo



Fonte: Os Autores, (2024)

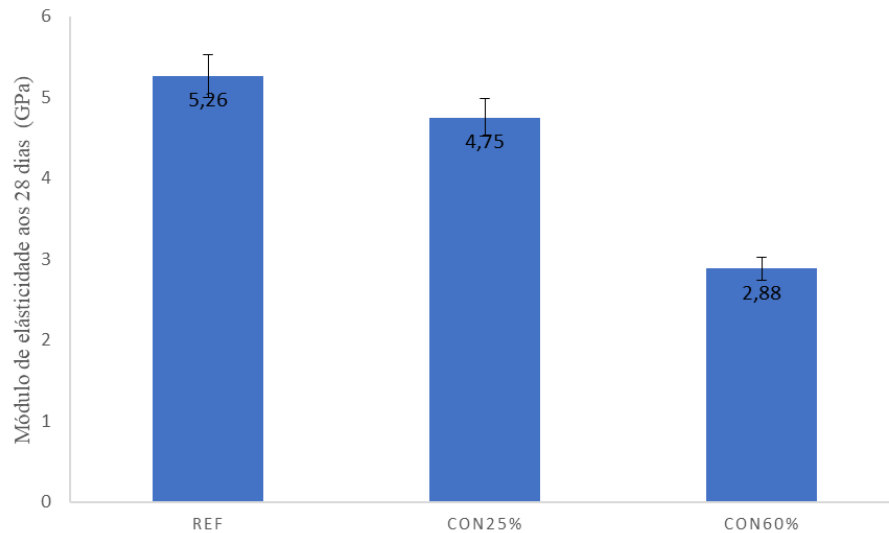
Segundo os parâmetros estabelecidos pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023), as duas argamassas produzidas nesta pesquisa se enquadram na classe R4, por terem resistência à tração na flexão, aos 28 dias, superior a 3 MPa. Tais resultados estão de acordo com o que foi registrado em trabalhos anteriores, como o de Azeredo (2012), que observou que a argamassa produzida com cal e resíduo de caulim apresentou uma diminuição na resistência à tração na flexão diretamente proporcional ao teor de resíduo incorporado, sendo que o melhor resultado obtido foi para a composição com incremento de 10% de caulim.

Como destacam Silva e Picanço (2023), existem poucos estudos que tem se preocupado em avaliar a resistência à tração na flexão das argamassas, sendo escassa a literatura que trata sobre o tema. Todavia, na revisão sistemática realizada por estes autores, foi verificado que, dependendo do tratamento empregado no resíduo de caulim e do percentual incorporado à mistura, as argamassas produzidas com este material podem apresentar resultados superiores aos da argamassa contendo apenas cimento Portland.

Semelhantemente ao que ocorreu nas argamassas, os concretos com cimento composto por resíduo de caulim avaliados nesta pesquisa também apresentaram, aos 28 dias de cura, um pequeno decréscimo na resistência à tração por compressão diametral, conforme

pode ser observado no Gráfico da Figura 43. Todavia, é importante destacar aqui que está redução foi mínima, principalmente para a composição de cimento com 25% de adição.

Figura 43 – Resistência à tração por compressão diametral dos concretos aos 28 dias

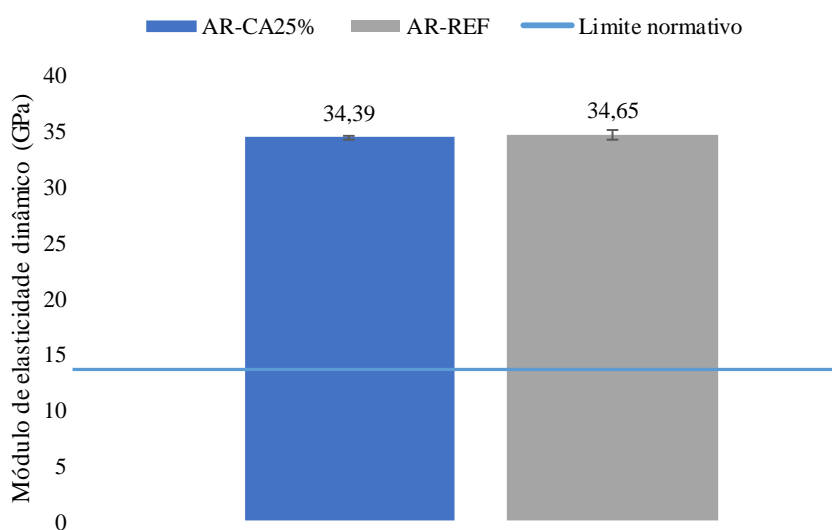


Fonte: Os Autores, (2024)

5.3.2.4 Módulo de elasticidade dinâmico e estático

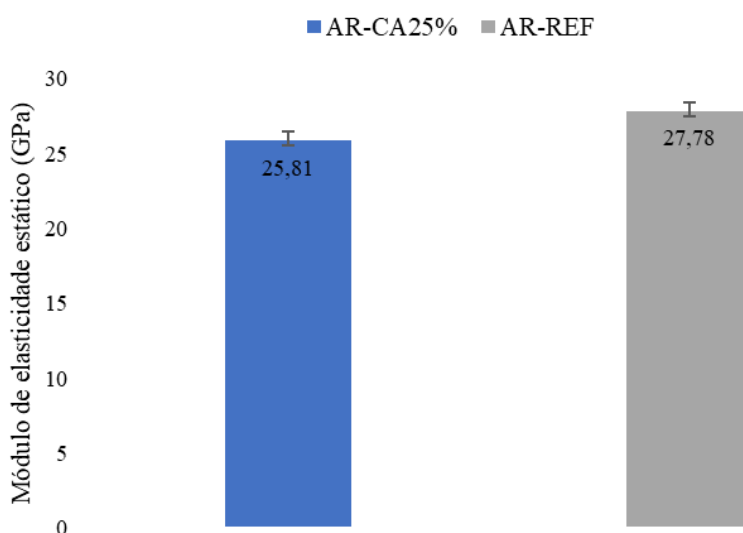
Os Gráficos das Figuras 44 e 45 ilustram os resultados obtidos nos ensaios de módulo de elasticidade dinâmico e módulo de elasticidade estático, respectivamente. Observa-se que nos dois casos foi diagnosticado um módulo superior para a amostra AR-REF, no primeiro ensaio a diferença verificada entre a argamassa de referência e a composição com resíduo de caulim é praticamente insignificante (0,75%), enquanto para o módulo de elasticidade estático observou-se uma diferença de 7,09%.

