



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

PRISCILLA ELISA DE AZEVEDO BASTO

**DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE POR CONDUTIVIDADE ELÉTRICA DO
LODO DE ESTAÇÕES DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE) PARA ADIÇÃO AO
CIMENTO PORTLAND**

Recife

2018

Priscilla Elisa de Azevedo Basto

**DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE POR CONDUTIVIDADE ELÉTRICA
DO LODO DE ESTAÇÕES DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE) PARA ADIÇÃO
AO CIMENTO PORTLAND**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal de Pernambuco como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Antônio Acácio de Melo Neto

Recife

2018

Catálogo na fonte
Bibliotecária Maria Luiza de Moura Ferreira, CRB-4 / 1469

B327d Basto, Priscilla Elisa de Azevedo.

Determinação da pozolanicidade por condutividade elétrica do lodo de estações de tratamento de esgoto (ETE) para adição ao cimento Portland / Priscilla Elisa de Azevedo Basto. - 2018.

99 folhas, il., tabs., abr., sigl. e simb.

Orientador: Prof. Antônio Acácio de Melo Neto.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2018.

Inclui Referências.

1. Engenharia Civil. 2. Cinzas de lodo de esgoto. 3. Caracterização. 4. Pozolanicidade. 5. Condutividade elétrica. I. Melo Neto, Acácio de (Orientador). II. Título.

UFPE

624 CDD (22. ed.)

BCTG/2018-104



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL

A comissão examinadora da Defesa de Dissertação de Mestrado

**DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE POR CONDUTIVIDADE ELÉTRICA
DO LODO DE ESTAÇÕES DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE) PARA
ADIÇÃO AO CIMENTO PORTLAND**

Defendida por

Priscilla Elisa de Azevedo Basto

Considera a candidata APROVADA

Recife, 08 de fevereiro de 2018

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Antônio Acácio de Melo Neto – UFPE
(orientador)

Prof. Dr. Holmer Savastano Junior – USP
(examinador externo)

Prof. Dr. Arnaldo Manoel Pereira Carneiro – UFPE
(examinador interno)

Dedico este trabalho a minha avó Elisa (In Memoriam),
que lá no céu, deve estar muito feliz por mim

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por tudo o que Ele me proveu e por estar presente em todos os momentos da minha vida.

Aos meus pais, Cláudia e Gustavo, por todo amor, incentivo e apoio quando eu mais precisava. Ao meu irmão João, pelos risos que arranca com suas bobagens.

A Igor, pelo carinho, amor, companheirismo, atenção e presteza, me ajudando tanto no meu trabalho, quanto a proporcionar valiosos momentos de descontração e descanso.

À Rafaella e Ana Elizabeth, por manter o trio unido mesmo à distância, torcerem por mim e pela a certeza que sempre estariam lá quando precisasse.

À Andressa, por todas as conversas, suporte e amizade em todos os momentos.

Ao meu orientador, professor Antônio Acácio, pela confiança, disponibilidade e disposição em ajudar no que fosse necessário para o desenvolvimento do meu trabalho.

Ao professor Mauro e o discente Matheus, pelo auxílio no desenvolvimento do sistema de aquisição de dados, contribuindo imensamente para o sucesso dessa pesquisa.

Ao professor Paulo Regis, pelos ensinamentos e contribuições importantes para o meu aprendizado.

À Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia de Pernambuco (FACEPE), pela bolsa de mestrado concedida.

Ao Instituto de Tecnologia de Pernambuco (ITEP) por permitir a utilização de suas instalações e equipamentos e aos seus funcionários pelo auxílio na execução dos ensaios.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil (PPGEC), principalmente os professores, por transmitirem seus conhecimentos da melhor forma possível, aos funcionários, pela assistência provida sempre que necessário e, aos técnicos do Laboratório de Construção Civil, pela ajuda na preparação do material e na execução dos ensaios.

Aos colegas de mestrado e do Laboratório de Tecnologia dos Aglomerantes pelos trabalhos realizados e convívio diário na universidade, deixando tudo mais leve.

A todos os amigos e familiares que estiveram ao meu lado e que contribuíram direta ou indiretamente para a conclusão dessa etapa.

RESUMO

A urbanização e o constante crescimento populacional e industrial ocasionaram um problema no gerenciamento dos resíduos provenientes do tratamento de esgoto. No Brasil, as baixas taxas de coleta e tratamento de esgoto indicam que ainda existe um grande potencial de crescimento na quantidade de lodo de esgoto a ser produzido, que geralmente é disposto em aterros sanitários. Visando a redução do armazenamento deste resíduo e das emissões de dióxido de carbono resultantes da produção do cimento Portland, foi conduzido o estudo das cinzas de lodo de esgoto (CLE) para a utilização como material pozolânico em substituição parcial do cimento Portland. Neste trabalho foi realizada a caracterização química, física e mineralógica e a verificação da atividade pozolânica das cinzas do lodo de esgoto proveniente da Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) Mangueira localizada na cidade de Recife-PE. A avaliação da pozolanidade foi realizada através da determinação atividade pozolânica com hidróxido de cálcio aos sete dias (NBR5751:2015) e por condutividade elétrica. As CLE foram obtidas através da calcinação do lodo seco em mufla elétrica nas temperaturas de 600, 700, 800 e 900°C, sendo denominadas CLE600, CLE700, CLE800 e CLE900, respectivamente. Dessa forma, foi possível verificar o efeito da temperatura de incineração nas propriedades das cinzas. Através resultados da análise química por fluorescência de raios-X e análise mineralógica por difração de raios-X foi constatado que este material é constituído majoritariamente por óxido de silício na forma de quartzo. No ensaio da NBR 5751:2015, a resistência à compressão dos corpos-de-prova produzidos com argamassas de hidróxido de cálcio e CLE foi reduzida com o aumento da temperatura de calcinação das cinzas, e apenas as CLE600 e CLE700 atingiram a resistência mínima para classificação do material como pozolana nesse parâmetro. Este resultado segue o comportamento do aumento da intensidade dos picos de óxido de silício, do aumento diâmetro médio das partículas, e da diminuição da superfície específica das cinzas com a temperatura. Assim, pode-se constatar através dos difratogramas que a elevação da temperatura de calcinação das CLE promoveu a cristalização da sílica amorfa, reduzindo a conseqüentemente a atividade pozolânica. Ademais, evidenciou-se a importância da finura para a pozolanidade do material, uma vez que as cinzas de menores diâmetros médios e maiores superfícies específicas obtiveram os melhores desempenhos. Quanto ao ensaio de condutividade elétrica, a perda de condutividade da solução indicou o consumo de hidróxido de cálcio pelas cinzas, sendo as maiores variações de condutividade obtidas pelas CLE700 e CLE600, respectivamente. Além disso, apesar de suas limitações devido a interferência dos íons dispersos na solução na medição da condutividade, o método se mostrou efetivo na avaliação da pozolanidade das CLE, pois existe uma tendência a linearidade entre este método e o ensaio apresentado na NBR 5751, com índice de determinação de 0,9664, e os resultados de ambos ensaios indicarem que as cinzas calcinadas a 600 e 700°C possuem a maior atividade pozolânica. Portanto, este pode utilizado como um método expedito de avaliação da pozolanidade da atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto.

