

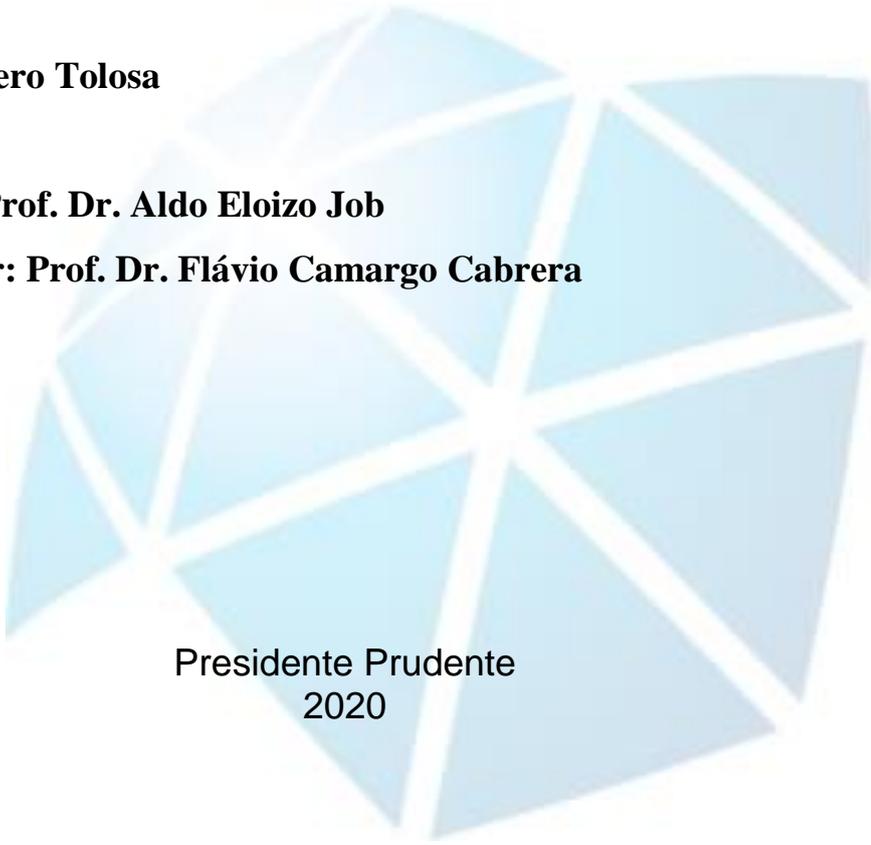
Universidade Estadual Paulista – UNESP  
“Júlio de Mesquita Filho”  
Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente  
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais – POSMAT

“REAPROVEITAMENTO DO RESÍDUO *LAMA DE CAL*  
PROVENIENTE DA INDÚSTRIA DE CELULOSE APLICADO COMO  
CARGA EM EMPLASTO DE GESSO”

**Gabrieli Roefero Tolosa**

**Orientador: Prof. Dr. Aldo Eloizo Job**

**Co-orientador: Prof. Dr. Flávio Camargo Cabrera**



Presidente Prudente  
2020

Gabrieli Roefero Tolosa

**“REAPROVEITAMENTO DO RESÍDUO *LAMA DE CAL*  
PROVENIENTE DA INDÚSTRIA DE CELULOSE APLICADO  
COMO CARGA EM EMPLASTO DE GESSO”**

**Dissertação apresentada como requisito à  
obtenção do título de Mestre à Universidade  
Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” -  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Tecnologia de Materiais, sob a orientação do  
Prof. Dr. Aldo Eloizo Job e co-orientação do Prof.  
Dr. Flávio Camargo Cabrera.**

Presidente Prudente  
2020

T653r	<p>Tolosa, Gabrieli Roefero</p> <p>Reaproveitamento do resíduo Lama de cal proveniente da indústria de celulose aplicado como carga em emplasto de gesso. / Gabrieli Roefero Tolosa. -- Presidente Prudente, 2020</p> <p>53 p. : tabs., fotos</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências e Tecnologia, Presidente Prudente</p> <p>Orientadora: Aldo Eloizo Job</p> <p>Coorientadora: Flávio Camargo Cabrera</p> <p>1. Materiais. 2. Resíduos. 3. Gesso. 4. Construção. I. Título.</p>
-------	--

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca da Faculdade de Ciências e Tecnologia, Presidente Prudente. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA

Câmpus de Bauru



**ATA DA DEFESA PÚBLICA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE GABRIELI ROEFERO TOLOSA, DISCENTE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS, DA FACULDADE DE CIÊNCIAS - CÂMPUS DE BAURU.**

Aos 27 dias do mês de julho do ano de 2020, às 14:00 horas, no(a) por videoconferência, reuniu-se a Comissão Examinadora da Defesa Pública, composta pelos seguintes membros: Prof. Dr. ALDO ELOIZO JOB do(a) Departamento de Física / Faculdade de Ciências e Tecnologia - UNESP - Presidente Prudente, Prof. Dr. ELTON APARECIDO PRADO DOS REIS do(a) Toledo / Toledo Centro Universitário, Prof.ª Dr.ª ANA MARIA PIRES do(a) Departamento de Química e Bioquímica / Faculdade de Ciências e Tecnologia - UNESP - Presidente Prudente, sob a presidência do primeiro, a fim de proceder a arguição pública da DISSERTAÇÃO DE MESTRADO de GABRIELI ROEFERO TOLOSA, intitulada **“Reaproveitamento do resíduo Lama de cal proveniente da indústria de celulose aplicado como carga em emplasto de gesso”** . Após a exposição, a discente foi arguida oralmente pelos membros da Comissão Examinadora, tendo recebido o conceito final: APROVADA \_\_\_\_\_. Nada mais havendo, foi lavrada a presente ata, que após lida e aprovada, foi assinada pelos membros da Comissão Examinadora.

Prof. Dr. ALDO ELOIZO JOB

Prof. Dr. ELTON APARECIDO PRADO DOS REIS

Prof.ª Dr.ª ANA MARIA PIRES

*Dedico este trabalho a minha família por estar presente em todos os momentos, compreendendo e me incentivando.*

### Agradecimentos

*À Deus por ter me dado saúde e força para superar as dificuldades.*

*Aos meus pais, Sérgio e Cristiane e aos meus avós, Ivanilde e Abílio pelo amor e grande apoio e incentivo nesta jornada.*

*Ao meu orientador Prof. Dr. Aldo Eloizo Job, por me abrir as portas e possibilitar o aprendizado inicialmente como aluno especial, acreditando no meu potencial.*

*Ao Prof. Dr. Flávio Camargo Cabrera, pela co-orientação, pela confiança, pela amizade, pelo suporte em todos os momentos, por sempre tirar o melhor de mim mesmo quando eu não acreditei que era possível.*

*Aos professores do programa POSMAT.*

*Aos professores da banca por terem aceitado o convite.*

*Aos professores Elton e Amaro por abrir as portas dos laboratórios para realização de alguns ensaios.*

*Aos amigos do grupo LTBA do Departamento de Física do campus de Presidente Prudente da UNESP, em especial Saulo Vinicius, Williene Bezerra, Laura Neves, Giovani Bacarin, Dalita Cavalcanti, Guilherme Dognani, Andressa Gomes e Gabriel Deltrejo, pela ajuda, ensinamentos e pela grande amizade que foi construída.*

## Resumo

Nos últimos anos, com o aumento no índice populacional, torna-se cada vez maior a quantidade de resíduos gerada, tanto urbano como industrial. Desta forma, a produção sustentável e a reserva de recursos naturais tornaram-se questões globais e várias indústrias integram essas questões à sua política de desenvolvimento tecnológico, especialmente para a reutilização de resíduos e criação de novos materiais sustentáveis. Nessa dissertação, demonstra-se a incorporação do resíduo Lama de Cal, proveniente da produção de celulose através do processo Kraft, na composição de um emplastro de gesso. Esta aplicação visa o reaproveitamento do resíduo, reduzindo os impactos ambientais causados não só pela inadequação na forma de descarte, mas também pela extração do gesso. Para tanto, a Lama de Cal, passou por um processo de secagem, sendo aplicada, posteriormente, em formulações de gesso/Lama de cal com 95/5 (LC<sub>5</sub>), 85/15 (LC<sub>15</sub>) e 75/25 (LC<sub>25</sub>). Foram realizados ensaios de caracterização como granulometria, composição química, pH e densidade do resíduo, tempo de endurecimento do emplastro e também suas propriedades físicas e mecânicas foram ensaiadas de acordo com requisitos das normas ASTM 472-99, ASMT C28, UNE-EN 13279, NBR 12129 e NBR 13207. A resistência a flexão do Gesso aos 21 dias alcançou 5,7 MPa comparando com os 5,4 MPa do LC<sub>5</sub>, houve uma redução de apenas 5%, mas ainda se mantendo nos valor mínimo especificado de 2,0 MPa. A resistência a compressão axial para o LC<sub>15</sub> foi de 10,15 MPa , já para o Gesso foi de 12,15 MPa, uma diferença de 16,5 %, porém bem acima do valor mínimo especificado de 6,0 MPa. Os resultados comprovam a viabilidade da substituição parcial do gesso pelo resíduo na produção do emplastro, como forma alternativa de reuso do resíduo, reduzindo o uso de gesso como matéria prima.

**Palavras Chave:** *Gesso, Lama de Cal, Resíduo, Enchimento, Emplastro.*

## Abstract

In recent years, with the increase in the population index, the amount of waste generated of both urban and industrial, is increasing. In this way, sustainable production and reserve of natural resources have become global issues and various industries integrate these issues into their technology development policy, especially for the reuse of waste and the creation of new sustainable materials.

This dissertation demonstrates the incorporation of the Lime Mud residue, from the production of cellulose through the Kraft process, in the composition of a gypsum plaster. This application aims to reuse the waste, reducing the environmental impacts caused not only by inadequate disposal, but also by the extraction of gypsum. To this end, the Lime Mud underwent a drying process and was subsequently applied in formulations gypsum / Lime Mud with 95/5 (LC<sub>5</sub>), 85/15 (LC<sub>15</sub>) and 75/25 (LC<sub>25</sub>). Characterization tests were carried out such as granulometry, chemical composition, pH and density of the residue, setting time and also its physical and mechanical properties were tested according to the requirements of ASTM 472-99, ASMT C28, UNE-EN 13279, NBR 12129 and NBR 13207 standards. The flexure for Gypsum at 21 days reached 5.7 MPa compared to LC<sub>5</sub> 5.4 MPa, there was a reduction of only 5%, but remaining at the specified minimum value of 2.0 MPa. The axial compressive strength for LC<sub>15</sub> was 10.15 MPa, while for Gypsum plaster was 12.15 MPa, a difference of 16.5%, but well above the specified minimum value of 6.0 MPa. The results prove the viability of the partial replacement of the plaster by the residue in the production of the plaster, as an alternative form of waste reuse, reducing the use of plaster as raw material.

**Keywords:** *Plaster, Lime Mud, Residue, Filling, Plaster.*

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM - American Society for Testing and Materials

D - Dureza

F - Força

Ff - Carga

g - Gramas

Kg - Quilogramas

m - Massa

m<sup>3</sup> - Metros cúbicos

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

mm - milímetros

mm<sup>3</sup> - Milímetros cúbicos

MPa - Unidade de tensão

N - Newton

NBR - Norma Técnica Brasileira;

°C - Graus Celsius

φ - Diâmetro da esfera

PSI - Libra força por polegada quadrada

s - Segundos

t - Média da profundidade

UNE - Norma Espanhola

ρ - Densidade

v - Volume

## LISTA DE FIGURAS

<i>Figura 1- Ciclos do Processo Kraft de produção de celulose.....</i>	<i>18</i>
<i>Figura 2:Resíduo Lama de Cal como coletado na indústria.....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 3: Gesso hemi-hidratado comercial. ....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 4 (a): Forma cubica tripla de 50x50x50mm<sup>3</sup>. ....</i>	<i>26</i>
<i>Figura 4 (b): Corpos de prova cubico utilizado para ensaio.....</i>	<i>14</i>
<i>Figura 5 (a): Forma prismática tripla de 40x40x160mm<sup>3</sup>.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 5(b): Corpos de prova prismáticos utilizado para ensaio.....</i>	<i>15</i>
<i>Figura 6 (a): Forma quadrada de 190x190x20mm<sup>3</sup>.....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 6 (b): Corpos de prova quadrados utilizados para o ensaio.....</i>	<i>16</i>
<i>Figura 7: Aparelho Vicat na realização do ensaio de tempo de pega. ....</i>	<i>30</i>
<i>Figura 8: Realização do ensaio de compressão.....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 9: Realização do ensaio de flexão. ....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 10: Realização do ensaio de compressão axial.....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 11: Realização do ensaio de dureza superficial.....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 12: Aparato para Ensaio Térmico. Adaptado da ASTM C518/17 e da ASTM 1363/19. ....</i>	<i>33</i>
<i>Figura 13: Imagens de microscopia eletrônica de varredura do resíduo Lama de cal. (a) Lama de cal com ampliação de 500 X e (b) Lama de cal com ampliação de 4000 X. ....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 14: Distribuição de Cauchy-Lorentz das partículas da Lama de cal. para tamanhos medidos nas imagens de MEV por meio do programa ImageJ.....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 15: Espectro de EDS do resíduo Lama de cal.....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 16: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos. (a) GP com ampliação de 500 X, (b) LC5 com ampliação de 500 X, (c) LC15 com ampliação de 500 X e (d) LC25 com ampliação de 500 X.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 17: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos.(a) GP com ampliação de 1000 X, (b) LC<sub>5</sub> com ampliação de 1000 X, (c) LC<sub>15</sub> com ampliação de 1000 X e (d) LC<sub>25</sub> com ampliação de 1000 X. ....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 18: Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos. (a) GP com ampliação de 4000 X, (b) LC5 com ampliação de 4000 X, (c) LC15 com ampliação de 4000 X e (d) LC25 com ampliação de 4000 X.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 19: Resultados do ensaio de Tempo de Pega. ....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 20: Resultados do ensaio de Densidade Volumétrica. ....</i>	<i>42</i>

<i>Figura 21: Resultados do ensaio de Resistência a Compressão.....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 22: Resultados do ensaio de Resistência a Flexão.....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 23: Resultados do ensaio de Resistência a Compressão axial.....</i>	<i>45</i>
<i>Figura 24: Resultados do ensaio de Dureza Superficial.....</i>	<i>46</i>
<i>Figura 25 : Espectros no infravermelho do resíduo, gesso puro e compósitos. ....</i>	<i>47</i>

**LISTA DE TABELAS**

<i>Tabela 1: Formulações estudadas</i> .....	25
<i>Tabela 2: Granulometria do resíduo e do pó de Gesso</i> .....	35
<i>Tabela 3: Composição do resíduo Lama de Cal determinada através de fluorescência de Raios-X</i> .....	35
<i>Tabela 4: Comparação da Analise EDS</i> .....	40
<i>Tabela 5: Tabela de comparação dos resultados mecânicos</i> .....	49