Figura 44 – Módulo de elasticidade dinâmico das argamassas aos 28 dias de cura



Fonte: Os Autores, (2024)

Figura 45 – Módulo de elasticidade estático das argamassas aos 28 dias de cura



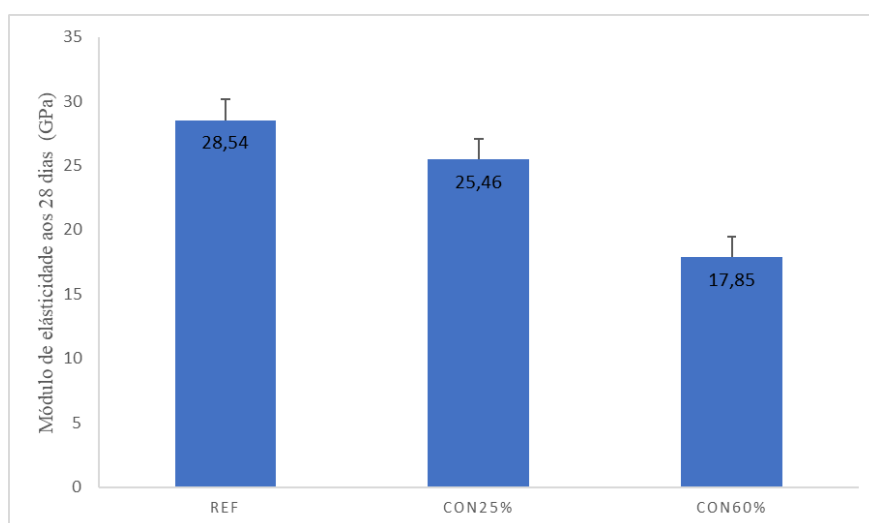
Fonte: Os Autores, (2024)

Os resultados aferidos demonstram que as duas argamassas estudadas apresentaram elevada rigidez, o que pode ocasionar problemas futuros, comprometendo a durabilidade do revestimento, devido à formação de fissuras. Segundo Marques *et al.* (2019), o estudo da deformabilidade de argamassas de revestimento é essencial para a minimização de uma das anomalias mais frequentes nas fachadas de edifícios: o aparecimento e a propagação de fissuras. Estas fissuras ocorrem devido a tensões internas na argamassa de revestimento, em consequência de deslocamentos impostos pela estrutura de suporte subjacente.

A NBR 13281-1 (ABNT, 2023) estabelece os valores máximos para o módulo de elasticidade dinâmico de argamassas utilizadas em revestimento. Os resultados aferidos pelas composições analisadas nesta pesquisa encontram-se acima do limite de 14 GPa estabelecido no referido documento normativo. Todavia, é importante destacar aqui que o módulo de elasticidade se relaciona diretamente à resistência mecânica dos compósitos, que por sua vez estão atrelados ao valor adotado para a relação água/cimento. Portanto, o resultado obtido se encontra dentro do esperado, tendo em vista o traço utilizado. Todavia, é importante destacar que o ponto a ser analisado é que, em comparação à argamassa de referência, para a mesma relação água/aglomerante, não houve diferença significativa no valor aferido, o que demonstra que o cimento com resíduo de caulim não se mostra como um fator negativo para a alteração desta propriedade.

Dito isso, é possível inferir que com o aumento da relação água/cimento, ou aumento da quantidade de cimento com resíduo de caulim (com fixação deste índice e maior inserção de aditivo), seria possível obter uma argamassa com maior capacidade de deformabilidade. Na literatura sobre o assunto, não foram encontrados trabalhos que avaliassem o comportamento das argamassas produzidas com resíduo de caulim por meio da aplicação do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico e/ou estático, existindo uma grande lacuna de conhecimento nesta área. Neste sentido, este trabalho buscou testar a hipótese descrita acima, a partir da avaliação do módulo de elasticidade de concretos produzidos com diferentes proporções de incorporação de resíduo de caulim. No Gráfico da Figura 46 é possível observar os resultados obtidos.

Figura 46 – Módulo de elasticidade estático dos concretos aos 28 dias de cura



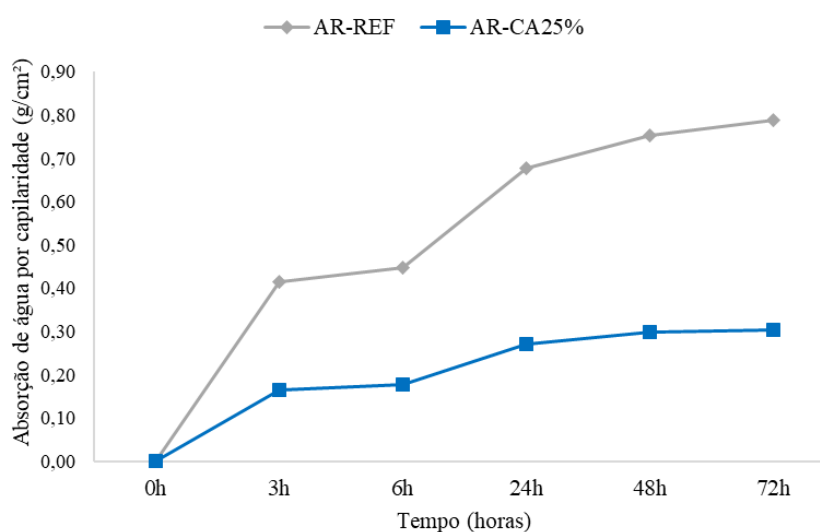
Fonte: Os Autores, (2024)

Pelos resultados demonstrados no gráfico acima, é possível constatar que o aumento da quantidade de cimento com resíduo de caulim, com fixação da relação água/cimento e aumento do uso de aditivo, permite que sejam criados compósitos com menor módulo de elasticidade, e isto é verificado na composição com 60% de resíduo de caulim. Desta forma, é possível afirmar que o aumento da deformabilidade do material está diretamente relacionado com a quantidade de resíduo incorporado e com o traço utilizado. No caso da composição com 25% de adições de resíduo de caulim, observa-se que praticamente não houve alteração de resultado, corroborando os resultados verificados nas argamassas, o que comprova que para um teor de até 25% de incorporação deste material não há alterações significativas no módulo de elasticidade dos concretos e argamassas.

5.3.2.5 Absorção de água por capilaridade

O Gráfico da Figura 47 ilustra os resultados do ensaio de absorção de água por capilaridade das argamassas. Nesta imagem, é possível observar a evolução, no decorrer do tempo, do índice de absorção das amostras. Ao final do processo, a argamassa AR-CA25% obteve um índice de 2,43 kg/m² enquanto a composição de referência registrou um valor de 6,16 kg/m². Segundo os critérios estabelecidos pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023), a argamassa com resíduo de caulim se enquadra na classe W6 por ter um índice de absorção menor que 2,5 kg/m², e a amostra AR-REF se encaixa na classe W3, com absorção menor que 7 kg/m².