Palavras-Chave: Cinzas de lodo de esgoto. Caracterização. Pozolanidade. Condutividade elétrica

ABSTRACT

Urbanization and constant population and industrial growth led to wastewater treatment residues management issues. In Brazil, the low sewage collection and treatment rates indicate that there is a great potential for increasing the quantity of produced material, which is mainly disposed in landfills. In order to reduce the storage of this residue and carbon dioxide emissions resulting from Portland cement production, it was conducted a study of sewage sludge ash (SSA) for use as pozzolanic material in partial replacement of Portland cement. In this work, it was performed a chemical, physical and mineralogical characterization, and a verification of pozzolanic activity of ashes produced with sewage sludge from the Mangueira's Wastewater Treatment Plant (WWTP), located in the city of Recife-PE. The pozzolanic activity was established by pozzolanic activity determination with lime at 7 days (NBR 5751:2015) and electrical conductivity. SSA were obtained by calcining the dry sludge in an electric muffle at temperatures of 600, 700, 800 and 900°C. The resulting ashes were named SSA600, SSA700, SSA800 and SSA900, respectively. As a result, it was possible to verify the effect of incineration temperature on the ashes properties. Results of chemical analysis by X-ray fluorescence and mineralogical analysis by X-ray diffraction showed that this material consists mainly of silicon oxide in the form of quartz. On the NBR 5751:2015 test, the compressive strength of samples decrease with calcination temperature increasing, and only SSA600 and SSA700 reached the minimum compressive strength to be classified as pozzolan. Following the behavior of increasing of silicon oxide peaks intensity and average particle diameter, and specific surface drop caused by the temperature rise. Thus, it was verified that an increase of the calcination temperature of SSA promoted a crystallization of amorphous silica, reducing the pozzolanic activity. In addition, fineness importance for the pozzolanic activity was evidenced, since the ashes with smaller mean diameter and larger specific surface areas obtained better performances. Regarding the electrical conductivity test, the loss of conductivity of calcium hydroxide-SSA solution indicates the fixation of calcium hydroxide by SSA. The higher variations in conductivity were obtained by SSA700 and SSA600, respectively. Moreover, besides the limitations regarding the interference of dispersed ions in the solution during the conductivity measurement, the method was effective in evaluating the pozzolanic activity of the SSA. This was confirmed by the tendency for linearity between this method and the test presented in NBR 5751, with a determination index of 0.9664, and the fact that both tests results indicate that the ashes calcined at 600 and 700°C have the highest pozzolanic activity. Therefore, this method can be used as a rapid test for pozzolanic activity evaluation of sewage sludge ash.

Keywords: Sewage sludge ash. Characterization. Pozzolanic activity. Electrical conductivity

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Níveis de atendimento de esgotos dos municípios cujos prestadores de serviços são participantes do SNIS em 2015	17
Figura 2 – Rotas de tratamento e disposição do lodo	28
Figura 3 – Sistema convencional de oxidação úmida com reator vertical	33
Figura 4 – Modelo do incinerador de câmaras múltiplas	34
Figura 5 – Modelo do incinerador de leito fluidizado	34
Figura 6 – Fluxograma da ETE Mangueira	37
Figura 7 – Representação de pastas preparadas (a) com cimento Portland e (b) com cimento Portland pozolânico	38
Figura 8 – Modelo de classificação da reatividade de uma pozolana no método de Tashima	44
Figura 9 – Fluxograma esquemático do procedimento de preparação das cinzas de lodo de esgoto	55
Figura 10 – Traços de difração de raios-X do hidróxido de cálcio P.A.	56
Figura 11 – Distribuição granulométrica discreta e acumulada do hidróxido de cálcio P.A. ..	57
Figura 12 – Traços de difração de raios-X do metacaulim.....	58
Figura 13 – Distribuição granulométrica discreta e acumulada do metacaulim.....	58
Figura 14 – Distribuição granulométrica acumulada do agregado miúdo.....	59
Figura 15 – Vista superior da estação de tratamento de esgoto Mangueira	59
Figura 16 – Lodo <i>in natura</i> após a retirada da água.....	60
Figura 17 – Lodo <i>in natura</i> seco ao sol	60
Figura 18 – Lodo <i>in natura</i> seco em estufa	60
Figura 19 – Lodo <i>in natura</i> destorroado.....	60
Figura 20 – Traços de difração de raios-X do lodo seco	61
Figura 21 – Distribuição granulométrica discreta e acumulada do lodo seco	61
Figura 22 – Mufla elétrica para calcinação do lodo seco <i>in natura</i>	62
Figura 23 – Cinzas de lodo de esgoto (a) CLE600 (b) CLE700 (c) CLE800 (d) CLE900	63
Figura 24 – Aparelhagem do ensaio de condutividade elétrica.....	69
Figura 25 – Condutímetro e <i>Raspberry Pi</i> utilizados no ensaio de condutividade elétrica ..	69
Figura 26 – Massa específica das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C.....	71
Figura 27 – Superfície específicas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C.....	71

Figura 28 – Traços de difração de raios-X das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	72
Figura 29 – Distribuição granulométrica discreta das partículas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	73
Figura 30 – Distribuição granulométrica acumulada das partículas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	73
Figura 31 – Resistência à compressão das argamassas de cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C e metacaulim aos 7 dias	75
Figura 32 – Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a temperatura de calcinação das cinzas de lodo de esgoto.....	76
Figura 33 – Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a superfície específica das cinzas de lodo de esgoto	77
Figura 34 – Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e o D_{50} das cinzas de lodo de esgoto.....	77
Figura 35 – Variação da condutividade do metacaulim e das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	79
Figura 36 – Perda relativa da condutividade do metacaulim e das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	80
Figura 37 – Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600°C em escala logarítmica.....	81
Figura 38 – Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 700°C em escala logarítmica.....	81
Figura 39 – Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 800°C em escala logarítmica.....	82
Figura 40 – Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 900°C em escala logarítmica.....	82
Figura 41 – Variação da condutividade do metacaulim em escala logarítmica	82
Figura 42 – Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a perda relativa de condutividade das cinzas de lodo de esgoto	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características dos níveis de tratamento de esgoto	25
Tabela 2 – Subprodutos do tratamento de esgoto doméstico	26
Tabela 3 – Estágios do gerenciamento do lodo de esgoto e principais processos utilizados ...	27
Tabela 4 – Avaliação da atividade pozolânica por medição da condutividade no método de Lúxan	42
Tabela 5 – Características físicas e químicas das cinzas de lodo de esgoto	45
Tabela 6 – Composição química em quantidade de óxidos (%) do hidróxido de cálcio P.A...	56
Tabela 7 – Composição química em quantidade de óxidos (%) do metacaulim.....	57
Tabela 8 – Composição química em quantidade de óxidos (%) do lodo seco	61
Tabela 9 – Composição química em quantidade de óxidos (%) das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	70
Tabela 10 – Diâmetro médio e D_{50} das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C	73
Tabela 11 – Quantidade de materiais utilizados para produção das argamassas referentes ao ensaio de determinação de atividade pozolânica com cal aos 7 dias.....	75
Tabela 12 – Condutividade elétrica (C_{poz}) _t , variação da condutividade (Δ_t) e perda relativa de condutividade (%PC) _t das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C e do metacaulim.....	79