## *Sumário*

Introdução.....	15
1-Revisão Bibliográfica.....	17
1.1- Processo Kraft.. .....	17
1.2- Composição do resíduo Lama de Cal, destinação e usos atuais. ....	19
1.3- Gesso. ....	20
1.4- Compósitos de gesso, destinação e soluções atuais. ....	21
2- Materiais e Métodos.....	24
2.1- Materiais.....	24
2.1.1- Resíduo Lama de Cal .....	24
2.1.2- Gesso .....	24
2.1.3- Formulações .....	25
2.1.4- Preparação da pasta e dos corpos de prova .....	25
2.2- Caracterização.....	28
2.2.1- Granulometria.....	28
2.2.2- Fluorescência de Raios X.....	28
2.2.3-Densidade do resíduo .....	29
2.2.4 - MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura .....	29
2.2.5- Tempo de Pega.....	29
2.2.6- Densidade Volumétrica .....	30
2.2.7- Resistência a Compressão .....	30
2.2.8- Resistência a Flexão .....	31
2.2.9- Resistência a Compressão Axial .....	32
2.2.1.0- Dureza Superficial.....	32
2.2.1.1- Ensaio de condutividade térmica.....	33
2.2.1.2- Espectroscopia FT-IR modo ATR.....	34
3-Resultados e Discussão.....	35
3.1- Granulometria.....	35
3.2- Fluorescência de Raios X.....	35
3.3-Densidade do resíduo .....	36
3.4- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do resíduo Lama de cal .....	36
3.5- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de Gesso/Lama de cal .....	38

3.7- Tempo de pega .....	40
3.8- Densidade Volumétrica .....	41
3.9- Resistência a Compressão, Flexão e Compressão Axial....	42
3.1.1- Dureza Superficial.....	45
3.1.2- Ensaio de condutividade térmica.....	46
3.1.3- Espectroscopia FT-IR modo ATR.....	47
4- Conclusão.....	50
5- Referências.....	51

## Introdução

Desde o início deste século, o Brasil vem se destacando como produtor de árvores de rápido crescimento e celulose para exportação. O setor florestal brasileiro é referência mundial por sua competitividade e por suas práticas de manejo, pois utiliza exclusivamente florestas de eucalipto e pinus na produção de celulose e papel [1]. Atualmente é o segundo maior produtor de celulose do mundo atingindo em 2018 uma produção de cerca de 21 milhões de toneladas [2].

O processo mais utilizado pelas indústrias brasileiras, para a produção de celulose, é o *Kraft*. Processo *kraft* ou processo de sulfato é uma digestão para transformar madeira em polpa de madeira. Por este método, lascas de madeira são fervidas em um banho de licor contendo uma solução mista de hidróxido de sódio e sulfeto de sódio por várias horas, a fim de remover impurezas, como lignina e algumas hemiceluloses. Desta forma a madeira é transformada em fibras e polpas de madeira. Então, as fibras recuperadas são separadas da solução escura e viscosa, chamada licor negro [3]. Esse licor negro, normalmente é constituído de produtos químicos inorgânicos empregados no processo digestivo e subprodutos, como resíduos de lignina, celulose e hemicelulose, que são combustíveis. A lignina restante na polpa resultante é responsável pela cor escura, fazendo assim necessário os processos chamados de pré-branqueamento e branqueamento, para retirada da lignina ainda presente e de outros compósitos [3].

No decorrer as etapas, a polpa escura vai clareando e ganhando a pureza necessária para ser comercializada. A massa branqueada resultante passa então pela secagem, na qual a celulose é desaguada e a folha é formada. Por fim, a celulose está pronta para ser enfiada e comercializada [3,4].

Durante os ciclos, além do licor negro, também são gerados outros dois tipos de licores, chamado de licor branco e licor verde. Diferentes processos na indústria de celulose e papel resultam na formação de diferentes resíduos sólidos e lodo [4] atribuídos ao processo de recuperação química. Resíduos gerados na produção da polpa *kraft* branqueada, podem causar problemas ambientais e ecológicos como ocupação do solo em aterros, risco de lixiviação dos metais pesados presentes contaminando rios e águas subterrâneas [5]. Estes resíduos são de origem orgânica e inorgânica e alguns possuem potencial de reutilização, como: Dregs de licor verde, Grits, lama de cal e cinza de madeira [6].

A principal destinação desses resíduos ainda são os aterros sanitários, cujo principais problemas associados são o grande volume para armazenamento e a possibilidade de substâncias perigosas lixiviarem para o meio ambiente [4].

Na literatura encontramos algumas outras destinações para esses compósitos derivados da fabricação da celulose, como, correção de pH de solo [7], carga em borracha natural [8], produção de tijolos de solo-cimento [9], agregado em misturas betuminosas [10], produção de cerâmica vermelha [11] e produção de tijolos [12].

A aplicação de resíduos em materiais de construção tem se tornado uma alternativa para reciclagem, devido à composição e disponibilidade dos resíduos, facilidade de manejo, redução de granulometria, e boa resposta a aditivos já utilizados na indústria civil. Além disso, frente a enorme quantidade de recursos primários e não renováveis consumidos, a indústria da construção vislumbra nos resíduos matérias primas de baixo custo e que podem ser utilizadas em sua totalidade ou como substituto parcial de insumos [13].

*Neste trabalho foi desenvolvido compósitos a base de gesso com substituição parcial pela Lama de cal, resíduo esse proveniente da indústria de celulose Kraft, em diferentes proporções, avaliando assim os parâmetros ideais para preparação, bem como a influência sobre as propriedades térmicas, mecânicas e físicas dos compósitos, comparados a resultados para placas de gesso comercial. Estes compósitos foram testados com objetivo de implementação em materiais da construção civil, tais como materiais de construção de paredes Drywall.*

# 1-Revisão Bibliográfica

## 1.1- Processo Kraft

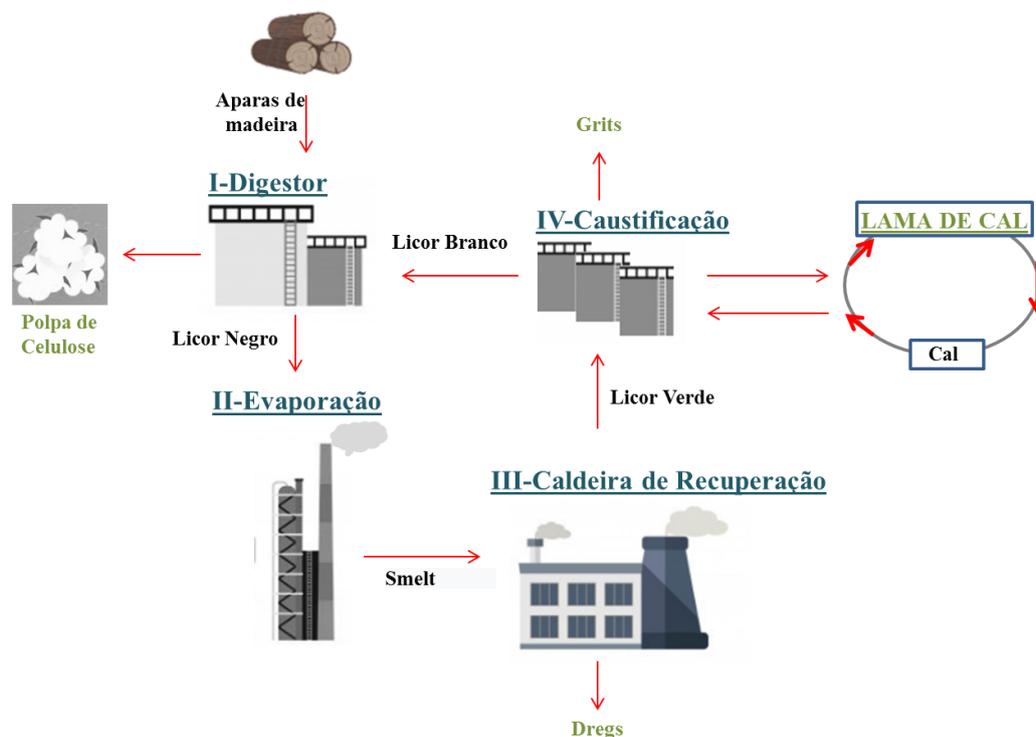
Na indústria de celulose, o processo Kraft de fabricação é o mais utilizado. Essa atividade possui algumas vantagens como a recuperação quase total dos reagentes químicos utilizados no processo, porém com uma geração de quantidades consideráveis de resíduos sólidos associados a esta recuperação [13].

Na Figura 1 estão representados os ciclos que envolvem o processo Kraft. Na fabricação, as fibras de eucalipto são transformadas em celulose por meio de um processo de várias etapas, em que há uma triagem de aparas de madeira para remover lascas e serragem de grandes dimensões. Depois são aquecidas no digestor (Figura 1-I), junto com uma solução de hidróxido de sódio (NaOH) e sulfeto de sódio (Na<sub>2</sub>S), chamada de licor branco, para dissolver a lignina que une as fibras. A polpa resultante passa pelo processo de branqueamento, para atingir uma coloração clara e, em seguida, é seca até o necessário para a formação da folha, pronta para ser comercializada. [14,15]

Do processo de cozimento no digestor também resulta uma solução denominada licor negro, de coloração escura, que possui um alto teor de lignina, resquícios de madeira e parte dos reagentes químicos utilizados [16].

A tecnologia de separação apropriada é de grande importância no ciclo de recuperação química das fábricas da Kraft. Logo após a obtenção da celulose, a indústria implementa metodologias para a recuperação química do licor negro, onde produtos químicos utilizados são capturados e extraídos para reutilização [3,17].

O objetivo do ciclo de recuperação é poder reutilizar os produtos químicos para polpa contendo sódio e enxofre, porém o licor negro formado é bem diluído e o teor desses elementos é afetado. Diante disso é necessário um processo de evaporação da solução (Figura 1-II) para a obtenção de um licor negro concentrado também chamado de *Smelt* [3].



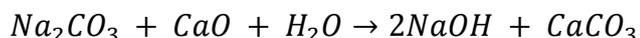
**Figura 1-** Ciclos do Processo Kraft de produção de celulose.

Esse *Smelt* é composto em grande parte por uma mistura de compostos que no cozimento ficam inativos, como o carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) e o sulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ). O *Smelt* então é queimado na caldeira de recuperação (Figura 1-III), onde esses compostos são convertidos de volta à forma eficaz transformados novamente em substâncias ativas por sua dissolução, formando o licor verde [3,6]. Quando ocorre a purificação do licor verde, são removidas impurezas insolúveis [18] que ficam sedimentadas no tanque e dão origem ao resíduo chamado Dregs. A partir da formação do licor verde começa a fase de caustificação (Figura 1-IV), na qual o licor branco começa a ser recuperado a partir da adição do mesmo em um forno de cal, onde o óxido de cálcio ( $\text{CaO}$ ) é hidratado e formado o hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ), que reage com o teor de carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), formando o licor branco e a Lama de cal [3,18]. O resíduo denominado Grits é gerado a partir da não reação total dos compostos com o licor verde. Com a formação do licor branco, o processo de recuperação foi concluído, podendo este ser reutilizado.

A Lama de cal resultante do processo de caustificação será revertida em cal, porém as impurezas são retiradas antes da queima, originando o resíduo de Lama de Cal composto principalmente de carbonato de cálcio precipitado [5].

## 1.2- Composição do resíduo Lama de Cal, destinação e usos atuais

A Lama de cal é um resíduo de coloração branca, formado predominantemente por carbonato de cálcio ( $CaCO_3$ ), originado da reação extraída da caustificação do licor verde, resultante da Equação (1):



Acredita-se que cerca de 0,5 tonelada de Lama de cal podem ser geradas durante a obtenção de 1,0 tonelada de polpa [19]. A Lama de cal é classificada segundo a NBR10004/04 [20] como resíduo de Classe IIA (não inertes) devido a presença de sódio, cloreto e sulfato, lixiviado ou solubilizado em um limite aceitável de concentração [21]. Possui alta alcalinidade, apresentando pH entre 9,7 a 13,5. [5]

Com relação a sua composição química alguns estudos relatam que o resíduo apresenta entre 36 e 59% de cálcio, sendo de 53 a 70% em forma de óxidos. É relatada também a presença de alguns metais pesados em pequenas quantidades como o manganês, ferro e o cobre [6,22,23,24]. O descarte desse resíduo tornou-se uma preocupação ambiental, pois embora o aterro seja uma alternativa comum para gerenciar esse resíduos, ele resulta em ocupação do solo, poluição ambiental, desperdício de recursos disponíveis com os custos associados ao descarte devido as regulamentações rigorosas e multas [4,5,25].

Algumas características do resíduo motivaram pesquisas, crescendo desta forma os estudos para o seu reaproveitamento.

Sthiannopkao e colaboradores [22] estudaram a capacidade da Lama de cal na remoção de metais pesados das águas residuais contaminadas por metais pesados e obtiveram bons resultados do tratamento devido à grande quantidade de  $CaCO_3$  presente no resíduo. A presença desse componente também motivou Arayaprane e colaboradores [8] à aplicar a Lama de cal como carga de enchimento em borracha natural e, embora obteve uma pequena redução nas capacidades de reforço, ainda foi possível considerar seu uso por razões econômicas e ecológicas.

López e colaboradores [23] em busca de um aditivo alcalino mais eficaz para o tratamento da drenagem de água ácida resultante da mineração investigaram a incorporação da Lama de cal, que resultou em soluções finais que atingira os requisitos de potabilidade da água para consumo humano, devido sua alta alcalinidade. Esta alcalinidade também motivou He e colaboradores [7] a desenvolver um estudo de laboratório utilizando a Lama de cal para benefício agrônômico estudando a neutralização do solo e a influência na germinação dos materiais escolhidos.

Maggi e colaboradores [26] utilizaram a Lama de cal como substituinte parcial do cimento e obtiveram resultados satisfatórios que atenderam aos requisitos para paredes de suporte de carga além de influenciar positivamente as propriedades térmicas, durabilidade e resistência a compressão com substituição de até 20% em massa. Buruberry e colaboradores [13] também reaproveitaram a Lama de cal para a preparação de clínquer, aplicando a mesma como argamassa de revestimento interno e externo, atendendo aos requisitos mecânicos. Adesanya e colaboradores [27] investigaram a influência da Lama de cal junto com escoria de alto forno na produção de cimento geopolimérico e também obtiveram efeitos significativos nas propriedades mecânicas e de durabilidade, com um ganho de resistência e diminuição de aditivo.

Arulrajah e colaboradores [28] combinaram cinzas volantes e Lama de cal e obtiveram um aglutinante cimentício utilizados para agregar resíduos de demolição da construção civil aplicando-os em infraestrutura de pavimentos e melhorando suporte da matriz do solo. Embora a Lama de cal tenha aumentado o tempo de endurecimento e a demanda por água, o desempenho no geral foi satisfatório e a melhor combinação foi com a inclusão 20% de Lama de cal. Qin e colaboradores [29] prepararam cerâmicas também com cinzas volantes e Lama de cal e outros componentes com a intenção de obter fases cristalinas anortita e guelena e investigar a influência da formulação, dosagem, temperatura, pH e o tempo de liberação de alguns elementos, mostrando mais uma vez uma reutilização eficaz. Em um segundo estudo, investigaram a Lama de cal com cinzas na fabricação de cerâmica de anortita a baixa temperatura de sinterização e o destaque foi a amostra com 36% de Lama [30].