Figura 47 – Absorção de água por capilaridade das argamassas



Fonte: Os Autores, (2024)

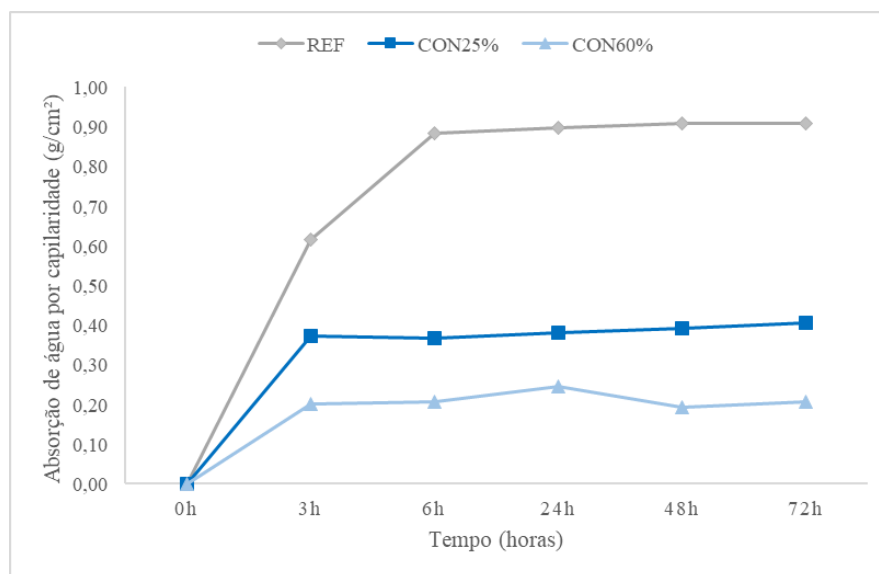
Os resultados estão em consonância com o que foi apresentado nos ensaios anteriores, tanto no estado fresco quanto no estado endurecido. A composição com resíduo de caulim obteve uma menor incorporação de ar, o que gerou uma densidade mais elevada e maior resistência mecânica. O menor número de vazios, decorrente do eficiente empacotamento das partículas do resíduo de caulim produziu uma argamassa com menor porosidade e, portanto, com menor permeabilidade quando comparada à argamassa de referência. Os efeitos desse menor índice de absorção vão ser mais bem explicados a partir dos resultados obtidos no ensaio de carbonatação acelerada, que será descrito mais adiante.

Ademais, ressalta-se que os resultados aferidos no ensaio de absorção por capilaridade diferem do que foi encontrado nos trabalhos de outros autores que produziram argamassa à base de cal, com resíduo de caulim. Azeredo (2012) comenta, em seu estudo, que o índice de absorção das argamassas crescia de maneira diretamente proporcional à quantidade de resíduo de caulim incorporada à mistura. Este autor explica que, por este subproduto apresentar uma granulometria muito fina, era necessária uma relação água/cimento mais elevada. Neste sentido, o maior volume de água aplicado à argamassa, quando evaporado, por meio do processo de cura do cimento, deixava vazios na amostra, cujos espaços eram então preenchidos durante o ensaio de absorção de água por capilaridade.

Os concretos analisados nesta pesquisa também apresentaram resultado similar aos das argamassas, demonstrando que o cimento com resíduo de caulim é capaz de provocar o refinamento dos poros do concreto, proporcionando uma menor permeabilidade. Este efeito é decorrente do efeito fíler, provocado pelo uso do resíduo que apresenta uma granulometria

mais fina que o cimento CII-F-32. No Gráfico da Figura 48, é possível observar os resultados aferidos neste ensaio para as três composições estudadas. Um fato interessante é que a composição com 60% de inserção de resíduo apresentou uma absorção bem semelhante à composição com 25%, mesmo tendo uma grande diferença no percentual de resíduo aplicado no cimento. Este fato é corroborado pelos resultados de resistência mecânica, pelos quais foi possível constatar que um cimento composto com 60% de resíduo de caulim em substituição ao cimento composto comercial é capaz de proporcionar um aglomerante que alcança a resistência à compressão indicada para uso em obras estruturais. Tais resultados demonstram que a propriedade pozolânica do resíduo de caulim tratado termicamente proporciona ao ligante a capacidade de reagir com o hidróxido de cálcio, gerado pela hidratação do cimento, para produzir hidratos semelhantes ao do cimento hidratado, responsável por desenvolver a resistência mecânica e contribuir para a qualidade do produto cimentício pelo adensamento da matriz aglutinante, selando os poros e reduzindo o ataque de agentes externos.

Figura 48 – Absorção de água por capilaridade dos concretos

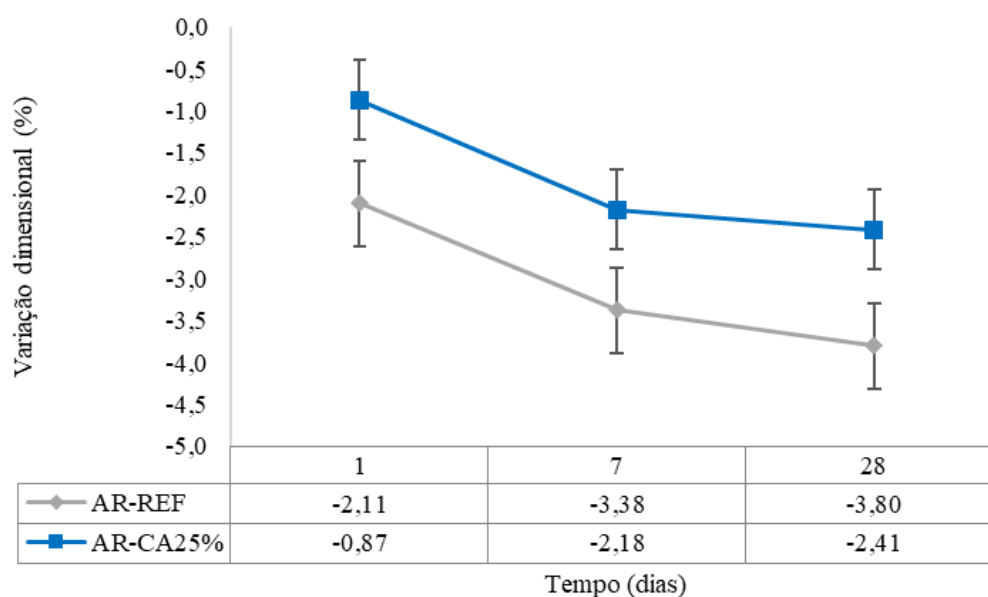


Fonte: Os Autores, (2024)