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	<i>American Society of Testing Materials</i>
ATG	Análise termogravimétrica
CLE	Cinzas de lodo de esgoto
CLE600	Cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 600°C
CLE700	Cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 700°C
CLE800	Cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 800°C
CLE900	Cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 900°C
CONAMA	Conselho Nacional de Meio Ambiente
Compesa	Companhia Pernambucana de Saneamento
DBO	Demanda bioquímica do oxigênio
DQO	Demanda química de oxigênio
DRX	Difração de raios-X
ETE	Estações de Tratamento de Esgoto
FRX	Fluorescência de raios-X
LALLS	<i>Low angle laser light scattering</i> (espalhamento de luz laser de ângulo baixo)
LE	Lodo de esgoto
LS	Lodo seco <i>in natura</i>
MTC	Metacaulim
OD	Oxigênio dissolvido
OMS	Organização Mundial de Saúde
PF	Perda ao fogo
Rh	Ródio
RMR	Região Metropolitana do Recife
SNIS	Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento
UASB	<i>Upflow anaerobic sludge blanket</i> (reator anaeróbio de fluxo ascendente)
WBCSD	<i>World Business Council for Sustainable Development</i>

LISTA DE SÍMBOLOS

C_3A	Aluminato tricálcico
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
$I_{cemento}$	Índice de desempenho da pozolana com cimento Portland aos 28 dias
f_{cB}	Resistência média da argamassa B
f_{cA}	Resistência média da argamassa A
$(C_{poza})_t$	Condutividade final absoluta para um determinado tempo
$(\%PC)_t$	Porcentagem de perda de condutividade para um determinado tempo
C_0	Condutividade inicial
ξ	Perda relativa de condutividade
n	Velocidade de redução do núcleo
t	Tempo de ensaio
K	Constante da taxa de reação
D_e	Coefficiente de difusão
$D_{4,3}$	Diâmetro médio das partículas
D_{50}	Diâmetro do grão correspondente a 50% do material passante
m	Massa de material pozolânico
δ_{poz}	Massa específica do material pozolânico
δ_{cal}	Massa específica do hidróxido de cálcio
a/agl	Relação água/aglomerante
$IC_{médio}$	Índice de consistência médio
$(C_{poz})_t$	Condutividade elétrica para um determinado tempo
Δ_t	Varição da condutividade elétrica para um determinado tempo
R^2	Coefficiente de determinação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
1.1	JUSTIFICATIVA	19
1.2	OBJETIVOS	21
1.2.1	Objetivo geral	21
1.2.2	Objetivos específicos	21
1.3	ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO.....	21
2	REVISÃO DA LITERATURA	23
2.1	SISTEMA DE ESGOTAMENTO SANITÁRIO.....	23
2.1.1	Tratamento de esgoto	24
2.1.2	Tratamento do lodo de esgoto	26
2.1.3	Disposição final do lodo de esgoto	28
2.1.3.1	Lançamento nos oceanos	29
2.1.3.2	Aterro sanitário	29
2.1.3.3	Reciclagem agrícola.....	29
2.1.3.4	Recuperação de áreas degradadas	30
2.1.3.5	Reuso industrial	31
2.1.3.6	Oxidação úmida	32
2.1.3.7	Incineração	33
2.1.4	Esgotamento sanitário da Região Metropolitana do Recife – PE	35
2.2	MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE.....	37
2.2.1	Métodos diretos	39
2.2.2	Métodos indiretos	40
2.2.3	Avaliação da atividade pozolânica por condutividade elétrica	41
2.3	CINZAS DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE) .	44
2.3.1	Reuso das cinzas	46
2.3.1.1	Extração de fosfato.....	47

2.3.1.2	Indústria da construção	48
2.3.1.3	Avaliação da pozolanicidade das cinzas	50
2.4	CONCLUSÕES	52
3	MATERIAIS E MÉTODOS	54
3.1	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	54
3.2	MATERIAIS	56
3.2.1	Hidróxido de cálcio	56
3.2.2	Metacaulim	57
3.2.3	Agregado miúdo	58
3.2.4	Lodo de esgoto	59
3.2.5	Cinzas de lodo de estação de tratamento de esgoto.....	62
3.3	PROCEDIMENTOS DE ENSAIO	63
3.3.1	Análises físicas	63
3.3.1.1	Massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier.....	63
3.3.1.2	Massa específica de agregados miúdos por meio do frasco de Chapman	63
3.3.1.3	Composição granulometria do agregado miúdo	63
3.3.1.4	Superfície específica pelo método de Blaine	64
3.3.1.5	Granulometria a laser	64
3.3.2	Análise química por fluorescência de raios-X (FRX)	65
3.3.3	Análise mineralógica por difração de raios-X (DRX)	65
3.3.4	Análise da pozolanicidade	66
3.3.4.1	Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias.....	66
3.3.4.2	Avaliação da atividade pozolânica por condutividade elétrica.....	67
4	APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS.....	70
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS CINZAS DE LODO DE ESGOTO	70
4.1.1	Conclusões	74
4.2	DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA COM CAL AOS 7 DIAS	74

4.2.1	Relação entre as características físicas e a atividade pozolânica.....	76
4.2.2	Conclusões	78
4.3	ATIVIDADE POZOLÂNICA PELO MÉTODO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA	78
4.3.1	Relação entre os métodos de avaliação da atividade pozolânica	83
4.3.2	Conclusões	84
5	CONCLUSÕES	85
5.1	SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS.....	86
	REFERÊNCIAS	88

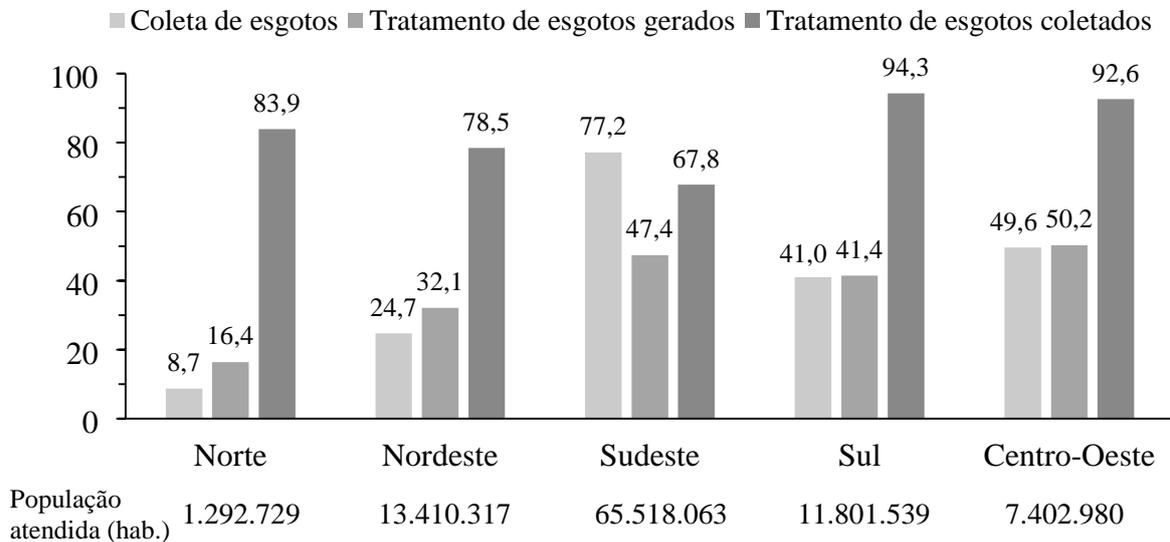
1 INTRODUÇÃO

Este trabalho está inserido na linha de pesquisa da área de Construção Civil do Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil do Centro de Tecnologia e Geociências da Universidade Federal de Pernambuco, que aborda o reaproveitamento de resíduos na Construção Civil. Em estudo se encontra o lodo oriundo de estações de tratamento de esgoto, visando sua utilização como substituição parcial do cimento Portland. Nesta etapa, é verificada a possível atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto utilizando o método da condutividade elétrica.