Até o presente momento não foi encontrado, na literatura, a aplicação que visa a inclusão parcial do resíduo Lama de cal visando a produção de emplastos de gesso.

### **1.3- Gesso**

O gesso é composto por sulfato de cálcio di-hidratado ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), originário do mineral gipsita extraído de jazidas em diferentes países e difundido em todo o mundo [31].

O Departamento Nacional de Produção Mineral [32] estima que as reservas naturais de gipsita no Brasil são possuem cerca de 1,6 bilhão de toneladas e a produção de gesso em 2017 alcançou 2,7 milhões de toneladas. Desta produção, cerca de 80,6 % provém do Estado de Pernambuco, na região nordeste, sendo o Brasil o maior produtor da América do Sul e 15º colocado no ranking dos maiores produtores do mundo.

Para a gipsita se transformar em gesso ela passa por um processo de calcinação. Após a extração, o mineral passa por uma seleção manual, seguida de britagem, moagem e peneiramento. Só então é realizado o processo de calcinação, onde ocorre a desidratação no mineral, entre uma temperatura de 125°C e 180°C. A gipsita tem propriedades de perder e recuperar água de cristalização, então nessa etapa a mesma perde 3/4 da água de cristalização durante o processo de calcinação, convertendo-se a um sulfato hemidratado de cálcio ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ) que, quando misturado com água, pode ser moldado e trabalhado antes de endurecer e adquirir a consistência mecânica da forma estável reidratada [33].

De acordo com o Anuário Estatístico de 2019, elaborado pelo Ministério de Minas e Energia [34], o setor gesseiro apresenta deficiência nas informações de dados estatísticos e indicadores de desempenho, porém apresenta dados referentes ao consumo anual de insumos energéticos utilizados para a produção de gesso, com base na produção de 2012, gastou-se em torno de 110 milhões de reais e, devido a queima dos insumos para a geração de energia, foi emitido aproximadamente 186 toneladas de  $\text{CO}_2$ .

Ainda segundo o Anuário Estatístico [34], o sistema de forros e paredes com chapas de gesso acartonado que substituem paredes e forros de alvenaria, conhecido como Drywall é a maior destinação do gesso produzido. Dados referentes a 2013 [35] apontavam os Estados Unidos da América como maiores consumidores, com cerca de 30  $\text{m}^2/\text{habitante}/\text{ano}$  seguido da Austrália com 6,4  $\text{m}^2/\text{hab}$  e Japão 4,4  $\text{m}^2/\text{hab}$ . O Brasil vem aumentando o consumo dessas chapas, mas ainda ocupa uma posição modesta no cenário mundial consumindo cerca de 0,25  $\text{m}^2/\text{habitante}/\text{ano}$ .

O consumo de gesso está crescendo no Brasil devido ao aumento de novas tecnologias de construção e às necessidades de entrega rápida de edifícios [36]. Na construção civil, ele ganhou espaço e se tornou um material de acabamento popular devido ao seu excelente desempenho, aparência atraente e fácil aplicação, utilizado em revestimentos de parede, placas, componentes pré-moldados e blocos.

#### **1.4- Compósitos de gesso, destinação e soluções atuais**

Devido ao aumento no consumo, sua aplicação rápida e fácil, o gesso acaba sendo um dos resíduos de construção civil gerado em maior volume [37]. As principais fontes de resíduos de gesso na construção civil estão relacionadas às atividades internas de revestimento (resíduos gerados durante a aplicação), chapas de gesso acartonado e componentes pré-fabricados. O volume de resíduo gerado varia de 1% a 28% em

diferentes regiões do Brasil [38] e cerca de 15 milhões de toneladas por ano no mundo [39].

Diante disso estudos diversos foram realizados com o objetivo de reaproveitar esses resíduos de gesso. Ahmed e colaboradores [40] estudaram os efeitos ambientais na durabilidade do solo estabilizado com gesso reciclado, investigando os efeitos das condições ambientais, denominados ciclos de congelamento e descongelamento e secagem a úmido, sobre o desempenho, durabilidade e resistência do solo estabilizado com o resíduo obtendo resultados positivos com até 2,5% do mesmo na mistura.

A reutilização do resíduo de gesso como matéria prima para construção civil, em substituição parcial ou total do gesso comercial é também estudada [36,37,38,39] com diferentes processamentos. Geraldo e colaboradores [37] avaliaram as propriedades dos emplastos de gesso reciclado produzidos após 1, 3 e 5 ciclos de reciclagem por calcinação e obtiveram bons resultados nas propriedades mecânicas que foram melhores que as do gesso comercial original, sem diferenças significativas nas composições, porém com alguns problemas como diminuição do tempo de pega. Camarini e colaboradores [41] estudaram o efeito do ácido cítrico nas propriedades do gesso reciclado, procurando aumentar a fluidez da mistura e sua atuação como aditivo retardador de tempo de pega. O ácido aumentou a fluidez e também os efeitos de retardamento foram mais altos com o alto conteúdo da mistura, porém ele influenciou negativamente na resistência a compressão e na dureza do material endurecido e houve mudança na estrutura cristalina.

Ainda visando o reaproveitamento e desenvolvimento de materiais sustentáveis Huang e colaboradores [42] investigaram a utilização do pó de chá preto como mistura multifuncional para o gesso considerando ser um material de origem vegetal. Os resultados indicam que houve a diminuição da necessidade de água, aumento do tempo de endurecimento e da densidade, porém acima de 0,5% de chá, houve uma queda nos valores da resistência. Sophia e colaborador [43] avaliaram a incorporação de resíduos de conchas, cascas e ossos como enchimento na matriz dos emplastos e após um tratamento nos resíduos para remover matéria orgânica, obteve bons resultados mecânicos, desempenho térmico melhorado e resistência notável a absorção de água com até 15% de enchimento.

Barriguete e colaboradores [44] analisaram compósitos de gesso com adição de resíduo de plástico e a influência na resistência a água. Foram alcançados resultados

significativos em compósitos com 50% e 60% de resíduo que tiveram uma absorção de água significativamente menor que o gesso sem resíduo, além de manter suas propriedades mecânicas acima dos valores mínimos indicados na regulamentação. Rivero e colaboradores [45] também desenvolveram compósitos de gesso com borracha triturada proveniente de espumas de isolamento e concluiu que a adição máxima de resíduo é de 7,50% para obter resultados acima dos requeridos em norma. Além disso, apesar de a resistência mecânica diminuir com o aumento da adição de resíduos de borracha, este compósito ajudará a reduzir os volumes de sucata acumulados.

Merino e colaboradores [46] estudaram o comportamento físico e mecânico do emplasto de gesso, com resíduo de cerâmica vermelha e poliestireno como enchimento, trabalhado com a adição em diferentes proporções. Concluiu-se que é possível a incorporação desses resíduos na matriz para obtenção de argamassas que atendem aos requisitos das normas vigentes. Porém não houve ganho de resistência mecânica, apenas melhora nos valores de dureza superficial e menor densidade em compósitos com 25% de resíduo de cerâmica combinados com 3% de resíduo de poliestireno.

Khalil e colaboradores [47] incorporaram e estudaram os efeitos nas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos de gesso com 0,2% a 10% de resíduo de casca de arroz não queimada, escória de alto forno, carbonato de cálcio e polímero PVA. Os resultados indicaram que todos os aditivos atrasaram o tempo de endurecimento, a adição exagerada em maiores proporções atrapalha o desempenho mecânico e foi observado formação de poros e espaços intersticiais na matriz evidenciando a falta de interação entre os resíduos e o gesso.

Lamrani e colaboradores [48] utilizaram cascas de amendoim com carga no gesso e avaliou as propriedades térmicas desse novo material. O compósito estudado mostrou ser um bom isolante, com capacidade térmica diminuída devido a um aumento na fração da massa do gesso.

Com base nos conhecimentos adquiridos, apresentamos pela primeira vez o uso do resíduo de Lama de Cal da produção de celulose através do processo Kraft como carga de enchimento em emplasto de gesso, com objetivo da reutilização do resíduo na fabricação de compósitos de gesso. Por esta nova alternativa, são reduzidos os impactos ambientais devido ao acúmulo tanto do resíduo Lama de Cal quanto a extração de matéria prima para confecção de placas de Gesso. Propõe-se também avaliar os parâmetros ideais para a preparação e a influência nas propriedades mecânicas dos

emplastos baseados nas normas vigentes procurando produzir um material com potencial para aplicação comercial.

## 2- Materiais e Métodos

### 2.1- Materiais

#### 2.1.1- Resíduo Lama de Cal

O resíduo Lama de cal foi coletado em uma indústria de celulose no Mato Grosso do Sul, a qual se reservou no direito. Para ser utilizado, o resíduo foi seco em estufa à 100°C por 48 horas.



*Figura 2: Resíduo Lama de Cal como coletado na indústria.*

#### 2.1.2- Gesso

O gesso hemi-hidratado comercial ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ) utilizado no presente trabalho, procede da marca Ingenor adquirido comercialmente.



*Figura 3: Gesso hemi-hidratado comercial.*

### 2.1.3- Formulações

Foram estudadas três séries diferentes de composição de gesso contendo proporções variadas de Lama de Cal (LC) e uma amostra pura de gesso. No intuito de encontrar uma formulação utilizando o resíduo como enchimento para alcançar parâmetros que se encaixem nas normas, foram realizados ensaios informais com diferentes composições, após isso foi definida a substituição do gesso nas proporções de 5%, 15% e 25% em peso e nomeados de gesso puro (GP), LC<sub>5</sub>, LC<sub>15</sub> e LC<sub>25</sub>.

**Tabela 1:** *Formulações estudadas.*

FORMULAÇÕES			
Amostra	Materiais		Relação água/massa
	Gesso (%)	Lama de cal (%)	
GP	100	0	0,6
LC <sub>5</sub>	95	5	0,6
LC <sub>15</sub>	85	15	0,6
LC <sub>25</sub>	75	25	0,6

### 2.1.4- Preparação da pasta e dos corpos de prova

O fator de maior influência no processo de hidratação e trabalhabilidade da massa é o teor de água. Quanto maior a relação água/massa, maiores os tempos das etapas da reação [49]. Para o preparo das amostras, foi adotada uma relação em massa água/emplasto de 0,6; na qual foi possível observar uma melhor trabalhabilidade para as amostras GP e LC<sub>5</sub>.

Inicialmente foram misturados os componentes a seco, nas devidas proporções de resíduo e gesso obtendo a homogeneização da mistura dos sólidos, em seguida adicionada água destilada aos poucos para a obtenção da pasta.

As misturas de gesso foram agitadas manual e continuamente e submetidas a ensaios do compósito no seu estado fresco. Já para os ensaios da pasta endurecida, as misturas foram dispostas em seus respectivos moldes, onde foram conservadas por 2 horas antes de serem desmoldadas, iniciando seu processo de cura em temperatura ambiente. Após esse período, mantiveram-se as mesmas à temperatura de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $50 \pm 5\%$  por 24 horas. Em seguida, as amostras foram submetidas a aquecimento em Mufla durante 24 horas a  $45^\circ\text{C}$ . Finalmente, os corpos de prova foram

mantidos em um dessecador com cloreto de cálcio, de acordo com a ASTM C472-99 [50], até o dia do ensaio, no qual acompanhamos o progresso aos 7, 14 e 21 dias.

Foram reproduzidas amostras triplas de cada composição para os determinados períodos de cura. Para os ensaios de compressão, densidade e dureza utilizou-se uma forma cubica tripla de 50 x 50 x 50 mm<sup>3</sup> para a obtenção dos corpos de prova, conforme Figura 4 (a) e (b).



**Figura 4 (a):** Forma cubica tripla de 50x50x50mm<sup>3</sup>.



**Figura 4 (b):** Corpos de prova cubico utilizado para ensaio.

Para os ensaios de flexão e compressão axial, utilizou-se uma forma prismática tripla de 40x40x160 mm<sup>3</sup> para a obtenção dos corpos de prova, conforme Figura 5 (a) e (b).



**Figura 5 (a):** Forma prismática tripla de  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ .

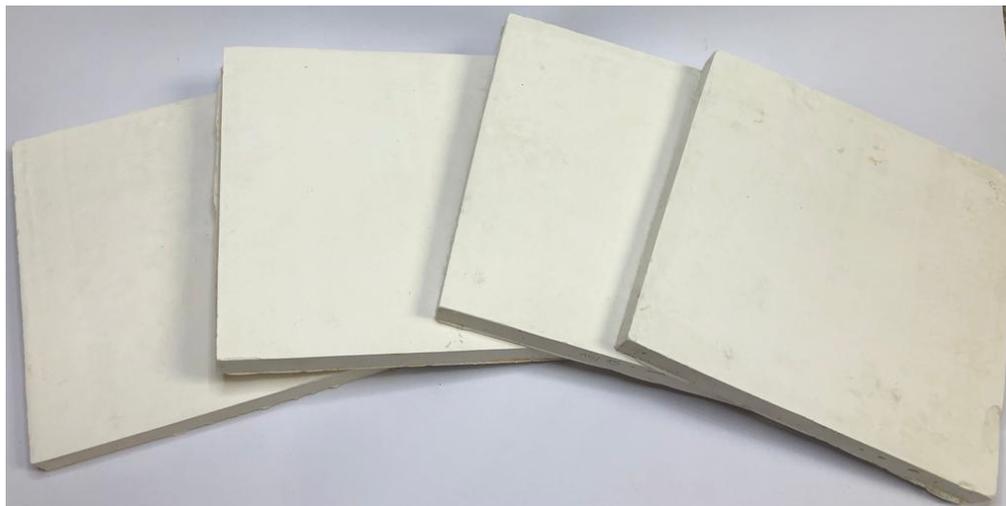


**Figura 5 (b):**Corpos de prova prismáticos utilizado para ensaio.

Para o ensaio de condutividade térmica, utilizou-se uma forma quadrada  $190 \times 190 \times 20 \text{ mm}^3$  para fabricação das placas, conforme Figura 6 (a) e (b).



**Figura 6 (a):** Forma quadrada de  $190 \times 190 \times 20 \text{ mm}^3$ .



*Figura 6 (b):* Corpos de prova quadrados utilizados para o ensaio.

## **2.2- Caracterização**

Neste item serão descritas as técnicas de caracterização do resíduo e dos compósitos preparados.