5.3.2.6 Determinação da variação dimensional

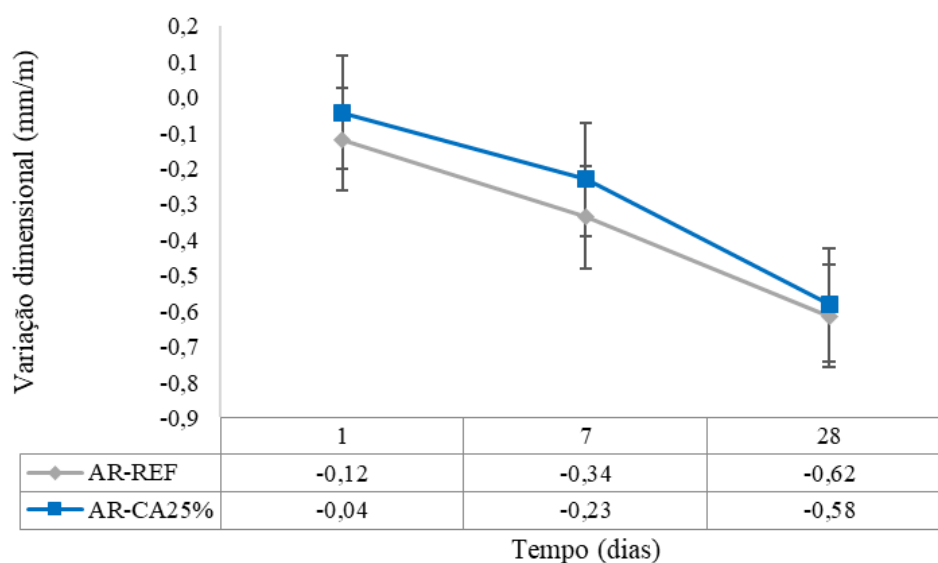
Os Gráficos das Figuras 49 e 50 apresentam os resultados da variação dimensional das argamassas em termos percentuais e em milímetros por metros, respectivamente.

Figura 49 – Variação dimensional das argamassas em %



Fonte: Os Autores, (2024)

Figura 50 – Variação dimensional das argamassas em mm/m



Fonte: Os Autores, (2024)

Ao analisar os resultados, verifica-se que as duas composições se enquadram na classificação VD4 da NBR 13281-1 (ABNT, 2023), por apresentarem uma retração dimensional menor que 70 mm/m. No entanto, observa-se que a argamassa com resíduo de caulim obteve uma menor variação dimensional em massa em relação a argamassa de referência da ordem de 36,58%. Segundo Ruivo (2021), este fenômeno se deve a perda de

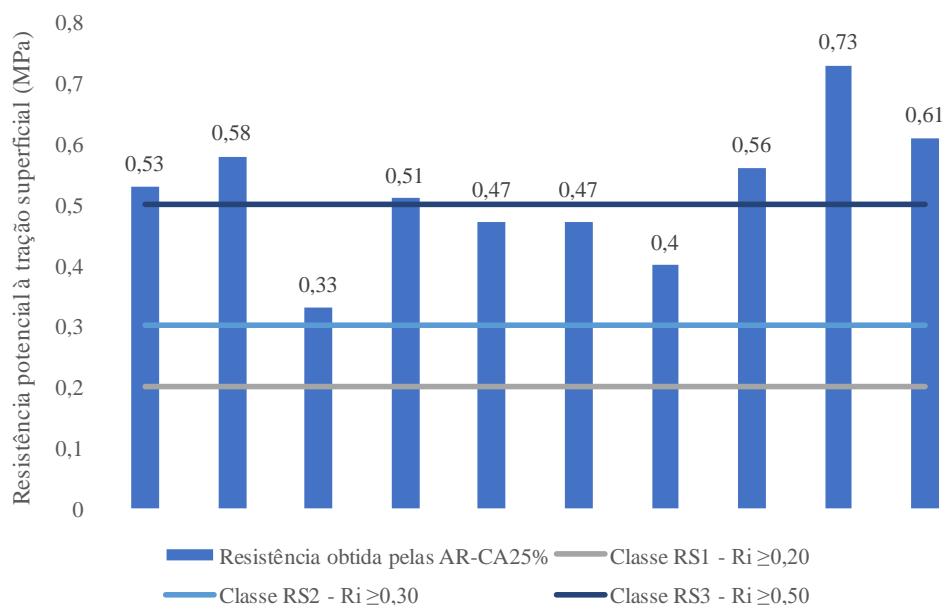
água por evaporação, tendo em vista que não há perda de material durante a realização deste tipo de ensaio.

Os resultados apresentados estão coerentes com a literatura que trata sobre o assunto, uma vez que os compostos cimentícios podem apresentar expansão durante a fase plástica, devido ao calor de hidratação que é liberado durante o processo químico de reação do cimento. Porém, posteriormente, estes compósitos estão sujeitos à contração por retração autógena, cujos efeitos podem influenciar na formação de fissuras no material. Por isso, este fenômeno deve ser evitado ao máximo. Ao avaliar os dados do presente estudo, verifica-se que os resultados estão dentro do que se espera para que um material não tenha sua durabilidade comprometida, haja vista que os valores de perda de massa e retração estão bem abaixo do que foi encontrado nos estudos de autores como Zanotti *et al.* (2017), que investigaram argamassas de reparo compostas por uma matriz geopolimérica à base de metacaulim, cuja solução ativadora foi composta por hidróxido de sódio e silicato de sódio.

5.3.2.7 Resistência potencial à tração

O Gráfico da Figura 51 ilustra os resultados obtidos para a resistência potencial à tração superficial da argamassa com resíduo de caulim. As linhas do gráfico representam os limites normativos estipulados pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023) para a classificação das argamassas. Tomando como base estes quesitos, observa-se que a composição AR-CA25% obteve um valor de resistência pelo qual este compósito pode ser enquadrado em qualquer um dos 3 tipos constantes na referida norma, estando mais próximo da classificação RS3, já que a média de resistência obtida ultrapassa os 0,50 MPa estipulados pela norma.