O lodo sanitário é o principal subproduto semi-sólido gerado pelo tratamento de esgotos sanitários domésticos, constituindo um dos resíduos urbanos de gerenciamento mais difícil. Este material é constituído por matéria orgânica e inorgânica na forma de macronutrientes como, por exemplo, nitrogênio e fósforo, e micronutrientes, como cobre, ferro e zinco. Além disso, o lodo de esgoto contém bactérias, vírus, algas, fungos, protozoários e outros microrganismos patogênicos (LIMA, 2013). Dessa forma, assim como o próprio esgoto, o lodo deve ser tratado antes de sua disposição final, gerando um produto mais estável e com menor volume, facilitando o seu manuseio e reduzindo custos nos processos subsequentes (PEDROZA et al., 2010).

No Brasil, o tratamento de esgoto doméstico ainda não contempla toda a população. A produção de lodo está estimada entre 150 e 220 mil toneladas de matéria seca por ano, porém como os índices de coleta e tratamento de esgoto são baixos, existe o potencial de aumento da quantidade de lodo a ser disposto (ANDREOLI e PINTO, 2001). Segundo dados do Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS), para o ano de 2015, estima-se que para uma população atendida de aproximadamente 99,4 milhões de pessoas a média do índice de atendimento total com rede de esgotos foi de 50,3%, e o índice de tratamento de esgotos do país foi igual a 42,7% dos esgotos gerados e 74,0% dos esgotos coletados. Para a região nordeste esses índices foram de 24,7%, 32,1% e 78,5%, respectivamente, como indicado no gráfico apresentado na Figura 1 (BRASIL, 2017a). Demonstrando o quanto a produção de lodo proveniente do tratamento de esgoto ainda pode aumentar com a crescente ampliação das redes de coleta de esgoto.

Figura 1 – Níveis de atendimento de esgotos dos municípios cujos prestadores de serviços são participantes do SNIS em 2015



Fonte: Brasil (2017a)

A quantidade de lodo produzida está fortemente relacionada a vazão de águas residuais que chegam ao sistema, e ao tipo de tratamento e operação utilizados no local, crescendo constantemente com os programas de saneamento básico impulsionado pelas políticas ambientais. Assim, devido aos grandes volumes de lodo gerado, a sua disposição final se tornou um quadro preocupante, inclusive no Brasil.

A indústria da construção é uma das maiores consumidoras de recursos naturais não renováveis e de energia. Em paralelo, a expansão da construção aumenta as emissões de dióxido de carbono (CO_2), afetando o meio ambiente através das mudanças no clima e elevando a temperatura da superfície da Terra (DHIR et al., 2017). O *World Business Council for Sustainable Development* (WBCSD, 2016) apontou que, a produção de cimento é responsável por cerca de 5% das emissões de dióxido de carbono do mundo, se comparando a indústrias como as de produção de ferro e aço (IPCC, 2005). De acordo com o presidente da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), José Goldemberg, no Brasil, para cada tonelada de cimento produzida é gerado aproximadamente 600 kg de CO_2 . Mesmo esta quantidade sendo menor que a produção mundial, de 900 kg de CO_2 por tonelada de cimento, ainda representa um desafio para a sociedade (FREIRE, 2016).

Em sua Iniciativa para Sustentabilidade no Cimento (em inglês, *The Cement Sustainability Initiative*) o WBCSD desenvolveu um plano de ação para preparar a indústria para um desenvolvimento sustentável. Dentre as suas metas está a utilização de resíduos como

matéria-prima, adição mineral e combustível (WBCSD, 2002). Além do viés sustentável, a utilização de pozolanas na indústria cimenteiras também possui vantagens econômicas como a incorporação de um material de menor custo relativo no clínquer, o prolongamento da vida útil das jazidas de calcário e a produção de uma maior quantidade de cimento por tonelada de clínquer, aumentando a produtividade (ZAMPIERI, 1993).

A construção civil tem ocupado lugar de destaque na incorporação de subprodutos provenientes de diversas indústrias na sua cadeia produtiva, principalmente através da sua utilização como adição mineral ao cimento e matrizes cimentícias, minimizando os impactos do descarte dos resíduos no meio ambiente. Dentre os subprodutos disponíveis mais utilizados podem ser citados as cinzas volante, a sílica ativa, a escória de alto forno, as cinzas do bagaço de cana e as cinzas da casca de arroz. Além desses, as cinzas de lodo de esgoto vêm sendo estudadas quanto ao seu uso como adição mineral em argamassas e concretos, apresentando características e desempenho satisfatórios.

Em seu trabalho Monzó et al. (1999) substituíram 15% e 30% de massa de cimentos Portland com diferentes porcentagens de aluminato tricálcico (C_3A) por CLE em argamassas curadas aos 40°C e obtiveram ganhos de resistência à compressão quando comparadas as argamassas de controle, indicando as propriedades pozolânicas das cinzas. Nos resultados publicados por Fontes et al. (2004), as argamassas produzidas com uma substituição de 10 a 30% em massa do cimento Portland por cinzas calcinada a 550°C obtiveram uma resistência à compressão maior do que a argamassa de referência aos 7 dias e mantiveram um desempenho muito próximo a referência aos 28 dias, sendo considerado uma diferença insignificante. No caso do uso das cinzas no concreto, a substituição de 5% promoveu um aumento da resistência a compressão aos 28 dias e a mistura contendo 10% obteve um resultado um pouco abaixo do obtido pelo concreto de referência. Resultados similares foram obtidos nas argamassas produzidas por Chin et al. (2016), na qual a substituição de 10% de cimento por CLE calcinadas a 600 e 800°C atingiram resistências próximas a mistura de referência aos 7 dias. Já aos 28 e 90 dias, a mistura contendo cinzas calcinadas a 800°C obteve uma resistência aproximadamente 1 e 5% maior que a argamassa de referência, respectivamente. Assim, pode ser observado o potencial de utilização das cinzas provenientes da calcinação do lodo de esgoto em substituição ao cimento Portland, utilizando um material disponível em grandes quantidades e contribuindo para sustentabilidade da indústria da construção.

1.1 JUSTIFICATIVA

Na primeira metade do século XIX, o tratamento dos efluentes antes do seu lançamento em cursos d'água tornou-se uma prioridade na Inglaterra, após a descoberta de que a epidemia de cólera foi disseminada por águas contaminadas pela descarga de esgoto (COSTA, 2014). Essa preocupação foi tomada por outros países e se tornou crescente com a redução dos recursos hídricos disponíveis devido a degradação dos corpos de água. Apesar desses sistemas de tratamento de efluentes retornarem à água aos mananciais com um grau de pureza adequado, um resíduo é gerado, o lodo de esgoto (PEDROZA et al., 2010).

Com o constante crescimento populacional, a urbanização e o desenvolvimento industrial e tecnológico a produção desses resíduos se intensificou, sendo necessário que o lodo produzido pelas Estações de Tratamento de Esgoto (ETE) possuíssem um gerenciamento complexo e com altos custos (GEYER, 2001; PEDROZA et al., 2010). Essas dificuldades se devem a grande quantidade de lodo que podem ser produzidas, a disponibilidade de locais adequados ao descarte, a distância de transporte, os impactos ambientais e as características de operação e processo (JORDÃO e PESSÔA, 2011). Andreoli e Pinto (2001) afirmaram que, embora a gestão dos resíduos represente de 20 a 60% dos custos operacionais de uma estação de tratamento, nos países em desenvolvimento, inclusive o Brasil, o planejamento e execução do destino final têm sido constantemente negligenciados.