### **2.2.1- Granulometria**

Esse ensaio abrange um procedimento baseado na ASTM 472-99 [50] e na ASTM C28 [51] para determinar a granulometria do gesso em pó e do resíduo. Foi utilizado um peneiramento mecânico pelo tempo de 30 minutos para 100 g de cada amostra, com as peneiras de nº 14 (1,4 mm) e nº100 (150  $\mu$ m), onde 100% do material deve passar pela peneira nº 14 e não mais que 60% deve passar na peneira nº100. A quantidade de material retido em cada uma foi pesada para calcular a finura. Ensaio realizado no Laboratório de Tecnologia de Borrachas e Aplicações-LTBA, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP).

### **2.2.2- Fluorescência de Raios X**

O ensaio de Fluorescência de Raios X foi realizado para determinar a composição química estimada e as respectivas concentrações dos elementos existentes no material submetido à técnica. Utilizou-se o equipamento Rigaku, modelo Supermini 200, com potência de 200 W pertencente ao Laboratório de Caracterização e Gestão de Resíduos Sólidos (LCGRS) da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP).

### 2.2.3-Densidade do resíduo

A densidade do resíduo foi determinada a partir da prensagem no mesmo em um volume conhecido para a determinação da massa. A partir disso a densidade do resíduo foi obtida a partir da seguinte fórmula:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$\rho$  → Densidade (g/cm<sup>3</sup>)

$m$  → Massa (g)

$v$  → Volume (cm<sup>3</sup>)

### 2.2.4 - MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

A técnica de microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para observar a forma e tamanho das partículas que compõe o resíduo e da secção transversal por fratura das diferentes amostras de emplastos endurecidos, secas após 21 dias. Foi utilizado um microscópio Carls Zeiss, modelo LS15. As amostras foram revestidas com ouro, utilizando a técnica de deposição *sputtering*, no equipamento Quorum, modelo Q150TE e avaliadas com aumento de 500 e 4000 vezes. A análise por espectrômetro dispersivo de energia (EDS) foi realizada em conjunto para identificar a composição elementar do resíduo e dos emplastos em determinados pontos, como complemento à técnica de Florescência de Raios X.

### 2.2.5- Tempo de Pega

Os tempos de endurecimento inicial e final dos emplastos foram determinados no aparelho Vicat, pertencente ao Laboratório de Construção Civil da Universidade do Oeste Paulista (UNOESTE). Ensaio realizado de acordo com o ASTM C472-99 [50], ASTM C28 [51].

O processo de medição foi repetido a cada 30 segundos. O tempo de pega inicial ocorre quando a agulha de aço não toca o fundo do molde pela primeira vez, e o tempo final de pega foi determinado quanto a profundidade do corpo da agulha no emplasto em processo de endurecimento, não era superior a 1 mm.



*Figura 7: Aparelho Vicat na realização do ensaio de tempo de pega.*

### 2.2.6- Densidade Volumétrica

A densidade dos corpos de prova foi determinada de acordo com o ASTM C472-99 [50], ASTM C28 [51]. Utilizando as amostras do ensaio de resistência à compressão cúbica, antes da execução, no mesmo dia, os emplastos de gesso endurecidos foram pesados. As dimensões do corpo de prova foram medidas com paquímetro digital para calcular o volume e a massa determinada em uma balança de precisão. Ensaio realizado no Laboratório de Tecnologia de Borrachas e Aplicações-LTBA, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP). A partir disso a densidade dos emplastos foi obtida a partir da seguinte fórmula:

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$\rho$  → Densidade (kg/m<sup>3</sup>)

$m$  → Massa (kg)

$v$  → Volume (m<sup>3</sup>)

### 2.2.7- Resistência a Compressão

Ensaio feito com a finalidade de determinar a resistência a compressão dos emplastos endurecidos, moldados em corpos de prova cúbico de 50 x 50 x 50mm<sup>3</sup>, executado de acordo com a norma ASTM 472-99 [50] e ASTM C28 [51], submetidos aos parâmetros de cura descritos, nos períodos de 7, 14 e 21 dias. Ensaio realizado pelo aparelho UMC 20T pertencente ao Laboratório de Construção Civil da Universidade do Oeste Paulista (UNOESTE).



*Figura 8: Realização do ensaio de compressão.*

### **2.2.8- Resistência a Flexão**

Ensaio feito com a finalidade de determinar a resistência à flexão dos emplastos endurecidos, moldados em corpos de prova prismáticos de  $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$ , executado de acordo com a norma UNE-EN-13279-1[52] e UNE-EN-13279-2 [53], submetidos aos parâmetros de cura descritos, nos períodos de 7, 14 e 21 dias. Ensaio realizado pelo aparelho EMIC, da marca INSTRON modelo 23-100, pertencente ao Laboratório de Materiais de Construção do Centro Universitário Antônio Eufrásio de Toledo de Presidente Prudente.



*Figura 9: Realização do ensaio de flexão.*

### 2.2.9- Resistência a Compressão Axial

Ensaio feito com a finalidade de determinar a resistência à compressão axial dos emplastos endurecidos, utilizando as metades dos corpos de prova resultantes do ensaio de flexão de 40 x 40 x 160 mm<sup>3</sup>, executado de acordo com a norma UNE-EN-13279-1[52] e UNE-EN-13279-2 [53], submetidos aos parâmetros de cura descritos, nos períodos de 7, 14 e 21 dias. Ensaio realizado pelo aparelho EMIC, da marca INSTRON modelo 23-100 pertencente ao Laboratório de Materiais de Construção do Centro Universitário Antônio Eufrásio de Toledo de Presidente Prudente. Utilizou-se pequenas placas de 40 mm x 40 mm, adaptadas ao equipamento, para criar a superfície de contato com as laterais do corpo de prova exigida pela norma.



*Figura 10: Realização do ensaio de compressão axial.*

#### 2.2.1.0- Dureza Superficial

Ensaio baseado na norma NBR 12129 [54] e NBR 13207 [55] foi aplicado uma carga no centro do corpo de prova cúbico de 50 N e após 2s aumentou para 500 N e mantida a carga por 15s. Após o tempo, retirar o corpo de prova e medir a profundidade da impressão. Ensaio realizado pelo aparelho UMC 20T pertencente ao Laboratório de Construção Civil da Universidade do Oeste Paulista (UNOESTE). A dureza foi obtida pela seguinte fórmula:

$$D = F / (\pi * \phi * t)$$

D → Dureza (N/mm<sup>2</sup>)

F → Força (N)

$\phi$  → Diâmetro da esfera (mm)

t → Média da profundidade (mm).



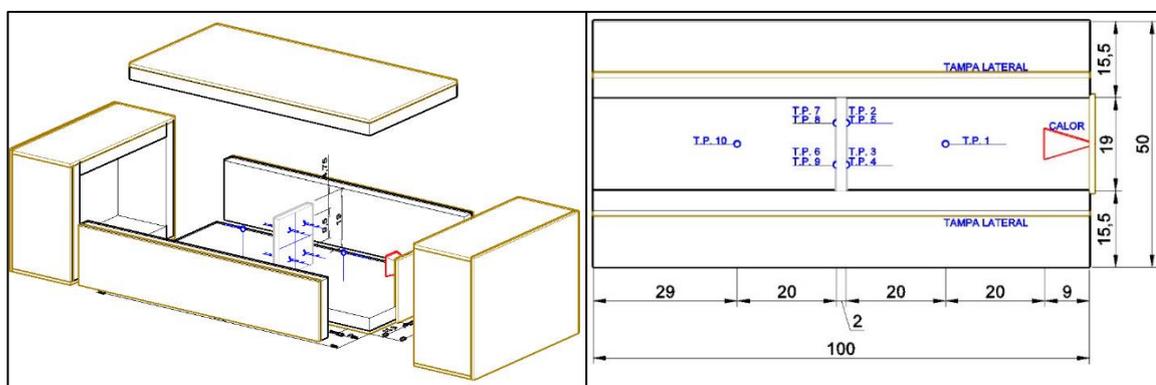
*Figura 11: Realização do ensaio de dureza superficial.*

### 2.2.1.1- Ensaio de condutividade térmica

O ensaio da condutividade térmica dos compósitos foi realizado em placas de  $190 \times 190 \times 20 \text{ mm}^3$ . Como a espessura é um dado de entrada na formulação que calcula a condutividade, tal fato não influencia no fluxo de calor.

A técnica utilizada para a obtenção da condutividade térmica foi fundamentada na análise da temperatura transmitida pelo corpo de prova através da aplicação de um fluxo de calor conhecido segundo a ASTM C518/2017 [56], experimento esse conhecido como análise de fluxo de calor em placas quente/fria, calibrado para um aparato que segue as sugestões da ASTM C1363/2019 [57].

O aparato utilizado foi desenvolvido para fins de comparação e tratou-se de uma câmara isolada dividida pelo corpo de prova e duas câmaras distintas em que uma delas tem a fonte de calor e ambas são instrumentadas com termopares para leituras dos fluxos de calor ao longo das subcâmaras.



**Figura 12:** *Aparato para Ensaio Térmico. Adaptado da ASTM C518/17 e da ASTM 1363/19.*

Os corpos-de-prova foram dispostos com 4 termopares de cada lado, nos centros dos seus 4 quadrantes, também entre a fonte de calor e o corpo de prova e outro termopar equidistante do corpo de prova, mas na outra subcâmara. Com essa equipagem, obtivemos o fluxo de calor, desde a geração, até depois da passagem pelo corpo de prova.

A calibração foi realizada com uma amostra cuja condutividade térmica obtida pelo ensaio definido pela ASTM C518/2017. A partir desse valor, estabeleçam-se as perdas de calor do aparato e o fluxo de calor que passa pelos corpos de prova submetidos ao experimento. Isso nos forneceu que o calor que chega no corpo de prova é de  $\alpha_{ef} = 10,98\%$  do emitido, sendo o restante se perdido na trajetória. Ensaio realizado no Laboratório de Tecnologias da Construção e CePETeS, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP). Assim, a equação a seguir pode ser aplicada.

$$Q_{apl} = Q_g \cdot \alpha_{ef} = \lambda_{mat} \cdot S_{esp} \cdot \frac{\Delta T}{e_{esp}},$$

Onde:

$Q_{apl}$  = calor aplicado;

$Q_g$  = calor gerado;

$\alpha_{ef}$  = calor aplicado;

$\lambda_{mat}$  = condutividade térmica do material;

$S_{esp}$  = área do corpo de prova;

$\Delta T$  = Diferença de Temperatura nas faces do Corpo de prova;

$e_{esp}$  = espessura do corpo de prova.

### 2.2.1.2- Espectroscopia FT-IR modo ATR

A espectroscopia de FT-IR foi utilizada com o objetivo de avaliar o resíduo do ponto de vista molecular bem como mudanças estruturais nos compósitos, devido à incorporação dos resíduos. Medidas de espectroscopia por FT-IR foram realizadas utilizando um espectrômetro da marca Bruker, modelo Vetor 22, com número de onda que percorre o intervalo de 500 - 4000  $\text{cm}^{-1}$ , com 4  $\text{cm}^{-1}$  de resolução espectral e um detector DTGS de 32 de scans, operando no modo ATR (Refletância Total Atenuada) analisado sobre uma janela de seleneto de zinco (ZnSe). Ensaio realizado no Laboratório de Tecnologia de Borrachas e Aplicações-LTBA, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP).

### 3-Resultados e Discussão

#### 3.1- Granulometria

Na Tabela 2 podemos observar a granulometria do resíduo e do pó de gesso. A norma ASMT C28 [51] especifica que 100% do material deve passar pela peneira nº 14 e não mais que 60% passar na peneira nº100. O ensaio realizado identificou que 98,10% do volume de Lama de Cal passou pela peneira nº100; já o gesso comercial utilizado, apenas 29,30% foi peneirado pela mesma.

O resíduo apresenta tamanho de grãos menor do que o estabelecido pela norma, aumentando o volume do material disperso a ser hidratado devido apresentarem uma maior superfície de contato, isso ocasiona uma menor interação e influenciar orientação do cristal de gesso pela formação de aglomerados [38, 43].

*Tabela 2: Granulometria do resíduo e do pó de Gesso.*

Granulometria		
PENEIRA	LAMA DE CAL	GESSO
14 [1.4 mm]	100%	100%
100 [150 µm]	98,10%	29,30%

#### 3.2- Fluorescência de Raios X

Pode-se observar na Tabela 3 a composição inorgânica estimada do resíduo Lama de Cal realizada por Fluorescência de Raios X. Há a predominância de cálcio (Ca), em torno de 98%wt. O resíduo é composto principalmente de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ), sendo o cálcio, o principal elemento. Essa característica torna o resíduo bastante interessante, pois a principal composição do Gesso é sulfato de Cálcio, podendo funcionar como carga de reforço nas placas de Drywall. Os demais óxidos são atribuídos ao processo de formação do resíduo e ou a compostos provenientes dos refratários dos fornos de cal, corrosão dos digestores e da caldeira de recuperação [6,3].

*Tabela 3: Composição do resíduo Lama de Cal determinada através de fluorescência de Raios-X.*

Composição elementar do resíduo Lama de Cal, %wt						
Ca	Sr	Si	S	Fe	Ni	Cu
98.269	0.604	0.293	0.293	0.165	0.052	0.042

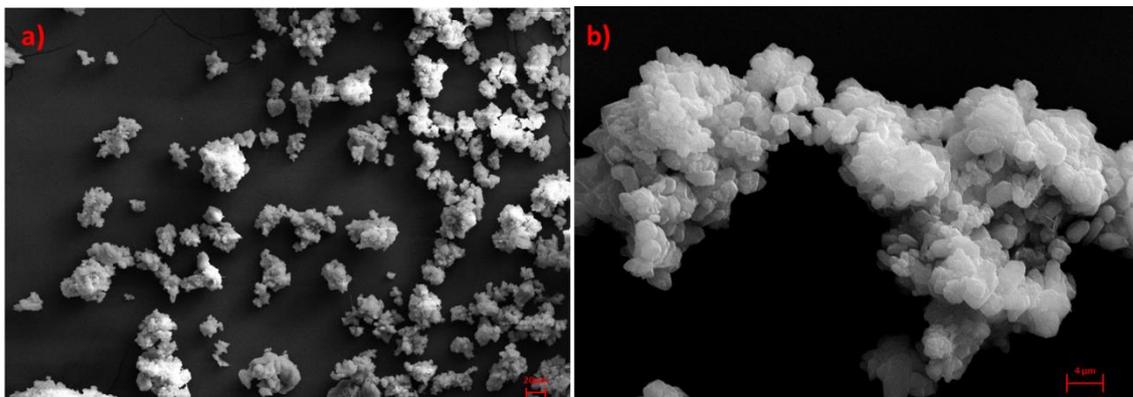
### 3.3-Densidade do resíduo

O resultado do cálculo da densidade do resíduo nos revelou uma densidade de 1,0545 g/cm<sup>3</sup>. Segundo Linhares [58] o gesso possui uma densidade conhecida de 2,35 g/cm<sup>3</sup>. Acredita-se que a menor densidade do enchimento influenciará na densidade dos emplastos endurecidos com resíduo.