Figura 51 – Resistência potencial à tração superficial das argamassas



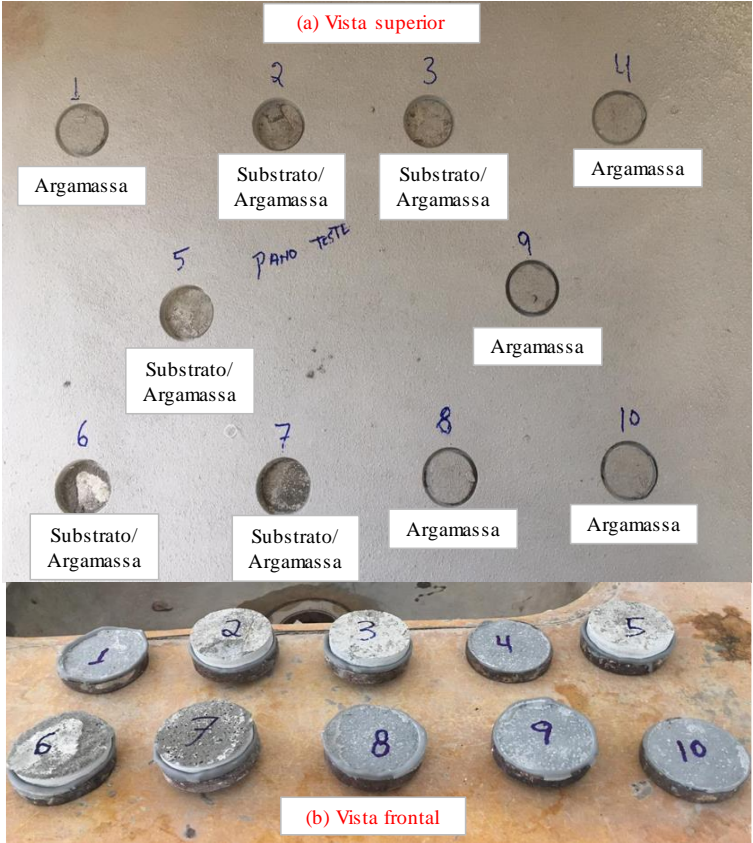
Fonte: Os Autores, (2024)

A Figura 52 ilustra o tipo de ruptura obtido pela argamassa em relação ao substrato. Observa-se que nos pontos 1, 4, 9, 8 e 10 a ruptura se deu na interface da argamassa, enquanto nos locais 2, 3, 5, 6 e 7 o rompimento ocorreu na interface substrato/argamassa. Em relação a este tópico, a NBR 15258 (ABNT, 2021) apresenta 6 possíveis tipos de ruptura, sendo que quando o rompimento se dá na interface argamassa/substrato, o valor de resistência de aderência à tração é igual ao valor obtido no ensaio. Nas demais formas de ruptura, a resistência de aderência é maior do que o valor obtido no ensaio. Nestes casos, o resultado obtido no ensaio deve ser apresentado, precedido pelo sinal maior que (>), conforme ilustrado na Tabela 21, a seguir, que também apresenta o tipo de aderência superficial encontrado nas argamassas. Neste sentido, verificou-se que a AR-CA25% possui aderência do tipo B, já que a ruptura se deu na superfície do revestimento, onde partes da argamassa foram arrancadas.

A forma de ruptura é um aspecto tão importante quanto o valor da resistência de aderência obtido. Segundo Carasek (2010), quando a ruptura é coesiva, ou seja, ocorre no interior da argamassa ou do substrato, os valores são menos preocupantes, a menos que sejam demasiadamente baixos. Todavia, quando a ruptura é adesiva, ou seja, ocorre nas interfaces, é indispensável que os valores de resistência sejam mais elevados, pois, neste caso, o potencial de ocorrência de manifestações patológicas futuras é maior. Neste sentido, constata-se que os resultados obtidos nesta pesquisa são satisfatórios, tendo em vista que,

apesar de a ruptura de 50% dos corpos de prova ter se dado na interface substrato/argamassa, os valores em MPa estão acima do que a norma estabelece.

Figura 52 – Formas de ruptura da argamassa – vista superior em (a) e vista frontal em (b)



Fonte: Os Autores (2024)

Tabela 21 – Tipos de aderência superfinal da argamassa

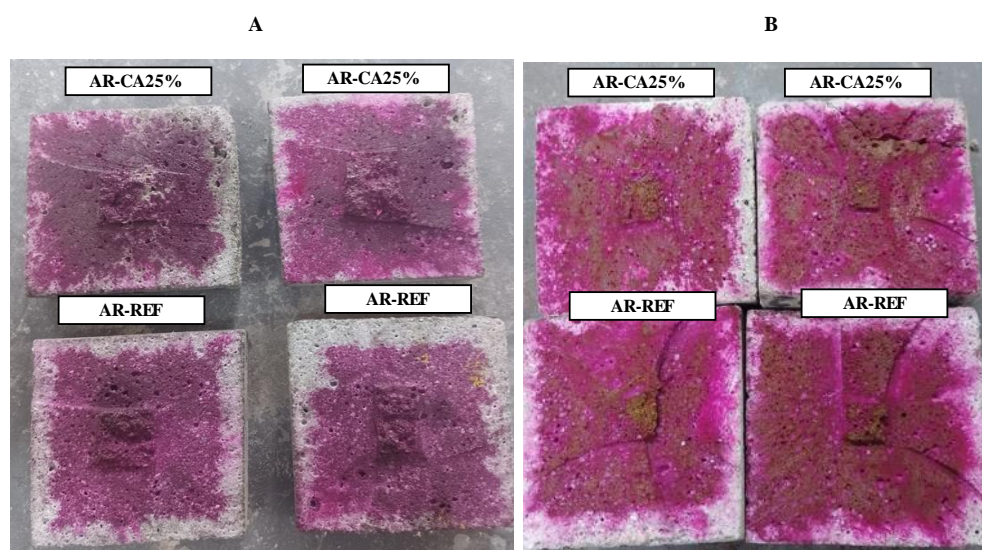
Nº da perfuração	Resistência potencial de aderência à tração ao substrato (MPa)	Tipo de aderência superficial segundo a classificação da NBR 15258 (ABNT, 2021)
1	> 0,53	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
2	0,58	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
3	0,33	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
4	> 0,51	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
5	0,47	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
6	0,47	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
7	0,40	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
8	> 0,56	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
9	> 0,73	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento
10	> 0,61	Tipo B – ruptura da superfície do revestimento

Fonte: Os Autores (2024)