Entre as alternativas para a disposição final do lodo, podem ser destacadas o aterro sanitário, a incineração, a descarga oceânica, a disposição superficial sobre o solo, a recuperação de área degradada e a reciclagem agrícola (MINISTÉRIO DAS CIDADES, 2008; VON SPERLING, 2007). Em geral, no país, o lodo de esgoto é descartado em aterros sanitários, agravando o problema de resíduos urbanos e indo de encontro com a Política Nacional de Resíduos Sólidos, que propõe um aumento da reciclagem e reutilização dos resíduos sólidos e um destino ambientalmente adequado dos rejeitos (MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE, 2017; GODOY, 2013). Portanto, devem ser incentivadas outras alternativas que promovam a reciclagem e reuso desses resíduos.

Muitos países estão escolhendo o processo de incineração devido às dificuldades em manter seus aterros. Esta alternativa confere a maior redução do volume do lodo, além de destruir substâncias orgânicas e organismos patogênicos (LUDUVICE e FERNANDES, 2007). Entretanto, ainda é necessário encontrar locais adequados para a disposição das cinzas remanescentes da incineração. Assim, estão sendo desenvolvidos usos para as cinzas de lodo

de esgoto (CLE), principalmente na construção civil, onde podem ser inseridas em produtos cerâmicos (tubo, tijolos, telhas e lajotas), pavimentos, agregado leve na produção de concreto, estabilização de solo na mistura solo-cimento e como adição mineral ao cimento Portland na produção de argamassas e concreto (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013; GODOY, 2013; CASTRO et al., 2015; SMOL et al., 2015; DHIR et al., 2017). Além da retirada dos resíduos da incineração do meio ambiente, esse processo agrega um valor as cinzas variando de acordo com o tipo de utilização. A utilização de resíduos como adições minerais se destaca como um uso mais nobre deste material, conferindo-lhe um maior valor de mercado. Dessa forma, seria possível atrair um maior interesse das empresas na produção das cinzas.

Dhir et al. (2017) afirmam que, as desvantagens associadas a produção do cimento têm influenciado o crescimento de materiais secundários e reciclados como materiais de construção sustentáveis, levando a uma redução significativa nas emissões de dióxido de carbono, enquanto retira esses materiais do meio ambiente. As adições minerais provenientes de resíduos industriais já têm demonstrado o potencial de substituir parcialmente o cimento sem afetar o seu desempenho no produto final. Segundo Dyer et al. (2011), a utilização das CLE em pastas de cimento Portland não apresentou uma influência representativa na sua taxa de hidratação e ainda contribuíram para o desenvolvimento da resistência mecânica com o tempo.

Dentro do cenário de utilização das cinzas de lodo de esgoto é válido considerar a variabilidade da composição do lodo de esgoto, tanto em função da região em que o material é produzido quanto pelo método de tratamento de esgoto que é utilizado em cada ETE. Dessa forma, pode haver variações no desempenho das CLE ao ser utilizado em combinação com o cimento Portland, e torna-se necessária um estudo prévio do material a ser utilizado para avaliação de suas características e potencial pozolânico (DYER et al., 2011). Além disso, a necessidade de um desenvolvimento sustentável torna os estudos voltados a reciclagem e reuso de resíduos de extrema importância, de forma a reduzir a extração de recursos naturais, o consumo energético, as emissões de CO₂, a disposição final dos resíduos no ambiente, e os custos finais dos setores produtores e consumidores dos resíduos.

Neste contexto, o presente trabalho visa avaliar o lodo proveniente de uma estação de tratamento, como forma de verificar a utilização de suas cinzas como material pozolânico, provendo destinos alternativos para o crescente volume de esgoto produzido no estado de Pernambuco.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

Este trabalho pretende caracterizar o lodo e as cinzas de lodo da Estação de Tratamento de Esgoto Mangueira localizada em Recife-PE e verificar o potencial pozolânico para utilização como adição mineral ao cimento Portland através de medições de condutividade elétrica.

1.2.2 Objetivos específicos

- Caracterizar química, física e mineralogicamente o lodo e as cinzas de lodo proveniente do processo de tratamento de esgoto;
- Verificar a influência da temperatura de calcinação nas propriedades físicas, químicas e mineralógicas das cinzas de lodo de esgoto;
- Determinar a atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto com hidróxido de cálcio (NBR 5751:2015);
- Determinar a atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto por medições de condutividade elétrica.

1.3 ESTRUTURA DA DISSERTAÇÃO

No primeiro capítulo dessa dissertação são apresentados uma introdução ao assunto, as justificativas de estudo desse tema e os objetivos a serem alcançados nesse trabalho.

No segundo capítulo são apresentadas a revisão bibliográfica sobre o sistema esgotamento sanitário, passando pela coleta, tratamento e resíduos produzidos, estágios do tratamento do lodo de esgoto e como se constitui o esgotamento sanitário na cidade do Recife; os métodos de avaliação da atividade pozolânica, apresentado as principais características e diferenças entre as técnicas existentes; e, os estudos da utilização e pozolanicidade das cinzas de lodo de esgoto, no qual são abordadas experiências de utilização das CLE realizadas no Brasil e exterior.

O terceiro capítulo, além de apresentar o planejamento experimental de como foi desenvolvido o trabalho, descreve os materiais utilizados neste estudo e a metodologia adotada nos ensaios de caracterização e avaliação da atividade pozolânica.

No quarto capítulo os resultados apresentam-se e discussões, com a análise da influência da temperatura de calcinação das cinzas sob suas características físicas e mineralógicas, e pozolanicidade.

No quinto capítulo são apresentadas as conclusões da pesquisa e as propostas para trabalhos futuros. Em seguida, apresentam-se as referências utilizadas neste trabalho, em ordem alfabética.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 SISTEMA DE ESGOTAMENTO SANITÁRIO

O termo esgoto é utilizado para designar apenas os despejos provenientes de diferentes modos de utilização e origem das águas. Devido a essa limitação alguns autores vêm substituindo este pelo termo “águas residuais”. Os esgotos são comumente classificados em esgotos sanitários ou domésticos e industriais. O primeiro é proveniente de residências, edifícios comerciais, instituições e outras edificações, que utilizem água para fins domésticos, possuindo características bem definidas. Além disso, pode estar inserida uma parcela de águas pluviais e águas de infiltração, e uma pequena parte dos esgotos industriais. Já os esgotos industriais, possuem características diversas, dependendo do processo industrial de que é derivado (JORDÃO e PESSÔA, 2011).

O lançamento dos esgotos sem tratamento em cursos d'água pode causar uma série de alterações na qualidade da água no corpo receptor e é a principal fonte de poluição dos mananciais no Brasil. As águas servidas urbanas, que contribuem para a poluição, se encontram na forma de esgotos domésticos, industriais, pluviais e lodo das estações de tratamento de água (JORDÃO e PESSÔA, 2011). A introdução da matéria orgânica proveniente do lançamento dos esgotos em corpos d'água é uma das principais causas dos problemas relacionados a este tópico, resultando no consumo de oxigênio dissolvido (OD) e afetando o estado de equilíbrio das espécies presentes no local. Assim, as medidas de controle da poluição das águas mais importantes são: o tratamento das águas residuais, a regularização da vazão do corpo d'água, a aeração do corpo d'água, a aeração da água residual e a alocação de outros usos para o corpo d'água. Em geral, o tratamento dos esgotos antes da descarga é o processo mais utilizado como estratégia de controle, contribuindo para a saúde da população e a conservação do meio ambiente (VON SPERLING, 2007).

Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS) o sistema de saneamento corresponde a toda a cadeia de saneamento, abrangendo desde a produção de resíduo até o seu uso ou eliminação final. O órgão estimou que, em 2015, 68% da população mundial (cerca de 5 milhões de pessoas) possuía pelo menos o serviço de saneamento básico e apenas 27% utilizava instalações de saneamento privado conectados a esgotos onde a água residual era tratada (OMS, 2016). Em geral, a razão para o baixo tratamento de esgoto é financeira, porém também é provocada pelo desconhecimento dos baixos custos associados aos processos de

tratamento de águas residuais e dos benefícios do reuso da água tratada, e pelo descaso das autoridades responsáveis pela sua viabilização (MARA, 2003).

2.1.1 Tratamento de esgoto

O tratamento de águas residuais tem como objetivo principal a retirada da matéria orgânica e outras substâncias, sendo os processos de tratamento escolhidos de acordo com o destino final que será provido aos seus efluentes (MARA, 2003; MINISTÉRIO DAS CIDADES, 2008). Os processos de tratamento podem ser classificados em físicos, químicos e biológicos, que são combinados para obtenção do resultado esperado. O processo físico é constituído basicamente pela remoção das substâncias fisicamente separáveis dos líquidos ou que não se encontram dissolvidas, envolvendo as unidades de gradeamento, mistura, floculação, sedimentação, flotação e filtração. Os processos biológicos dependem da ação de microrganismos presentes nos esgotos para a remoção dos contaminantes, abrangendo a remoção da matéria orgânica carbonácea, a nitrificação e a desnitrificação. Já os processos químicos utilizam produtos ou reações químicas para a remoção ou conversão de contaminantes, e contemplam a precipitação, a coagulação, a elutriação, a oxidação, a cloração, a neutralização ou correção do pH, a adsorção e a desinfecção. Este último processo é o menos utilizado, pois são necessários apenas no caso dos processos físico e biológico não serem suficientes para o atendimento dos parâmetros mínimos (VON SPERLING, 2007; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

Outra forma de classificação dos tratamentos de esgoto é segundo o grau de redução dos sólidos em suspensão ou da demanda bioquímica do oxigênio (DBO). Em outras palavras, a distinção é realizada de acordo com o nível de tratamento, sendo estes: preliminar, primário, secundário e terciário. As principais características dos níveis de tratamento de esgoto podem ser observadas na Tabela 1. No Brasil, a maior parte das estações de tratamento de esgoto possui um tratamento até o nível secundário, sendo o terciário pouco utilizado (VON SPERLING, 2007; MINISTÉRIO DAS CIDADES, 2008; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

Tabela 1 – Características dos níveis de tratamento de esgoto

Nível de tratamento ¹	Objetivo	Unidades de tratamento	Processo de tratamento predominante	Aplicação
Preliminar	Remoção de sólidos grosseiros sobrenadantes e areia	<ul style="list-style-type: none"> • Gradeamento (fino e grosso) • Caixa de areia 	Físico	<ul style="list-style-type: none"> • Jusante das estações elevatórias • Estágio inicial de tratamento
Primário	Remoção de sólidos sedimentáveis orgânicos e inorgânicos em suspensão e sólidos flutuantes (graxas e óleos)	<ul style="list-style-type: none"> • Tanques de sedimentação • Flotação • Sistemas anaeróbios • Digestão do lodo • Secagem do lodo 	Físico	<ul style="list-style-type: none"> • Tratamento parcial • Estágio intermediário e um tratamento mais completo
Secundário	Remoção da matéria orgânica (sólidos dissolvidos, suspensos ou particulados)	<ul style="list-style-type: none"> • Filtração biológica (anaeróbia) • Processos de lodos ativados • Lagoas de estabilização • Reatores anaeróbios • Reatores aeróbios com biofilme 	Biológico	<ul style="list-style-type: none"> • Tratamento mais completo (para matéria orgânica)¹
Terciário	Remoção das substâncias (Nutrientes ² , organismos patogênicos ² , componentes não biodegradáveis, metais, sólidos inorgânicos dissolvidos e sólidos suspensos remanescentes) que tornam o efluente secundário impróprio para o lançamento num manancial	<ul style="list-style-type: none"> • Remoção de organismos patogênicos • Remoção de nutrientes • Processos de tratamento avançado 	-	<ul style="list-style-type: none"> • Desinfecção

Notas:

¹ O nível de tratamento secundário geralmente possui um tratamento preliminar, podendo ter ou não um tratamento primário (dependendo do processo).

² Dependendo do processo de tratamento a remoção dos nutrientes e patogênicos pode ser considerada uma parte integral do tratamento secundário.

Fonte: Mara (2003), Fontes (2003), Von Sperling (2007), Ministério das cidades (2008), Jordão e Pessôa, (2011).

Assim, os tratamentos do esgoto doméstico visam à remoção de poluentes, gerando subprodutos nas fases líquida, semi-sólida e sólida, que devem receber um tratamento específico e disposição adequada (JORDÃO e PESSÔA, 2011). A fase líquida se trata do esgoto em si ou o fluxo de líquido após o tratamento. Já a fase sólida/semi-sólida, ou seja, o lodo, é constituído basicamente por água (95%) e pode ser produzido tanto no tratamento da fase líquida, como no tratamento preliminar, primário, secundário e terciário. Este material apresenta características qualitativas e quantitativas diferentes dependendo do tipo de esgoto, do grau de tratamento e do processo de que é derivado. Ademais, o lodo pode ser orgânico,

inorgânico, biodegradável, inerte, combustível ou não combustível (VON SPERLING, 2007; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

Além do lodo, que pode ser classificado em primário, secundário e químico, os principais resíduos sólidos produzidos no tratamento do esgoto são o material gradeado, a areia e o escume (VON SPERLING, 2007). A Tabela 2 apresenta os subprodutos do tratamento de águas residuais de acordo com o tipo e a unidade de tratamento.

Tabela 2 – Subprodutos do tratamento de esgoto doméstico

Tratamento	Processo	Produtos gerados
Preliminar	Gradeamento	Material gradeado (madeira, trapos, folhas, etc.)
Primário	Remoção de areia	Areia, silte, etc.
	Separação de óleo	Óleo, espuma oleosa
	Sedimentação	Sólidos orgânicos, espuma
	Flotação por ar dissolvido	Matéria graxa, espuma
	Coagulação e sedimentação	Sólidos orgânicos, precipitados químicos, espuma
Secundário	Lodos ativados em geral, filtros biológicos, com sedimentação final	Sólidos gerados no processo biológico
Terciário	Coagulação química e sedimentação	Sólidos da precipitação química, hidróxidos
	Filtração em areia	Sólidos acumulados no fundo, algas no efluente
	Adsorção em carvão ativado	Carvão ativado para ser regenerado
Lagoas de estabilização	Lagoas fotossintéticas	Sólidos acumulados no fundo; algas no efluente
	Lagoas aeradas	Sólidos em suspensão no efluente
	Lagoas de decantação	Sólidos gerados na lagoa aerada
Aplicação no terreno	Pré-tratamento primário e secundário	Sólidos em suspensão no efluente de pré-tratamento
Adensamento do lodo	Adensamento por gravidade, por flotação, filtros de esteira, centrífugas	Lodo concentrado
Tratamento do lodo	Digestão anaeróbia, aeróbia, compostagem	Sólidos orgânicos parcialmente estabilizados, gás

Fonte: Jordão e Pessôa (2011).