### 3.4- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) do resíduo Lama de cal

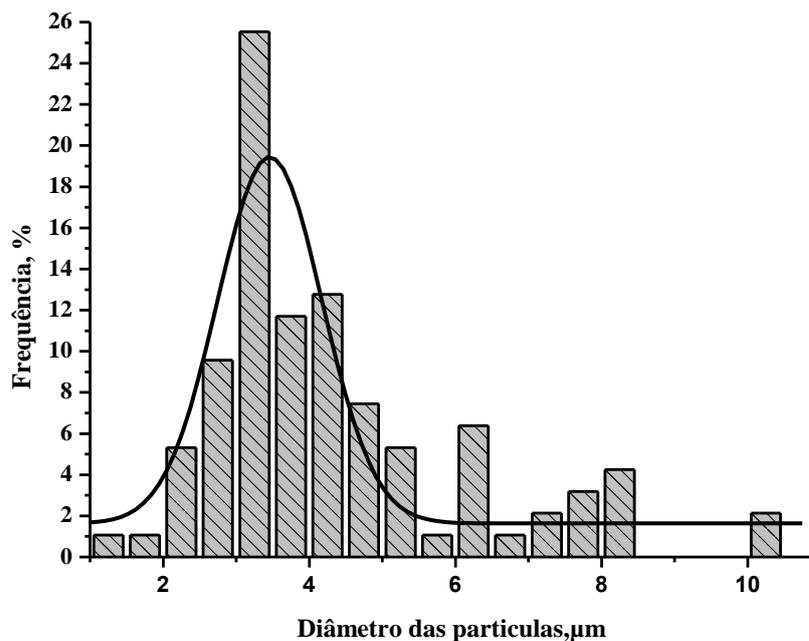
A composição do resíduo pode variar de acordo as com diferentes fontes de onde ele é coletado, devido a diferentes matérias-primas e processamento. Após coletado e seco, o resíduo Lama de cal foi analisado para avaliar composição.

Na Figura 13 é observada a forma e o tamanho das partículas do resíduo. As imagens MEV mostram unidades agregadas de tamanho variado, também revela estruturas irregulares aproximadamente hexagonais de tamanho variável.



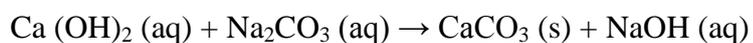
**Figura 13:** *Imagens de microscopia eletrônica de varredura do resíduo Lama de cal. (a) Lama de cal com ampliação de 500 X e (b) Lama de cal com ampliação de 4000 X.*

Os tamanhos variados das partículas de Lama de Cal podem ser identificados na curva de distribuição (Figura 14). Foi aplicada a distribuição de Cauchy-Lorentz no intuito de observar o pico da curva, que indica a frequência de distribuição média. É possível observar que a distribuição de partículas está entre 1  $\mu\text{m}$  e 11  $\mu\text{m}$ , o diâmetro médio das partículas com maior frequência no volume da matriz foi entre 3  $\mu\text{m}$  e 5  $\mu\text{m}$ .

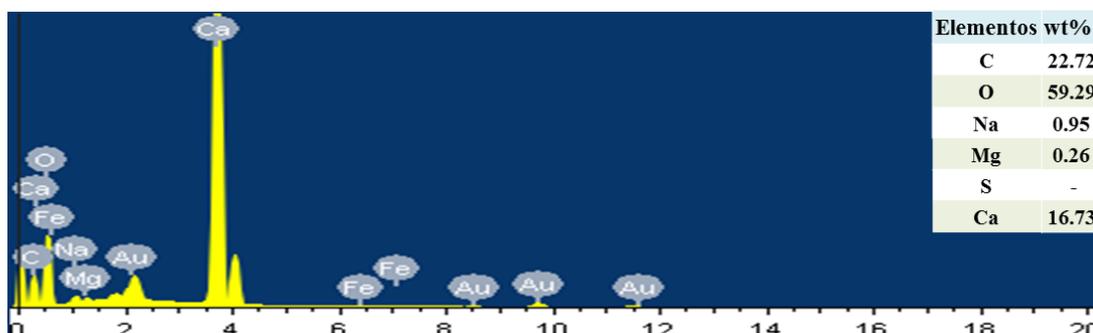


**Figura 14:** Distribuição de Cauchy-Lorentz das partículas da Lama de cal. para tamanhos medidos nas imagens de MEV por meio do programa ImageJ.

O principal componente da Lama de cal é o  $\text{CaCO}_3$ , proveniente da reação de causticização no processo de reciclagem da indústria de fabricação de papel kraft, seguindo a reação:



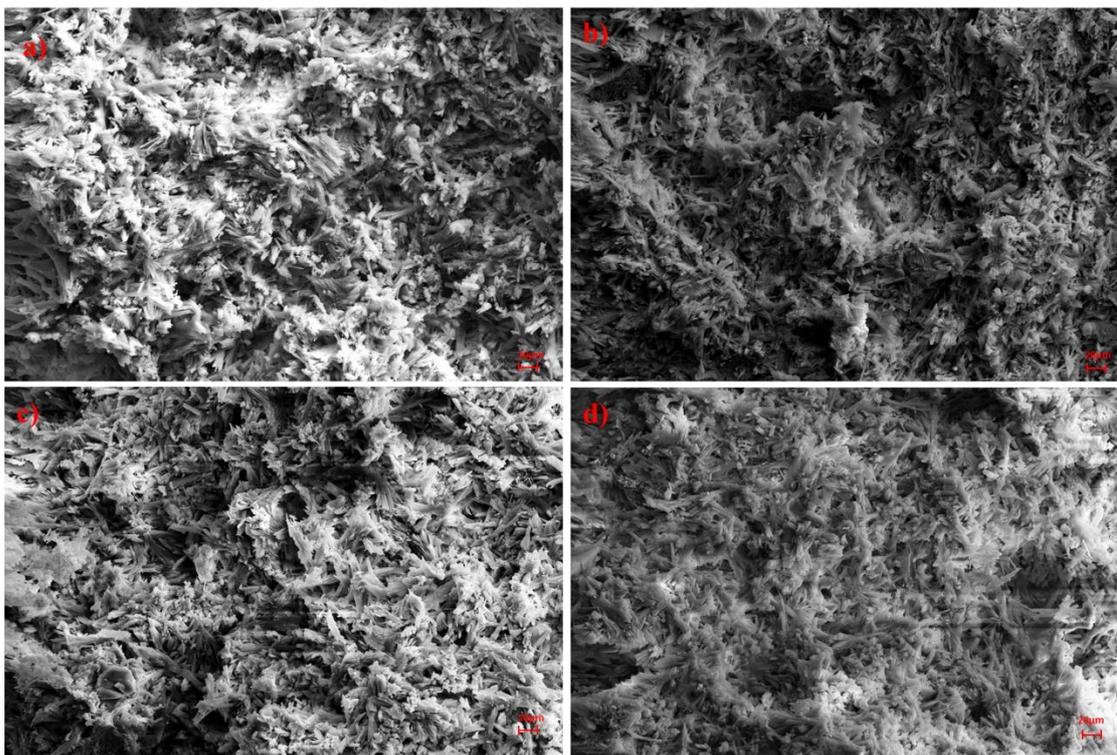
Martins e colaboradores [6] citam que a calcita é capaz de suportar pequenas quantidades de Mg em sua estrutura, utilizando-a para substituir o cálcio. As evidências para essa atribuição foram justificadas no EDS do resíduo na Figura 15, que mostra a presença desses elementos.



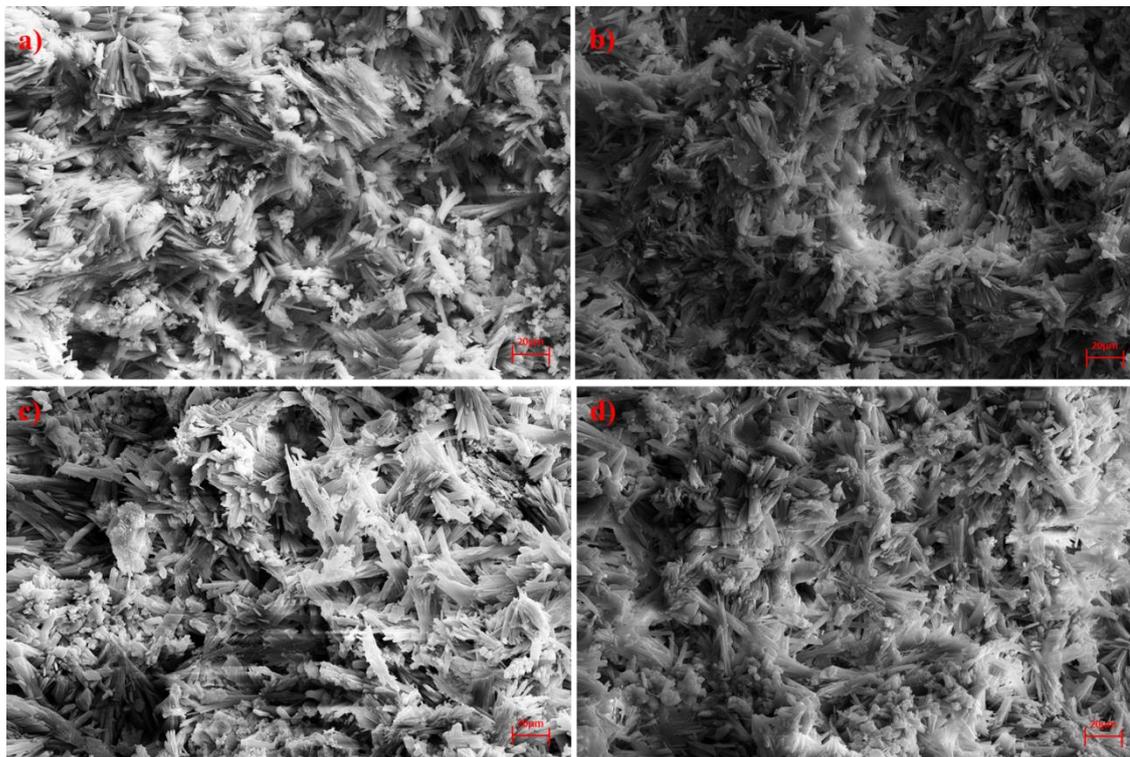
**Figura 15:** Espectro de EDS do resíduo Lama de cal.

### 3.5- Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras de Gesso/Lama de cal

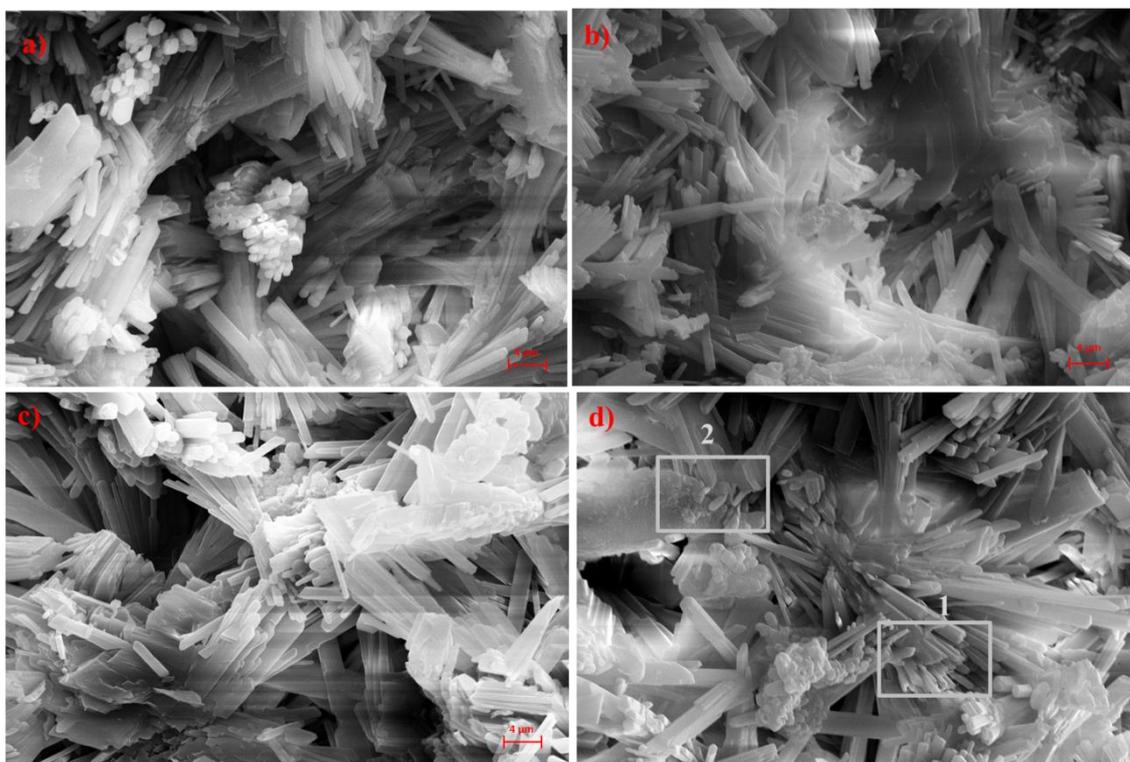
Na Figuras 16, 17 e 18 estão representadas a forma e o tamanho dos cristais de gesso puro e com adição de carga nas proporções estudadas. Kondratieva e colaboradores [59] analisaram a microestrutura do gesso e constataram um emaranhado de cristais finos e alongados aleatoriamente em forma de agulha, é possível observar o mesmo nas Figura 16 (a), 17 (a) e 17 (a). Com a adição de resíduos, os cristais não apresentam alterações significativas nas (Figuras 16, 17 e 18 (b), (c) e (d)). Singh e colaboradores [60] explicam que aditivos de natureza orgânica e inorgânica desempenham um papel importante nos processos de cristalização do gesso. Eles alteram as propriedades da superfície dos cristais, o que leva a alterações na nucleação e crescimento e, assim, a mudanças na forma dos cristais, bem como no seu comportamento de aglomeração ou dispersão. Podemos observar um maior empacotamento dos cristais quando aumentado o volume de resíduo nos compósitos. A orientação do posicionamento dos cristais de gesso da amostra de GP (Figura 17 (a) e 18 (a)) estão mais voltados para um sentido quando comparados com as amostras LC<sub>15</sub> e LC<sub>25</sub>, que aparentemente apresentam uma maior desordem no empacotamento. Pode-se observar na Figura 18 (d) a presença de pequenos cristais hexagonais aglomerados, característicos do resíduo.



**Figura 16:** Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos. (a) GP com ampliação de 500 X, (b) LC5 com ampliação de 500 X, (c) LC15 com ampliação de 500 X e (d) LC25 com ampliação de 500 X.



**Figura 17:** Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos. (a) GP com ampliação de 1000 X, (b) LC<sub>5</sub> com ampliação de 1000 X, (c) LC<sub>15</sub> com ampliação de 1000 X e (d) LC<sub>25</sub> com ampliação de 1000 X.