5.4 CARBONATAÇÃO ACELERADA

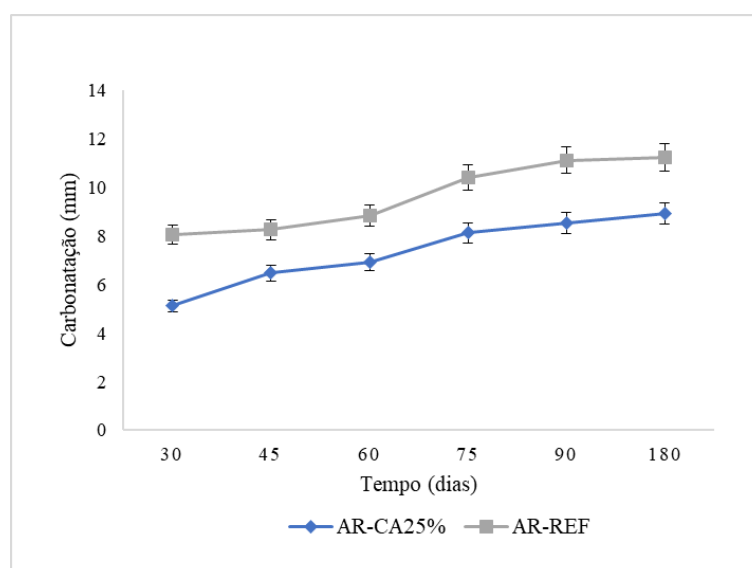
As Figuras 53a e 53b ilustram o comparativo visual do mecanismo de carbonatação verificado nas amostras, aos 30 e 120 dias de cura, respectivamente. O Gráfico da Figura 54 apresenta os resultados de carbonatação acelerada obtidos para a argamassa AR-REF e AR-CA25%, aos 30, 45, 60, 75, 90 e 120 dias de submissão ao processo.

Figura 53 – Carbonatação verificada nas argamassas aos 30 dias (a) e 120 dias (b)



Fonte: Os Autores (2024)

Figura 54 – Evolução do processo de carbonatação nas argamassas ao longo do tempo



Fonte: Os Autores (2024)

Por meio da análise dos resultados apresentados, observa-se que o fenômeno da carbonatação acelerada tomou proporções distintas nas argamassas analisadas. A amostra AR-CA25% assumiu menor profundidade de carbonatação ao final de cada uma das leituras, ao longo dos 120 dias de avaliação, em relação à argamassa AR-REF. Todavia, a diferença verificada foi muito pequena, indicando que para um percentual de até 25% de substituição de cimento por resíduo de caulim, não é verificada alteração significativa das propriedades das argamassas.

É válido destacar aqui que a carbonatação é um processo considerado benéfico para as propriedades mecânicas de compósitos comuns à base de cimento Portland. Este fenômeno é considerado prejudicial apenas para o concreto armado, devido à redução da alcalinidade da solução de poros para a cobertura de concreto, que é considerada uma degradação química em relação à estrutura de barras de aço do concreto armado. Neste sentido, autores como Arruda *et al.* (2023) verificaram que o uso do resíduo de caulim foi prejudicial, ao longo do tempo, para a durabilidade das estruturas de concreto fabricadas com este material.

Todavia, para o caso das argamassas, é interessante uma maior profundidade de carbonatação, principalmente nas primeiras idades, já que quando o gás carbônico (CO_2) penetra no interior dos poros, o contato com a água produz gás carbônico (H_2CO_3), e este composto ao reagir, com o hidróxido de cálcio, produz carbonato de cálcio (CaCO_3), responsável por diminuir a porosidade e aumentar a resistência mecânica nas primeiras idades dos materiais cimentícios (ARRUDA Jr e BARATA, 2022).

Os resultados aferidos nesta pesquisa se mostram satisfatórios, tendo em vista que praticamente não houve variabilidade dos valores encontrados para ambas as amostras analisadas.

5.5. MICROESTRUTURA

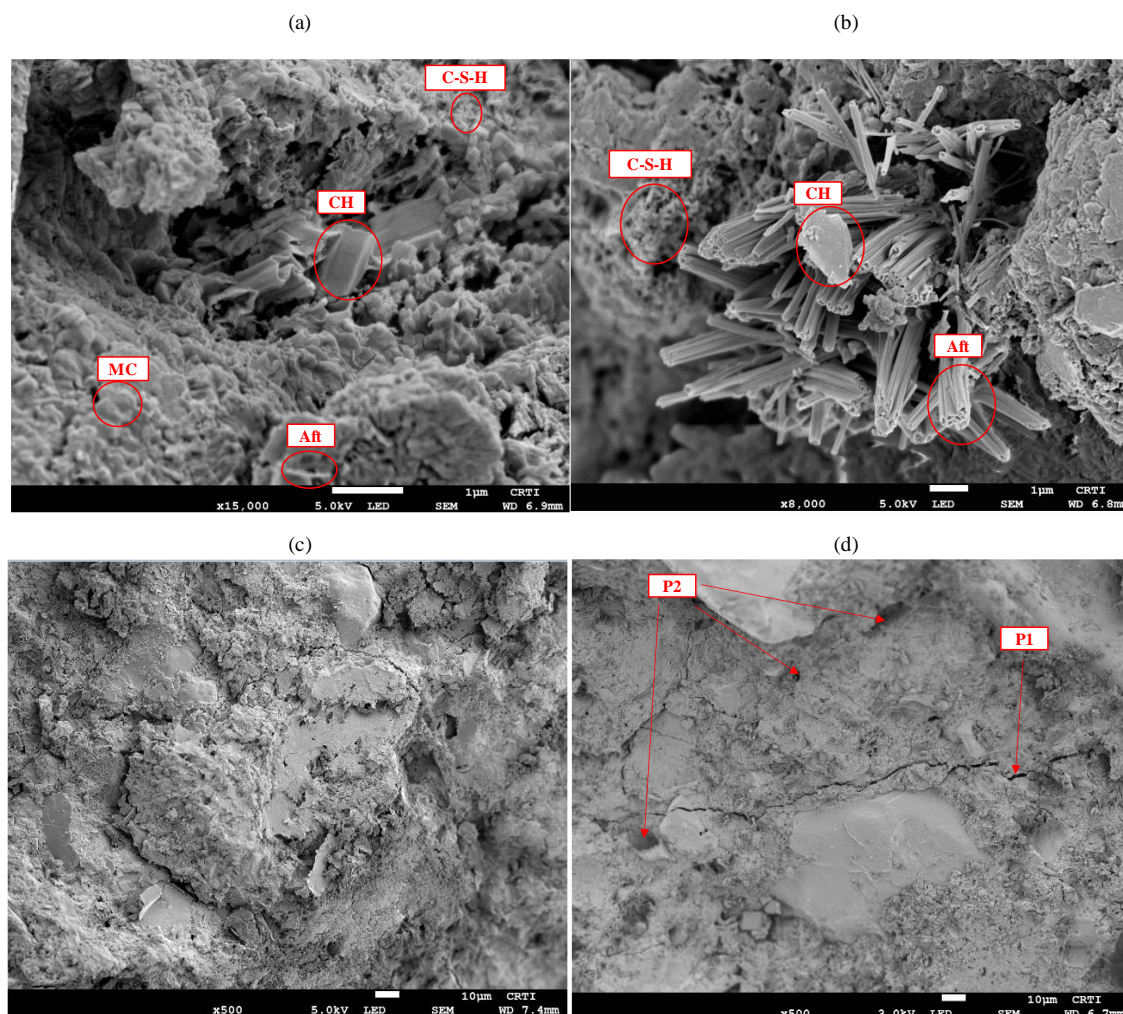
5.5.1 Microestrutura eletrônica de varredura - MEV