2.1.2 Tratamento do lodo de esgoto

A produção de lodo é função do processo de tratamento da fase líquida. Este subproduto é inicialmente removido dos decantadores primários (lodo primário), sendo composto basicamente de sólidos sedimentáveis do esgoto bruto (cerca de 4-10% de sólidos secos). Em seguida, o lodo é produzido na fase biológica do tratamento secundário (lodo biológico ou secundário), no qual é a biomassa que se desenvolve em função dos alimentos fornecidos pelo esgoto que chega a estação (teor de sólidos variando entre 0,5-3%, dependendo das características do processo) e deve ter uma porção constantemente removida para não ocorrer o acúmulo. Outros tipos de lodo são aqueles criados quando são tratados os esgotos primário e

secundário em conjunto (lodo misto) e em sistemas que incorporam o estágio físico-químico (lodo químico) (VON SPERLING 2007; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

Com o aumento da produção de lodo, regulamentos mais restritivos são gradualmente aplicados, com o objetivo de minimizar os impactos ambientais e a saúde pública causados pelo descarte inapropriado deste material. Assim, independentemente da fase em que o lodo é gerado, é necessário passar por uma série de estágios para o seu tratamento. As técnicas de processamento a serem utilizadas irão depender das características do resíduo e da quantidade total de lodo produzido pela estação de tratamento, logo uma análise de cada caso deve ser realizada (VON SPERLING, 2007; FERNANDES et al., 2007). Na Tabela 3 são apresentados os estágios de tratamento de esgoto e as principais características referentes a cada operação.

Tabela 3 – Estágios do gerenciamento do lodo de esgoto e principais processos utilizados

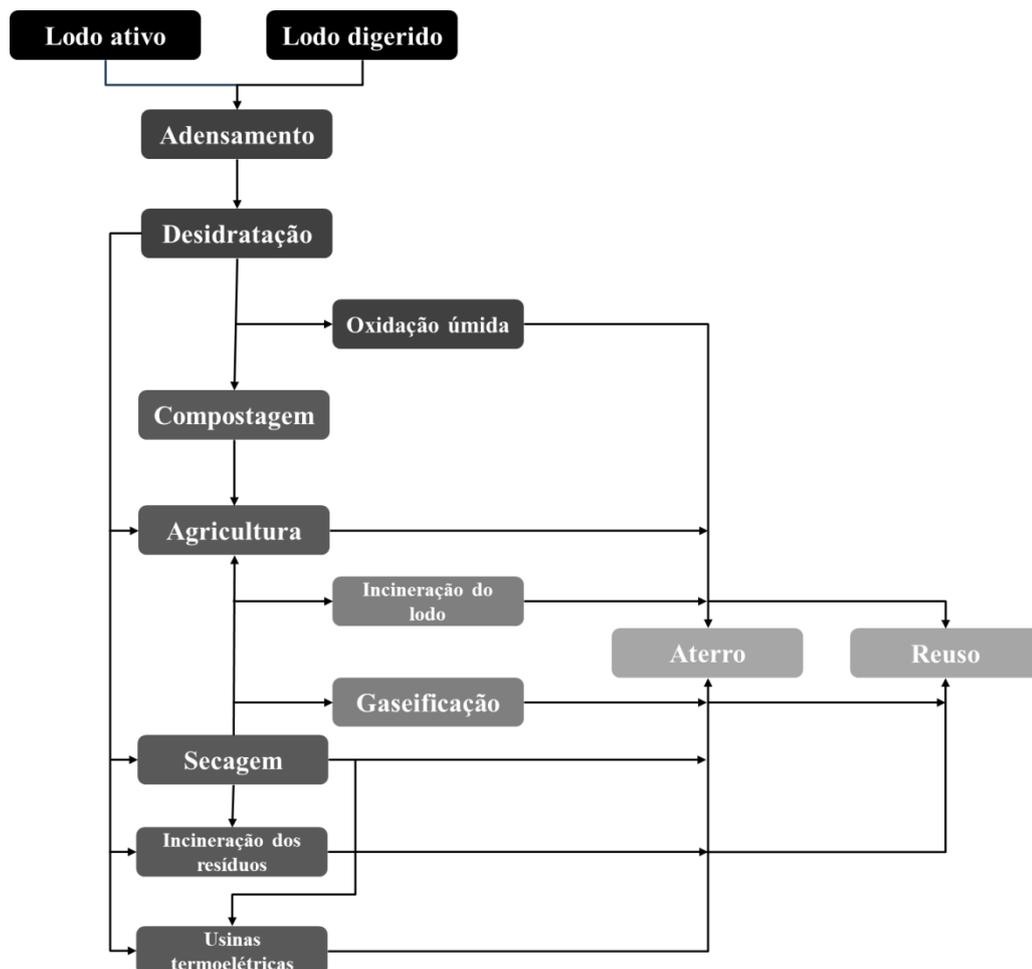
Estágio do tratamento	Objetivo	Processo
Adensamento (espessamento)	Remoção da água (redução do volume)	<ul style="list-style-type: none"> • Adensamento por gravidade • Flotação • Centrifugação • Filtro prensa de correia
Estabilização	Remoção da matéria orgânica, sólidos voláteis (redução da massa) e atenuação do odor e conteúdo de patógenos	<ul style="list-style-type: none"> • Digestão anaeróbia • Digestão aeróbia • Digestão aeróbia autotérmica • Tratamento térmico • Estabilização química
Condicionamento	Preparação para a remoção da água (principalmente no caso do processo mecânico) através de agentes coagulantes	<ul style="list-style-type: none"> • Condicionamento químico • Condicionamento térmico
Remoção da umidade (desaguamento)	Remoção da água (redução do volume)	<ul style="list-style-type: none"> • Leitões de secagem • Lagoas de lodos • Geotube (geotêxtil) • Filtro prensa • Filtro a vácuo • Centrifugação
Desinfecção	Remoção de organismos patogênicos	<ul style="list-style-type: none"> • Adição de cal • Tratamento térmico • Compostagem • Oxidação úmida • Outras (radiação gama, etc.)
Disposição final	Destino final dos subprodutos	<ul style="list-style-type: none"> • Lançamento no oceano • Aterro sanitário • Reciclagem agrícola • Reabilitação de áreas degradadas • Reuso industrial • Oxidação úmida • Incineração

Fonte: Von Sperling (2007); Ministério das cidades (2008).

2.1.3 Disposição final do lodo de esgoto

A avaliação das alternativas para a destinação final do lodo é complexa, pois deve envolver uma série de estudos relacionados à forma de acondicionamento e estabilização, o grau de desidratação, as formas de transporte, a possibilidade de reuso, os eventuais impactos e riscos ambientais, e os aspectos econômicos e legais. Os impactos ambientais possuem o grau de complexidade dependente da quantidade de lodo produzido, as características físicas, químicas e biológicas do lodo, e a frequência, duração e extensão da disposição do lodo. As principais rotas possíveis de tratamento e disposição do lodo de esgoto podem ser observadas na Figura 2. Atualmente, o reuso ou reciclagem é apontada como a alternativa mais adequada economicamente e ambientalmente, devendo a disposição em aterros ser consideradas apenas quando o uso benéfico do lodo é inviável (JORDÃO e PESSÔA, 2011; FERNANDES et al., 2007; LUDUVICE e FERNANDES, 2007).