**Figura 18:** *Imagens de microscopia eletrônica de varredura da fratura dos emplastos endurecidos. (a) GP com ampliação de 4000 X, (b) LC5 com ampliação de 4000 X, (c) LC15 com ampliação de 4000 X e (d) LC25 com ampliação de 4000 X.*

A Tabela 4 apresenta os dados da análise EDS feita nos emplastos endurecidos. Sophia e colaborador [43] explicam que quando os espectros EDS do gesso hemi-hidratado mostram claramente que a quantidade de S e Ca está quase na proporção de 1:1, representa a ausência de impurezas baseadas em cálcio nos hemi-hidratos. Tais características se mostraram presente no EDS do emplasto endurecido de gesso. Na Tabela 4 é apresentado os resultados realizados a partir da análise dos espectros, na mesma amostra de LC<sub>25</sub> em pontos diferentes, onde a estrutura do espectro 1 era aparentemente semelhante à dos cristais de gesso Figura 18 (a) e a estrutura dos cristais do espectro 2 era semelhante ao resíduo MEV da Figura 13 (b). Isso atesta que há a formação de aglomerados de resíduo na mistura, comprovada pelo EDS do ponto 1 e ponto 2, que diferem entre si porem assemelham aos dos materiais utilizados.

**Tabela 4:** *Comparação da Analise EDS.*

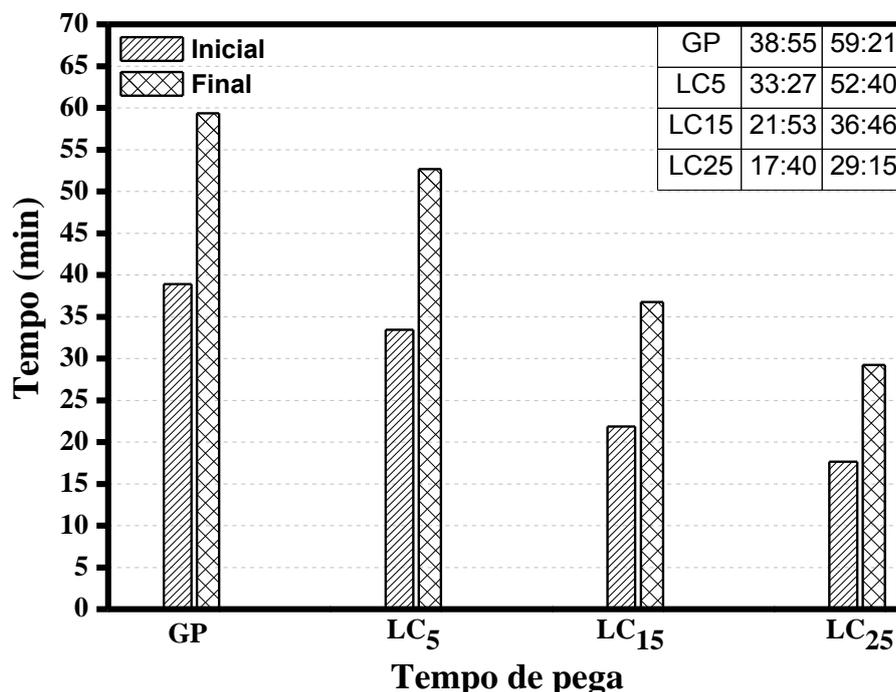
Elementos	Analise EDS							
	GP		Resíduo LC		LC <sub>25</sub> - Ponto I		LC <sub>25</sub> -Ponto II	
	wt%	at%	wt%	at%	wt%	at%	wt%	at%
C	7.72	12.06	22.72	31.18	6.00	9.30	20.60	28.58
O	60.89	71.40	59.29	61.07	64.81	75.43	60.94	63.47
Na	-	-	0.95	0.68	-	-	0.44	0.32
Mg	-	-	0.26	0.18	-	-	0.18	0.12
S	15.77	9.23	-	-	14.72	8.55	0.84	0.44
Ca	15.63	7.31	16.73	6.88	14.47	6.72	16.99	7.07

### 3.7- Tempo de pega

A Figura 19 apresenta os resultados do ensaio de Tempo de Pega com os diferentes emplastos. Observa-se que os tempos de endurecimento da pasta diminuem de acordo com o aumento na quantidade de resíduo incorporado, mantendo-se a mesma quantidade de água e a trabalhabilidade da massa ao preparar os emplastos também é menor.

Krejsova e colaboradores [61] agregaram areia com diferentes granulometrias nos emplastos e observaram tempos de endurecimentos inicial e final menores para os agregados com menores diâmetros, também destacam uma piora na trabalhabilidade da massa, pois uma quantidade diferente de água é absorvida na superfície das partículas e, portanto, o conteúdo efetivo de água é diferente. Geraldo e colaboradores [37] reciclaram resíduos de gesso em novos emplastos e tiveram tempos de endurecimento mais rápido devido a alteração na finura provavelmente porque o processo de mistura de gesso de água foi facilitado, aumentando a taxa de nucleação, devido a maior superfície de contato, que por sua vez acelerou a cristalização.

Acredita-se que mesmo acontece com os compósitos com a crescente adição de Lama de cal, pois o ensaio granulométrico mostrou que o tamanho de partícula do resíduo é menor que o do pó de gesso. O padrão ASTM C28 especifica um intervalo de início de 20 minutos e final de 40 minutos, sendo assim as amostras LC<sub>5</sub> e LC<sub>15</sub> estão entre os valores estipulados. Nota-se que nos emplastos LC<sub>15</sub> e LC<sub>25</sub>, o tempo de início de pega é respectivamente 45% e 55% menor em comparação ao GP.



*Figura 19: Resultados do ensaio de Tempo de Pega.*

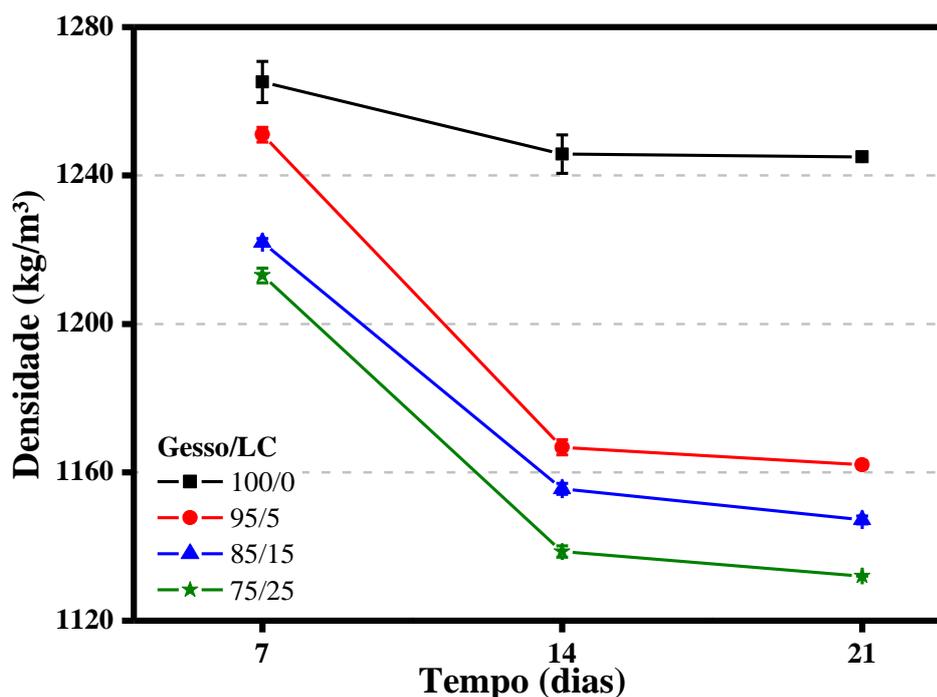
### 3.8- Densidade Volumétrica

A Figura 20 expressa os resultados do cálculo da densidade volumétrica dos diferentes emplastos. Observa-se a influência a Lama de cal nos mesmos, diminuindo

significativamente a densidade das amostras endurecidas com o passar dos dias, conforme a proporção de resíduo foi aumentada.

Sophia e colaborador [43] observaram que ao substituir gesso por pós de casca de ovo e conchas variando as quantidades, as amostras apresentaram menor densidade comparando-as com a de referência, justificada pela substituição do ligante de gesso denso relativamente alto por materiais de mais baixa densidade.

O mesmo acontece com Khalil e colaboradores [47] ao adicionar casca de arroz gradativamente também obteve a diminuição da densidade devida á menor densidade do enchimento. Eles também discutem a baixa densidade do gesso puro, despertada por sua maior porosidade resultante da evaporação do excesso de água usada para a trabalhabilidade. Sugere-se que aconteça o mesmo com as amostras GP e que as amostras com LC<sub>5</sub> LC<sub>15</sub> e LC<sub>25</sub> estejam sendo afetadas também como as de estudo anteriores e que os cristais mais desorientadores por conta do enchimento na matriz do gesso também contribuam para essa diminuição.



*Figura 20: Resultados do ensaio de Densidade Volumétrica.*

### 3.9- Resistência a Compressão, Flexão e Compressão Axial

Os resultados dos ensaios de compressão, flexão e compressão axial de 7, 14 e 21 dias estão apresentados nas Figuras 21,22 e 23 respectivamente. Foi observado em todos os ensaios, a diminuição na resistência dos emplastos endurecidos à medida que o teor de Lama de cal aumenta.

Sophia e colaborador [43] relataram que a resistência à compressão e flexão da série de substituição por pó de concha diminuiu com o aumento da taxa de substituição. Esta redução nos valores de resistência deveu-se à distribuição não uniforme dos pós da concha na matriz de gesso. Os pós de concha eram extremamente finos e mostravam atração particular, causando agregação dos pós, levando à distribuição ineficaz na matriz. Sugere-se que o mesmo aconteceu ao se inserir enchimentos de Lama de Cal na matriz de gesso puro, como mostrado na Figura 18 (d).

Huang e colaboradores [42] também relataram queda nos valores de resistência à compressão e flexão ao incorporar pó de chá preto nos emplastos, constatando que o resíduo altera o desenvolvimento da força, que geralmente depende principalmente da interligação para a formação dos cristais de gesso e a microestrutura convencional. Acreditamos que a Lama influenciou do mesmo modo, contribuindo para a malformação das agulhas convencionais e conseqüentemente o enfraquecimento do compósito.

Gmouh e colaboradores [62] estudaram comportamento do gesso e alterações na sua microestrutura, com os resultados concluíram que assim, como a estrutura da fase sólida do gesso e a morfologia dos poros são controladas pela cinética de hidratação e crescimento dos cristais de gesso, as propriedades mecânicas também dependem desses processos, e que logo após a mistura ser despejada no molde, a pasta é fluida; a partir daí os núcleos de gesso di-hidratado começam a se desenvolver acompanhado de um aumento da temperatura do emplasto, devido a reidratação do hemi-hidratado.

À medida que a temperatura diminui, os cristais de gesso crescem, embora a água em excesso permaneça dentro da amostra. Sendo assim, como tentativa de melhorar os resultados dos ensaios mecânicos incluímos no processo de preparação a conservação das misturas nos respectivos moldes por 2 horas antes de serem desmoldadas e após isso por 24 horas em temperatura de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$  e umidade relativa de  $50 \pm 5\%$ .

No entanto, ao colocar a amostra para secagem em um dissecador de cloreto de cálcio, estamos acelerando o processo de cura e testando ao longo dos dias, causando desidratação acelerada e contínua. Em 21 dias, a amostra atinge o máximo de resistência que acreditamos estar associado ao limite de desidratação, com os cristais totalmente formados. Embora a resistência diminua, os compósitos LC<sub>25</sub> em 14 dias alcançaram uma resistência maior do que a exigida pela UNE-EN 13279 e ASTM, que é  $\geq 8,3$  MPa

para a resistência à compressão,  $\geq 6,0$  MPa para a compressão axial e  $\geq 2,0$  MPa para o ensaio de resistência à flexão.

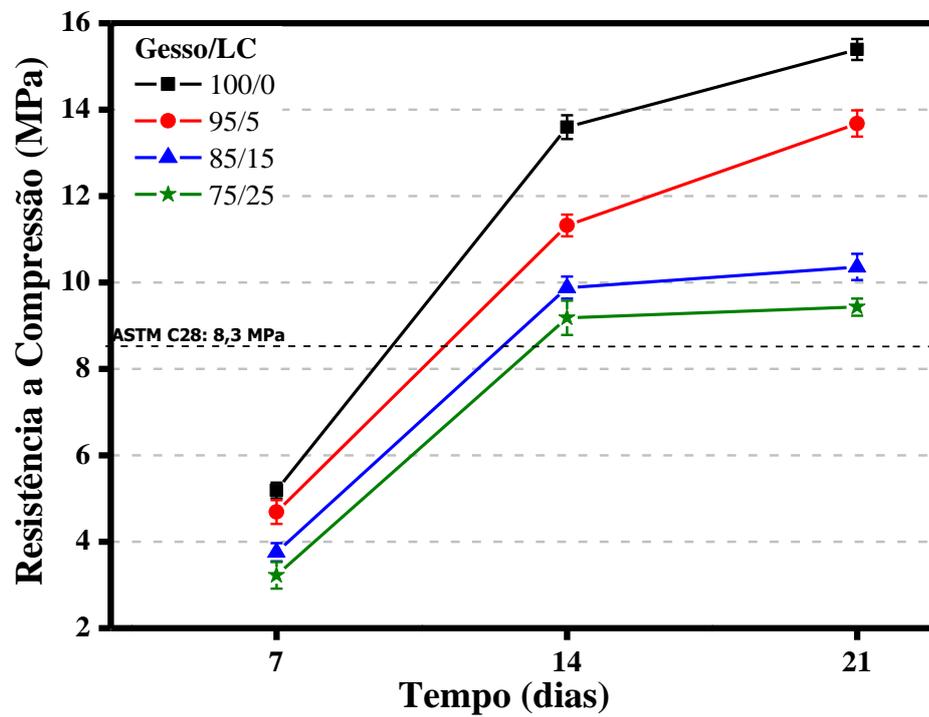


Figura 21: Resultados do ensaio de Resistência a Compressão.