Nas Figuras 55a e 55b, são apresentadas as morfologias dos produtos de hidratação da argamassa AR-CA25% e AR-REF, respectivamente, na idade de 90 dias. É possível constatar nas imagens de MEV, semelhantemente ao que foi detectado por Arruda Jr e Barata (2022), nos dois tipos de composição de argamassa, a presença de silicato hidratado de cálcio (C-S-H do tipo I), caracterizado como um material fibroso, formado a partir da superfície

dos grãos de cimento, hidróxido de cálcio (CH) e, etringita (AFT), cristal proveniente do processo de hidratação do cimento. A principal diferença detectada entre ambas as composições foi a presença da metacaulinita (MC), observada na amostra AR-CA25%, uma espécie de sílica amorfa, obtida a partir da calcinação do resíduo de caulim, cujo mecanismo de ação é responsável por gerar a reação pozolânica que propicia o aumento da resistência mecânica do material, conforme observado nos resultados destacados anteriormente nesta pesquisa.

Nas imagens descritas, também é possível observar a microestrutura da composição AR-CA25% (c) e AR-REF (d), respectivamente. Verifica-se na imagem da argamassa de referência a presença de microporos (P2) e formação de pequenas fissuras (P1). A presença dessas estruturas corrobora os resultados verificados nos ensaios de resistência mecânica e carbonatação acelerada das argamassas. Acredita-se que a utilização, em conjunto, do resíduo de caulim, tanto em sua forma calcinada, como na forma *in natura* (apenas moído), tenha proporcionado tanto uma ação pozolânica quanto um efeito filer, respectivamente, contribuindo para a otimização das propriedades mecânicas das argamassas produzidas, conforme destacado no trabalho de Silva *et al* (2023).

Figura 55 – Microestrutura da composição AR-CA25% em (a;c) e composição AR-REF em (b;d)



Fonte: Os Autores (2024)

5.6 CONCLUSÕES

A presente pesquisa alcançou o objetivo inicial a que se propôs, conseguindo demonstrar que a argamassa produzida com cimento composto por 25% de resíduo de caulim possui viabilidade técnica para aplicação como revestimento de paredes e tetos, atendendo aos requisitos estipulados pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023). Além disso, também foi constatada a possibilidade de aplicação do cimento composto por até 60% de resíduo de caulim para fabricação de concreto, atendendo às especificações normativas brasileiras necessárias para aplicação em obras estruturais.

A utilização do resíduo de caulim como adição mineral aplicada ao cimento Portland, para a produção de compósitos cimentícios, apresenta-se como uma alternativa promissora para atender à necessidade da indústria cimenteira em diminuir os impactos causados pela

emissão de dióxido de carbono lançado na atmosfera, decorrente do processo de produção do cimento. Além disso, a presente pesquisa indicou uma possibilidade para o reaproveitamento do resíduo gerado pelas indústrias de beneficiamento de caulim da região amazônica, contribuindo assim para a economia circular deste material. As principais constatações obtidas neste trabalho estão descritas a seguir:

- I. O resíduo de caulim se mostrou tecnicamente viável para a utilização como composição pozolânica, quando calcinado a 600 °C, apresentando um material com alta concentração de caulinita, além do bom desempenho como material carbonático, na forma *in natura* (passando apenas pelo processo de moagem), devido ao efeito filer, decorrente da elevada área específica de suas partículas;
- II. Em paralelo, verificou-se que a utilização do cimento com 25% de caulim (15% calcinado e 10% na sua forma *in natura*), proporcionou melhorias na maioria das propriedades da argamassa avaliada nesta pesquisa como: maior resistência à compressão, menor índice de vazios e menor de absorção de água por capilaridade. De fato, a argamassa produzida atendeu aos requisitos estipulados pela normativa brasileira para a utilização como revestimento de paredes e tetos.
- III. Ao realizar o cruzamento dos resultados do ensaio de módulo de elasticidade dinâmico e variação dimensional para saber em qual tipo a argamassa se encaixaria, segundo a classificação da NBR 13281-1 (ABNT, 2023), observou-se que a argamassa com resíduo de caulim poderia se enquadrar na classe ARV-I - argamassa inorgânica indicada para o revestimento interno de qualquer edificação e externo de edificações com altura total de até 10 m do nível médio da rua da fachada principal - desde que feitas as devidas adequações para redução do módulo de elasticidade dinâmico até um valor igual ou inferior a 14 GPa.
- IV. A utilização de até 60% de resíduo de caulim (50% calcinado e 10% na sua forma *in natura*) se mostrou tecnicamente viável para a produção de um cimento composto por pozolana e filer, capaz de proporcionar a criação de concreto estrutural que atende aos requisitos mínimos necessários para ser utilizado em obras estruturais.
- V. O cimento composto por adições minerais de resíduo de caulim do tipo filer e pozolana trata-se de uma inovação no campo da indústria cimenteira e construção civil, haja vista que, até o presente momento, não existem cimentos com este tipo de composição comercializados no Brasil ou no exterior. Ademais, foi demonstrado que

é possível utilizar uma elevada quantidade de resíduo em substituição ao clínquer, para um percentual de até 60%.

De forma geral, os resultados obtidos nesta pesquisa foram satisfatórios, uma vez que se indicou a possibilidade de reaproveitamento do resíduo de caulim para a produção de um novo cimento composto, indicado para a utilização em diferentes compósitos cimentícios, o que pode gerar benefícios não só ambientais, mas também econômicos, tanto para a indústria cimenteira quanto para a empresa geradora do resíduo. Neste sentido, sugere-se o desenvolvimento de novos estudos que visem avaliar a viabilidade logística e econômica da produção de argamassas e concretos produzidos com este novo tipo de cimento.

5.7. REFERÊNCIAS

ARRUDA, E. S.; BARATA, M. S. **Cimento de baixo impacto ambiental a partir dos resíduos cauliniticos da Amazônia**. Revista Matéria, v.27, n.1, 2022.