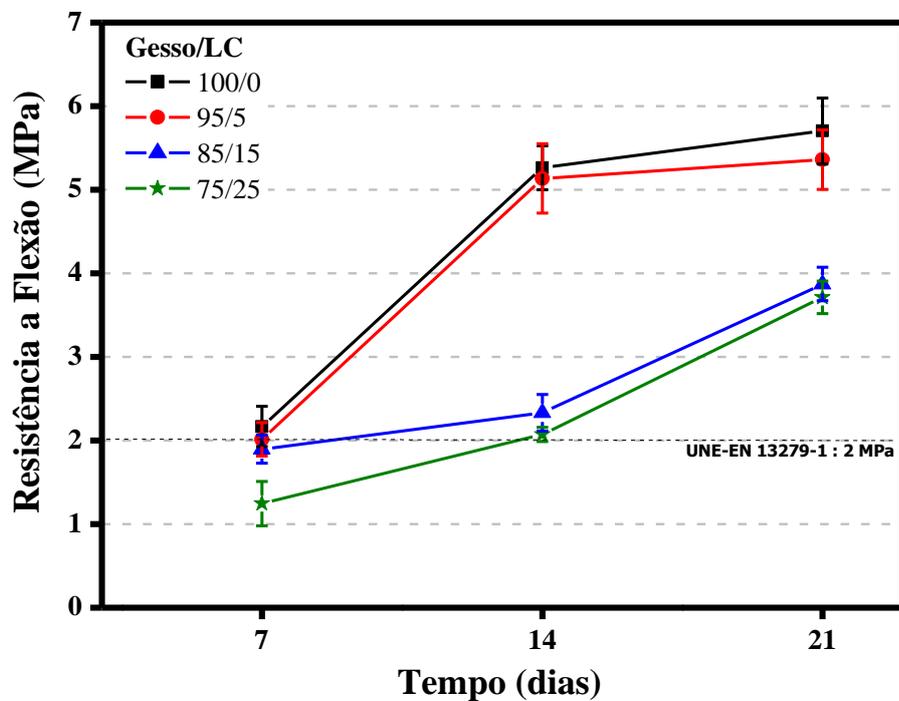


Figura 22: Resultados do ensaio de Resistência a Flexão.

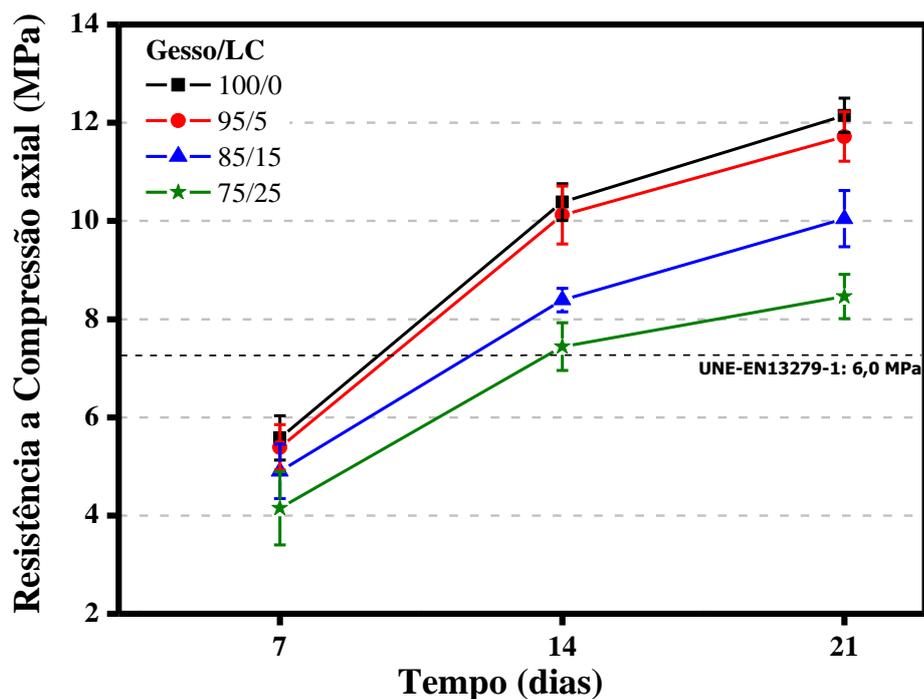
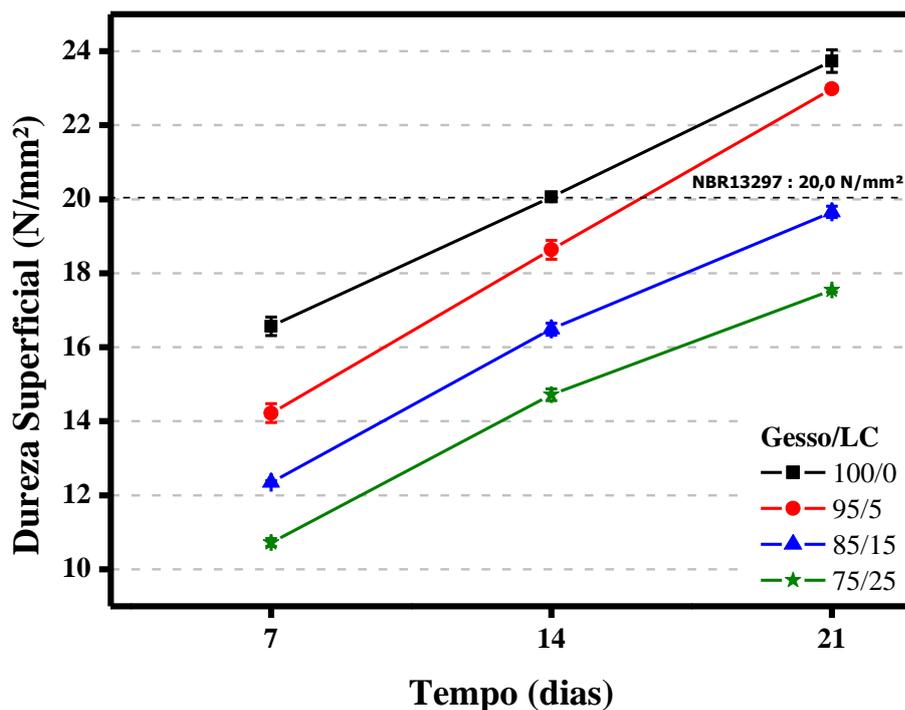


Figura 23: Resultados do ensaio de Resistência a Compressão axial.

### 3.1.1- Dureza Superficial

Os valores da dureza superficial dos corpos de prova de emplasto endurecido estão representados na Figura 24. A norma NBR-13207 [55] especifica que a os corpos de prova devem atingir a dureza de no mínimo 20,0 N/mm<sup>2</sup>. Observa-se que os ensaios realizados demonstraram um crescente aumento nos resultados ao longo do período testado, mas à medida que o conteúdo da mistura aumentava, a dureza diminuía. Resultados esses que mostram desempenho semelhante aos demais ensaios de resistência mecânicos. Os vazios na estrutura interna ou a umidade das amostras podem explicar os resultados obtidos.



*Figura 24: Resultados do ensaio de Dureza Superficial.*

### 3.1.2- Ensaio de condutividade térmica

A Tabela 5 apresenta os dados do ensaio de condutividade térmica feito nas placas de corpo de prova nos emplastos endurecidos Chindaprasirt e colaboradores [63] ao estudar a adição de cinzas, fibra de coco, terra diatomácea, fibra de resíduos de tabaco, pó de serra e alguns aditivos como bicarbonato de sódio, glicose e ácido cítrico a matriz do gesso acreditam que os valores da condutividade térmica dos materiais a base de gesso correlacionaram-se com a uma boa interconexão de cristais e também com fração volumétrica de ar nos poros abertos e fechados dos materiais solidificados e sua densidade.

Rezaei e colaboradores [64] pesquisaram a condutividade térmica de diferentes cinzas e identificaram uma relação dos os resultados obtido no ensaio com o tamanho de partícula finas das cinzas influenciando negativamente no resultado.

Acredita-se que o mesmo influenciou nos resultados desse ensaio, com a interconexão dos cristais prejudicada pelo resíduo e tamanho de partícula menor do que a do gesso. Não houve diferença nos resultados das amostras GP e LC5, apenas com o aumento do resíduo nos compósitos.

**Tabela 5:** Resultados do Ensaio de condutividade térmica.

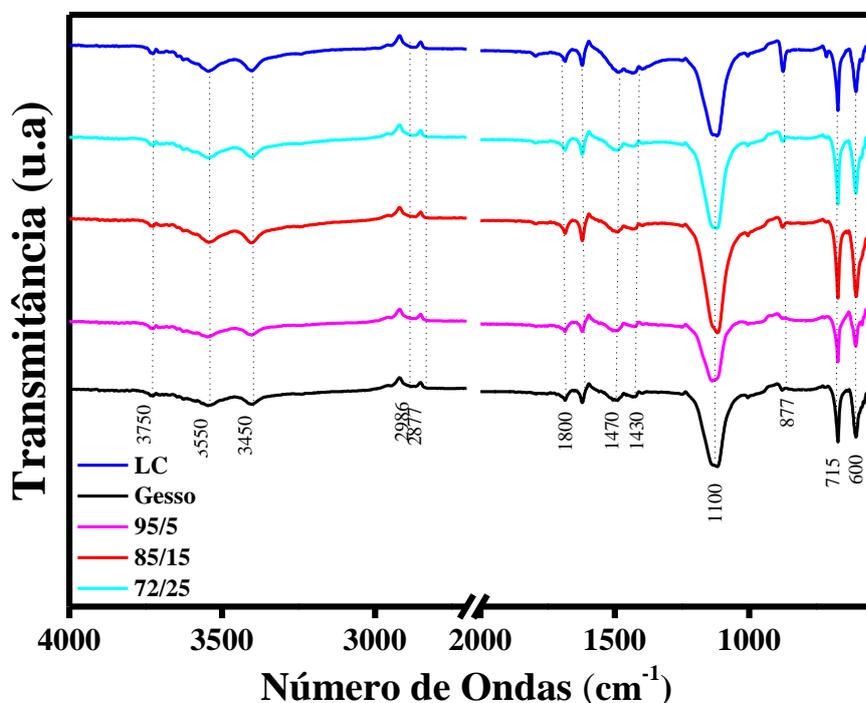
AMOSTRA	$\Delta T$	Condutividade térmica (W/m.K)
GP	18.25	0.414
LC <sub>5</sub>	18.20	0.414
LC <sub>15</sub>	16.50	0.457
LC <sub>25</sub>	14.80	0.512

### 3.1.3- Espectroscopia FT-IR modo ATR

Os espectros de FTIR do resíduo, gesso e dos emplastos modificados são apresentados na Figura 27. Em bandas próximas de 3750, 3550 e 3450  $\text{cm}^{-1}$ , característica de vibrações de O-H, que pode ser atribuída ao estiramento dos grupos hidroxílicos (OH-) do  $\text{Ca(OH)}_2$  [65,66].

Vibrações típicas do carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) são observadas no espectro próximos a 600, 715, 877, 1430, 1470, vibração de CO até 1800  $\text{cm}^{-1}$  e bandas de combinação em 2877e 2986  $\text{cm}^{-1}$  [67,68].

A banda próxima a 1100 representa o carbonato de cálcio em forma de Gipsita e também a presença do sulfato de cálcio no gesso [6].



**Figura 25:** Espectros no infravermelho do resíduo, gesso puro e compósitos.

A Tabela 6 apresenta uma comparação entre os dados dos melhores resultados obtidos neste estudo e os dados da literatura encontrados para resíduos incorporados no gesso. Poucos trabalhos relataram uma variação no tempo de cura ou na proporção de resíduos, como os apresentados neste trabalho. Cada resíduo incorporado apresentava propriedades e composições químicas diferentes e, os resultados obtidos estavam de acordo com os demais realizados anteriormente.

Inicialmente, 0,5% de pó de chá preto [42] foi adicionado ao emplasto porém ao aumentar para 2,5% houve uma queda repentina nos valores mecânicos, onde a resistência a flexão foi inferior à do LC<sub>15</sub> com 21 dias.

Os compósitos com pó de casca de ovo, pó de concha, pó de concha de vieira e pó de osso [43] também apresentaram menores valores de flexão quando comparados com os deste trabalho. Os resultados da compressão axial foram maiores e acima do padrão, considerando o período de cura de 7 dias. Khalil e colaboradores [47] incorporaram até 5% da casca de arroz e até 10% de escória de alto forno, carbonato de cálcio e polímero PVA. O valor obtido de 5% foi muito menor quando comparado ao LC<sub>5</sub>, enquanto os demais estavam dentro do esperado.

Os rebocos com casca de amendoim [48] apresentaram bom desempenho no ensaio de condutividade térmica. Pode ser atribuído à característica isolante dos resíduos utilizados. O mesmo ocorre com o resíduo de serragem madeira [69], que demonstrou melhor o desempenho térmico, diferente dos resultados obtidos no presente trabalho. No entanto, os resultados de flexão e compressão mecânicos foram inferiores aos obtidos com LC<sub>5</sub> e LC<sub>15</sub>.

Tabela 6: Tabela de comparação dos resultados mecânicos.

TABELA DE COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS MECÂNICOS									
Resíduo		Compressão		Flexão		Compressão axial		Condutividade Térmica	
		%	MPa	%	MPa	%	MPa	%	(W/m.K)
<i>Presente trabalho</i>	<i>Lama de cal</i>	5	13.68	5	5.40	5	11.76	5	0.414
		15	10.36	15	3.87	15	10.15	15	0.457
Huang e colaboradores	Pó de chá peto	0.5	36.97	0.5	7.15	-	-	-	-
		2.5	21.01	2.5	2.89	-	-	-	-
Lamrani e colaboradores	Casca de amendoim	-	-	5.5	2.15	-	-	5.5	0.230
Sophia e colaboradores	Pó de casca de ovo	-	-	-	2.30	-	15.40	-	-
	Pó de concha	-	-	15	1.95	15	12.40	-	-
	Pó de concha de vieira	-	-	-	3.05	-	18.00	-	-
	Pó de osso	-	-	-	2.75	-	19.20	-	-
Khalil e colaboradores	Casca de arroz	5	7.70	-	-	-	-	-	-
	Escória de alto forno	10	20.00	-	-	-	-	-	-
	Carbonato de cálcio	10	12.70	-	-	-	-	-	-
	Polímero PVA	10	16,00	-	-	-	-	-	-
Rojas e colaboradores	Serragem de madeira	-	-	10	3.19	10	6.96	10	0.204

## 4- Conclusão

Neste estudo foi abordado uma nova alternativa de utilização do resíduo Lama de cal com a incorporação em emplastos de gesso, podendo ser utilizada na forma como é descartada da indústria, potencializando seu uso em busca da obtenção de resultados satisfatórios dentro das normas vigentes que regulamentam os ensaios.

Nos ensaios mecânicos, obteve-se um decréscimo na resistência a flexão, compressão, compressão axial e dureza com o aumento na quantidade de resíduos, quando comparado ao gesso puro. Porém, levando em conta os parâmetros estabelecidos pelas normas utilizadas, as formulações LC<sub>5</sub> e LC<sub>15</sub> obtiveram resultados satisfatórios em todos os ensaios mecânicos, ultrapassando os valores mínimos aos 14 dias e também no tempo de pega, apenas na dureza superficial a amostra LC<sub>15</sub> mostrou-se inferior aos 21 dias. A amostra LC<sub>5</sub> apresentou diminuição inferior a 5% de resistência, nos ensaios de compressão axial e dureza quando comparada ao GP aos 21 dias.

Conclui-se que é possível a utilização do resíduo Lama de cal, proveniente da indústria de celulose como matéria prima junto ao gesso na produção de emplastos, que não apenas é uma alternativa útil ao uso de resíduos, mas também para reduzir a extração e o uso de matérias-primas naturais e também fornece um novo produto de bom desempenho.

## 5- Referências

- 
- [1] **Papel e celulose: perspectivas de investimento 2010-2013**. São Paulo: BNDES. 2010.
- [2] **Cenários IBÁ. Estatísticas da Indústria Brasileira de Árvores- 1º Trimestre de 2019**.
- [3] TEEMU, K.; MOHAMMAD, G.; EEVA, J.; ANTTI, H. **Separation, treatment and utilization of inorganic residues of chemical pulp mills**. Journal of Cleaner Production, v.133, 2016.
- [4] MONTE, M, C.; FUENTE, E.; BLANCO, A.; NEGRO, C. **Waste management from pulp and paper production in the European Union**. Waste Management, v.29, 2009.
- [5] ZHANG, J.; ZHENG, P.; WANG, Q. **Lime mud from papermaking process as a potential ameliorant for pollutants at ambient conditions: a review**. Journal of Cleaner Production, v.103, 2015.
- [6] MARTINS, F, M.; MARTINS, J, M.; FERRACIN, L, C.; DA CUNHA, C, J. **Mineral phases of green liquor dregs, slaker grits, lime mud and wood ash of a Kraft pulp and paper mill**. Journal of Hazardous Materials, v.147, 2007.
- [7] HE, J.; LANGE, C, R.; DOUGHERTY, M. **Laboratory study using paper mill lime mud for agronomic benefit**. Process Safety and Environmental Protection, v.87, 2009.
- [8] ARAYAPRANEE, W.; REMPEL, G, L. **Application of lime kiln dust as a filler in the natural rubber industry**. J. Appl. Polym. Sci., v.120, 2011.
- [9] SIQUEIRA, F, B.; HOLANDA, J, N, F. **Reuse of grits waste for the production of soil-cement bricks**. Journal of Environmental Management. v.131, 2013.
- [10] MODOLO, R.; BENTA, A.; FERREIRA, V, M.; MACHADO, L, M.. **Pulp and paper plant wastes valorisation in bituminous mixes**. Waste Management, v.30, 2010.
- [11] WOLFF, ELIANE. **O uso do lodo de estação de tratamento de água e resíduos da indústria de celulose (dregs, grits e lama de cal) na produção de cerâmica vermelha**. 183f. Tese de Doutorado (Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) - Universidade Federal de Minas Gerais. 2008.
- [12] CERNEC, F.; ZULE, J.; MOZÉ, A.; IVANUŠ, A. **Chemical and microbiological stability of waste sludge from paper industry intended for brick production**. Waste Management & Research, v.23, 2005.
- [13] BURUBERRI, L, H.; SEABRA, M, P.; LABRINCHA, J, A. **Preparation of clinker from paper pulp industry wastes**. Journal of Hazardous Materials, Volume 286, 2015.
- [14] SAVULESCU, L.; ALVA-ARGAEZ, A . **Direct heat transfer considerations for improving energy efficiency in pulp and paper Kraft mills**. Energy, v. 33, 2008.
- [15] ] GOORTANI, B, M.; MATEOS-ESPEJEL, E.; PARIS, J. **Integration of a cogeneration unit into a kraft pulping process**. Applied Thermal Engineering, v.30, 2010.
- [16] DOS SANTOS, V, R.; CABRELON, M, D.; TRICHÊS, E, D, S.; QUINTEIRO, E. **Green liquor dregs and slaker grits residues characterization of a pulp and paper mill for future application on ceramic products**. Journal of Cleaner Production, v.240, 2019.
- [17] GARCÍA, R.; DE LA VILLA, R, V.; VEGAS, I.; FRÍAS, M.; DE ROJAS, M, I, S. **The pozzolanic properties of paper sludge waste**. Construction and Building Materials, v.22, 2008.

- 
- [18] NURMESNIEMI, H.; PÖYKIÖ, R.; PERÄMÄKI, P.; KUOKKANEN, T. **The use of a sequential leaching procedure for heavy metal fractionation in green liquor dregs from a causticizing process at a pulp mill.** *Chemosphere*, v.61, 2005.
- [19] SUN, R.; LI, Y.; LIU, C.; XIE, X.; LU, C. **Utilization of lime mud from paper mill as CO<sub>2</sub> sorbent in calcium looping process,** *Chemical Engineering Journal*, v.221, 2013.
- [20] NBR10004/04- **Resíduos Sólidos – Classificação,** Rio de Janeiro, 2004, 77p.
- [21] RIBEIRO, A, P. **Avaliação do uso de resíduos sólidos inorgânicos da produção de celulose.** 2010. 141f. Tese de doutorado (Engenharia Metalurgia e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, SP.
- [22] STHIANNOPKAO, S.; SREESAI, S. **Utilization of pulp and paper industrial wastes to remove heavy metals from metal finishing wastewater.** *Journal of Environmental Management*, v.90, 2009.
- [23] PÉREZ-LÓPEZ, R., CASTILLO, J.; QUISPE, D.; NIETO, J, M. **Neutralization of acid mine drainage using the final product from CO<sub>2</sub> emissions capture with alkaline paper mill waste.** *Journal of Hazardous Materials*, v.177, 2010.
- [24] ZHANG, J.; WANG, Q.; JIANG, J. **Lime mud from paper-making process addition to food waste synergistically enhances hydrogen fermentation performance.** *International Journal of Hydrogen Energy*, v.38, 2013.
- [26] MADRID, M.; ORBE, A.; ROJÍ, E.; CUADRADO, J. **The effects of by-products incorporated in low-strength concrete for concrete masonry units.** *Construction and Building Materials*, v.153, 2017.
- [27] ADESANYA, E.; OHENOJA, K.; LUUKKONEN, T.; KINNUNEN, P.; ILLIKAINEN, M. **One-part geopolymers cement from slag and pretreated paper sludge.** *Journal of Cleaner Production*, v.185, 2018.
- [28] ARULRAJAH, A.; MOHAMMADINIA, A.; D'AMICO, A.; HORPIBULSUK, S. **Effect of lime kiln dust as an alternative binder in the stabilization of construction and demolition materials.** *Construction and Building Materials*, v.152, 2017.
- [29] QIN, J.; YANG, C.; CUI, C.; HUANG, J.; HUSSAIN, A.; HAILONG, M, A. **Ca<sup>2+</sup> and OH<sup>-</sup> release of ceramsites containing anorthite and gehlenite prepared from waste lime mud.** *Journal of Environmental Sciences*, v.47, 2016.
- [30] QIN, J.; CUI, C.; CUI, X.; HUSSAIN, A.; YANG, C.; YANG, S.; **Recycling of lime mud and fly ash for fabrication of anorthite ceramic at low sintering temperature.** *Ceramics International*, v. 41, 2015.
- [31] MARIKAN, K SOBOLEV. **The optimization of a gypsum-based composite material.** *Cement and Concrete Research*, Volume 32, Issue 11, 2002.
- [32] DNPM. Departamento Nacional de Produção Mineral, **SUMÁRIO MINERAL 2017.** < <http://www.anm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economia-mineral/sumario-mineral> >
- [33] BALTAR, C, A, M.; BASTOS, F, D F.; DA LUZ, A, B. **21. Gipsita.** *Rochas e Minerais Industriais*, 2005, CETEM-Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, SP
- [34] **ANUÁRIO ESTATÍSTICO 2019 – setor de transformação de não-metálicos.** 2019. Ministério de Minas e Energia. Disponível em: < <http://www.mme.gov.br/documents/1138775/1732813/ANU%C3%81RIO+N%C3%83O-METÁLICOS+2019.pdf/97ce79c9-28a7-49d3-9ae4-4afab15e810e> >. Acesso em: 05 out. 2019.

- 
- [35] **ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO DRYWALL. VANTAGENS E APLICAÇÕES.** 2015. Disponível em: <  
<http://www.drywall.org.br/index2.php/10/vantagens-e-aplicacoes> >
- [36] CAMARINI, G.; DOS SANTOS, L, K, D.; PINHEIRO, S, M, M. **Investigation on gypsum plaster waste recycling: an eco-friendly material**, Green Materials 2015.
- [37] GERALDO, R, H.; PINHEIRO, S, M,M.; SILVA, J, S.; ANDRADE, H, M,C.; DWECK, JO.; GONÇALVES, J, P.; CAMARINI, G. **Gypsum plaster waste recycling: A potential environmental and industrial solution**, Journal of Cleaner Production, v.164, 2017.
- [38] PINHEIRO, S, M,M. **Gesso Reciclado: Avaliação de Propriedades para Uso em Componentes.** 2011. 352p. Tese (Doutorado). Departamento de Arquitetura e Construção, UNICAMP.
- [39] AHMED, A.; UGAI, K.; KAMEI, T. **Investigation of recycled gypsum in conjunction with waste plastic trays for ground improvement**, Construction and Building Materials, v.25, 2011.
- [40] AHMED, A.; UGAI, K. **Environmental effects on durability of soil stabilized with recycled gypsum**, Cold Regions Science and Technology, v.66, 2011.
- [41] CAMARINI, G.; PINTO, M, C, C.; DE MOURA, A, G.; MANZO, N, R. **Effect of citric acid on properties of recycled gypsum plaster to building components**, Construction and Building Materials, v.124, 2016.
- [42] HUANG, Y.; XU, C.; LI, H.; JIANG, Z.; GONG, Z.; YANG, X.; CHEN, Q. **Utilization of the black tea powder as multifunctional admixture for the hemihydrate gypsum**, Journal of Cleaner Production, v.210, 2019.
- [43] SOPHIA, M.; SAKTHIESWARAN, N. **Waste shell powders as valuable bio-filler in gypsum plaster – Efficient waste management technique by effective utilization**, Journal of Cleaner Production, v.220, 2019
- [44] BARRIGUETE, A, V.; SÁNCHEZ, E, A.; MERINO, M, D R.; RAMÍREZ, C, P. **Analysis of the improved water-resistant properties of plaster compounds with the addition of plastic waste**, Construction and Building Materials, v.230, 2020.
- [45] RIVERO, A, J.; BÁEZ, A, D G.; NAVARRO, J, G. **New composite gypsum plaster – ground waste rubber coming from pipe foam insulation**, Construction and Building Materials, v.55, 2014.
- [46] MERINO, M,R.; ASTORQUI, J,S,C.; SÁEZ, P,V.; JIMÉNEZ, R,S.; CORTINA, M, G. **Eco plaster mortars with addition of waste for high hardness coatings**, Construction and Building Materials, v.158, 2018.
- [47] KHALIL, A, A.; TAWFIK, A.; HEGAZY, A., EL-SHAHAT, M,F. **Effect of some waste additives on the physical and mechanical properties of gypsum plaster composites**, Construction and Building Materials, v.68, 2014.
- [48] LAMRANI, M.; LAAROUSSI, N.; KHABBAZI, A.; KHALFAOUI, M.; GAROUM, M.; FEIZ, A. **Experimental study of thermal properties of a new ecological building material based on peanut shells and plaster**, Case Studies in Construction Materials, v.7, 2017.
- [49] YU, Q,L.; BROUWERS, H, J. **Thermal properties and microstructure of gypsum board and its dehydration products: A theoretical and experimental investigation.** Fire Mater., 36,2012.
- [50] **ASTM C472-99: Standard Test Methods for Physical Testing of Gypsum, Gypsum Plasters and Gypsum Concrete.** ASTM American Society for Testing and Materials,2014.
- [51] **ASTM C28: Standard Specification for Gypsum Plasters.** ASTM American Society for Testing and Materials, 2015..

- 
- [52] **UNE-EN 13279-1: Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción.** AENOR Asociación Española de Normalización y Certificación
- [53] **UNE-EN 13279-2: Yesos de construcción y conglomerantes a base de yeso para la construcción- Métodos de ensayo.** AENOR Asociación Española de Normalización y Certificación
- [54] **NORMA, NBR 12129: Gesso para construção civil- Determinação das propriedades mecânicas.** ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2019.
- [55] **NORMA, NBR 13207: Gesso para construção civil- Requisitos.** ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2017.
- [56] **ASTM C518 – 17. Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Apparatus.** ASTM American Society for Testing and Materials, 2017.
- [57] **ASTM C1363 – 19. Standard Test Method for Thermal Performance of Building Materials and Envelope Assemblies by Means of a Hot Box Apparatus.** ASTM American Society for Testing and Materials, 2019.
- [58] LINHALES, F. **Caracterização do gesso.** 22 f. Trabalho curso de pós-graduação em Engenharia de Minas e Metalúrgica, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2003.
- [59] KONDRATIEVA, N.; BARRE, M.; GOUTENOIRE, F.; SANYTSKY, M. **Study of modified gypsum binder.** Construction and Building Materials, v.149, 2017.
- [60] SINGH, N.B.; MIDDENDORF, B. **Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization,** Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials, v.53, 2007.
- [61] KREJSOVÁ, J.; DOLEŽELOVÁ, M.; PERNICOVÁ, R.; SVORA, P.; VIMMROVÁ, A. **The influence of different aggregates on the behavior and properties of gypsum mortars,** Cement and Concrete Composites, v.92, 2018.
- [62] GMOUH, A.; EVE, S.; SAMDI, A.; MOUSSA, R.; HAMEL, J.; GOMINA, M. **Changes in plaster microstructure by pre-stressing or by adding gypsum grains: microstructural and mechanical investigations.** Materials Science and Engineering: A, v.352, 2003.
- [63] CHINDAPRASIRT, P.; BOONSERM, K.; CHAIRUANGSRI, T.; VICHIT-VADAKAN, W.; EAIMSIN, T.; SATO, T.; PIMRAKSA, K. **Plaster materials from waste calcium sulfate containing chemicals, organic fibers and inorganic additives,** Construction and Building Materials, 25, 3193-3203, 2011.
- [64] REZAEI, H.R.; GUPTA, R. P.; BRYANT, G.W.; HART, J.T.; LIU, G.S.; BAILEY, C.W.; WALL, T.F.; MIYAMAE, S.; MAKINO, K.; ENDO, Y. **Thermal conductivity of coal ash and slags and models used,** Fuel, v. 79, 2000.
- [65] MARTINS, F. M. **Caracterização Química e Mineralógica de Resíduos Sólidos Industriais Mineraiis do Estado do Paraná.** Dissertação (Mestrado em Química) – Programa de pós-graduação em Química - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR. 158f. 2006.
- [66] BELLAMY, L. J. **The Infrared Spectra of Complex Molecules.** Chapman and Hall, 3rd ed., New York, 1975.
- [67] XIA, MEI-SHENG, et al. **A Potential Bio-Filler: The Substitution Effect of Furfural Modified Clam Shell for Carbonate Calcium in Polypropylene.** Journal of Composite Materials, v. 49, p. 807–816, 2015.
- [68] LEGODI, M. A., et al. **Quantitative Determination of CaCO<sub>3</sub> in Cement Blends by FT-IR.** Applied Spectroscopy, v. 55, p.361–365, 2001.
- [69] ROJAS, M. A. P.; CONDE, M. J. M.; GALVEZ, F. P.; LIÑÁN, C. R. **Eco-efficient acoustic and thermal conditioning using false ceiling plates made from plaster and wood waste.** Journal of Cleaner Production, v.166 p.690-705, 2017.