ARRUDA, E. S.; BRAGA, N. T. S.; BARATA, M. S. *Life cycle assessment to produce LC3 cements with kaolinitic waste from the Amazon region, Brazil. Case Studies in Construction Materials*. Disponível em: www.elsevier.com/locate/cscm. Acessado em: 07/08/2023.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT, NBR 13281-1: Argamassas inorgânicas — Requisitos e métodos de ensaios Parte 1: Argamassas para revestimento de paredes e tetos. Rio de Janeiro, 2023.

_____. ABNT, NBR 15630: Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos - Determinação do módulo de elasticidade dinâmico através da propagação de onda ultrassônica. Rio de Janeiro, 2008.

_____. ABNT, NBR 15258: Argamassa para revestimento de paredes e tetos - Determinação da resistência potencial de aderência à tração. Rio de Janeiro, 2021.

AZERÊDO, A. F. N. **Estudo do resíduo de caulim em argamassas a base de cal quanto as suas propriedades frescas, endurecidas e microestruturais**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Pernambuco, Recife/PE, 2012.

BARATA, M. S; ANGÉLICA, R. S. **Atividade pozolânica dos resíduos cauliniticos das indústrias de mineração de caulim da Amazônia**. Cerâmica, v.58, nº2, pp.36-42, jun, 2012.

BEZERRA, L. K. A. *et al*, (2023). *Determination of modulus of elasticity and Poisson's ratio of cementitious materials using S-wave measurements to get consistent results between static, ultrasonic and resonant testing*. Disponível em SSRN: <<https://ssrn.com/abstract=4464569> ou <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.4464569>>. Acessado em: 20/09/2023.

CARASEK, H.; Argamassas. In: ISAIA, G. C. (Org.). *Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais*. 2ª ed. São Paulo – SP, v 2, 2010.

DHANDAPANI, Y., SANTHANAM, M., *Assessment of pore structure evolution in the limestone calcined clay cementitious system and its implications for performance, Cement and Concrete Composites*, v. 84, pp. 36–47, 2017. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2017.08.012>>. Acessado em: 25/07/2023.

FUKUI, E. **Influência do tempo de utilização de argamassas de revestimento industrializadas nos estados fresco e endurecido com ênfase no comportamento reológico**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Paraná. Curitiba/PA, 2017.

ISO 1920-12:2015. *International organization for standardization. Testing of concrete - Part 12: Determination of the carbonation resistance of concrete - Accelerated carbonation method*.

LOPES, H. M. T. **Aplicação do conceito de empacotamento de partículas na otimização de dosagem de concretos de cimento Portland**. Dissertação de Mestrado – Universidade de São Paulo. São Carlos/ SP, 2019.

MACHADO. V. C. **Resíduo de bauxita na produção de agregados graúdos sintéticos para concreto estrutural: análise de durabilidade**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Pará, Belém/PA, 2022.

MARAGHECHI H., AVET, F., WONG, H., *et al.*, *Performance of Limestone Calcined Clay Cement (LC3) with various kaolinite contents with respect to chloride transport, Materials and Structures*, v. 51, n. 5, 125, pp. 1–17, 2018. Disponível em: <<https://doi.org/10.1617/s11527-018-1255-3>>. Acessado em: 16/10/2023.

MARQUES, A. I. *et al.* **Módulo de elasticidade dinâmico de argamassas**. Revista CONSTRUINDO, Belo Horizonte. Volume 11, Ed. Especial: Congresso Test & e Portugal, p. 63 – 78, 2019.

RIBEIRO, V. D. *et al.*, **Guia para determinação do perfil de concentração e profundidade de penetração de cloretos**. CT IBRACON / ALCONPAT 702: Procedimentos para ensaios de avaliação da durabilidade das estruturas de concreto, 1ª edição. São Paulo-SP, 2021.

RUIVO, C. C. G. P. **Desenvolvimento de argamassa para reparo de estruturas na construção civil utilizando óxido de grafeno como aditivo**. *Brazilian Journal of Development*, Curitiba, v.7, n.1, p. 8082-8100 jan. 2021.

SILVA, A. *et al.*, (2021). *Valorization of kaolin mining waste from the Amazon region (Brazil) for the low-carbon cement production. Case Studies in Construction Materials*. Disponível em: www.elsevier.com/locate/cscm. Acessado em: 07/08/2023.

SILVA, L.; PICANÇO, M. S. (2023). **Análise investigativa sobre o uso de resíduo de caulim para a produção de compósitos cimentícios**. *Revista Caribeña De Ciencias Sociales*, 12 (3), 1397–1426. Disponível em: <<https://doi.org/10.55905/rcssv12n3-023>>. Acessado em: 12/09/2023.

ZANOTTI, C. *et al.* *Bond strength between concrete substrate and metakaolin geopolymer repair mortar: Effect of curing regime and PVA fiber reinforcement.* *Cement and Concrete Composites*, v. 80, p. 307–316, 2017.

CAPÍTULO 6

6 CONCLUSÕES GERAIS

O presente trabalho alcançou o objetivo geral a que se propôs, uma vez que conseguiu realizar uma análise sobre a viabilidade técnica do uso de resíduo de caulim como substituto parcial do cimento Portland comum para a produção de argamassa de revestimento e de concretos de uso estrutural.

Constatou-se que o resíduo de caulim pode ser utilizado como adição mineral sob duas formas, possuindo características de uma adição do tipo fíler após passar por um processo de pré-beneficiamento (moagem, ao passo que, quando calcinado a 600°C, com posterior moagem, obtém propriedades condizentes com os requisitos estipulados pela NBR 12653 (ABNT, 2014) para ser considerado como adição pozolânica.

Verificou-se que a utilização de 25% de caulim (15% calcinado e moído e, 10% apenas moído), proporcionou melhorias na maioria das propriedades da argamassa avaliada nesta pesquisa tais como: maior resistência à compressão, menor índice de vazios e menor de absorção de água por capilaridade. A argamassa produzida atendeu aos requisitos estipulados pela NBR 13281-1 (ABNT, 2023) para a utilização como revestimento de paredes e tetos, necessitando, no entanto, adequações para redução do módulo de elasticidade dinâmico até um valor igual ou inferior a 14 GPa. Do mesmo modo, a utilização de até 60% de resíduo de caulim (50% calcinado e 10% na sua forma *in natura*) se mostrou tecnicamente viável para a produção de um cimento composto por pozolana e fíler, para a produção de concreto estrutural que atende aos requisitos mínimos necessários para ser utilizado em obras estruturais.

A utilização deste resíduo, para a produção de um cimento composto, pode gerar enormes benefícios ambientais, reduzindo impactos decorrentes da produção do clínquer, bem como, sendo alternativa viável para a logística reversa deste subproduto, uma vez que as empresas geradoras ainda não possuem forma de reaproveitamento para este material.