Figura 2 – Rotas de tratamento e disposição do lodo



Fonte: Adaptado de EEA (1998).

Nos itens a seguir serão apresentadas as características alguns dos principais dos destinos finais providos ao lodo de esgoto sanitário produzido em estações de tratamento.

2.1.3.1 Lançamento nos oceanos

O lançamento do lodo do tratamento de águas residuais nos oceanos é realizado por embarcações após o pré-condicionamento deste material. Devido ao grande impacto negativo que causa ao ambiente marinho, sem trazer nenhum benefício, esta é hoje uma prática proibida em muitos países (LARA et al., 2007).

2.1.3.2 Aterro sanitário

O aterro sanitário de resíduos sólidos é um método que confina os resíduos a menor área possível de solo, cobrindo-os com uma camada de terra, de forma a não causar danos à saúde pública (ABNT, 1992), sendo a disposição final mais utilizada no Brasil. No entanto, deve ser levado em consideração que, mesmo com uma disposição cuidadosa e operação apropriada, o subsolo fica susceptível a algum grau de poluição devido aos líquidos provenientes do aterro que podem atingir o lençol freático (DEAK, 1992; SILVA, 2004).

Os resíduos sólidos são aqueles encontrados tanto no estado sólido quanto semi-sólido, proveniente de atividades industriais, domésticas, hospitalares, comerciais, agrícolas, de serviços e de varrição. Eles devem ser classificados segundo a sua origem, seus constituintes e suas características, podendo ser um resíduo de classe I (perigoso) ou de classe II (não perigoso) (ABNT, 2004). Então, os aterros são classificados de acordo com a classe dos resíduos que ele está apto a receber. No caso do lodo de esgoto, classificado como resíduo classe II e tipo A (não inerte), a destinação pode ser realizada em aterros sanitários exclusivos (dedicados) ou juntamente a resíduos sólidos urbanos. No primeiro caso, o lodo deve estar no estado desidratado ou seco termicamente, e são dispostos em células impermeabilizadas. No caso do lodo ser levado a um aterro de resíduos sólidos urbanos, o teor mínimo de sólidos no resíduo deve ser de 20%, para facilitar a compactação e o trabalho das máquinas sobre o aterro (FONTES, 2003; LUDUVICE e FERNANDES, 2007).

2.1.3.3 Reciclagem agrícola

A grande utilização do lodo de esgoto na agricultura se deve aos nutrientes e as substâncias orgânicas presentes nesse material, proporcionando uma melhora do solo ao qual é utilizado. Apesar de não ser competitivo com o adubo comercial, este resíduo pode ser uma boa fonte de

húmus para o solo, mesmo considerando a redução dos nutrientes pela digestão anaeróbia. Assim, a transformação do lodo em fertilizante organo-mineral ou composto com custo e qualidade compatíveis aos condicionantes de solos e fertilizantes industrializados, torna a sua utilização mais atrativa aos hortifruticultores (JORDÃO e PESSÔA, 2011). Em geral, os resíduos são lançados pelos terrenos uma ou duas vezes ao ano, coincidindo com os períodos de aragem e plantio. Depois de dispersado pelo terreno, o lodo deve ser sulcado ao solo o mais rápido possível para reduzir o seu odor. Dessa forma, a área fica pronta para a semeadura (SAABYE, 1998).

Embora o uso agrícola seja largamente recomendado, além da caracterização física, química e biológica do lodo, é necessário a verificar se este material é adequado ao uso que será destinado, as taxas de aplicação, e as exigências legislativas e dos órgãos ambientais (JORDÃO e PESSÔA, 2011). Normalmente as regulamentações fazem exigências quanto ao pré-tratamento do lodo, a restrição da quantidade de metais pesados e de nutrientes (nitrogênio e fósforo) adicionado ao solo, a restrição da quantidade de sólidos secos e de metais pesados por unidade de área e tempo, a restrição de metais pesados e controle de pH do solo em que o material será aplicado, a restrição na escolha do tipo de plantação, e a restrição de acesso as áreas onde o lodo é utilizado (SAABYE, 1998). No Brasil, a resolução Nº 375/2006 do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) define os critérios e procedimentos para o uso do lodo de esgoto de ETE ou seus derivados em áreas agrícolas, estabelecendo que estes devam ser previamente submetidos à redução de patógenos e da atratividade de vetores (BRASIL, 2006).

2.1.3.4 Recuperação de áreas degradadas

A reabilitação de áreas degradadas acontece quando o lodo de águas residuais é utilizado para proporcionar uma recuperação de terrenos que foram extremamente degradados, promovendo um uso para esta área. Como exemplo tem-se o caso de áreas de extração de minérios, onde o solo não possui condições para a fixação de vegetais. Este processo é lento e depende da capacidade de restabelecimento do solo. Áreas degradadas não são estruturalmente definidas, podendo ocorrer à mistura entre as camadas superior e sub-superficial, e ter uma susceptibilidade a erosão e lixiviação. Dessa forma, deve ser aplicada uma quantidade apropriada de lodo de forma a evitar uma alteração do escoamento superficial, e também é indicado um estudo prévio dos aspectos de custo e benefícios (LARA et al., 2007; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

2.1.3.5 Reuso industrial

Neste processo o lodo é utilizado na produção e composição de produtos da construção civil, podendo ser inserido em diversos materiais como, por exemplo, agregado leve, materiais cerâmicos e combustível auxiliar nos fornos de cimento. No Brasil o reuso do lodo foi iniciado em 1974 no Estado de São Paulo, onde a Companhia de Saneamento Básico do Estado de São Paulo (Sabesp) montou e operou o protótipo de uma fábrica de agregados leves para construção civil a partir da sinterização lodo digerido seco proveniente da ETE Vila Leopoldina (ALAMINO, 2010). Sendo concebido pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT), esse processo incluía a secagem do lodo em um leito fluidizado, que produzia “pelotas” com teor de umidade de 15%, e eram posteriormente sinterizadas a temperaturas de até 1000°C. Este modelo de produção serviu para avaliação dos aspectos técnicos, custos e benefícios associados a este material, visando substituir a brita em obras de concreto (JORDÃO e PESSÔA, 2011).

O projeto funcionou entre os anos de 1979 e 1981, com uma capacidade de produção de agregados leves de 500 kg/h, que foram utilizados na produção de placas pré-moldadas, pisos e blocos de concreto, e na execução de uma laje. Ao fim, a caracterização do agregado constatou que este possuía propriedades equivalentes aos agregados leves produzidos com argila expandida. Apesar do resultado positivo, essa opção não chegou a ser levada a uma escala industrial, principalmente devido ao seu custo elevado em relação as alternativas disponíveis no mercado (LESSA, 2005; MUSSE, 2007; ALAMINO, 2010; JORDÃO e PESSÔA, 2011).

Na produção de tijolos e outros materiais cerâmicos o lodo é adicionado as argilas como forma de melhorar a resistência e a aparência do material, ou ainda com o objetivo de reduzir os custos de produção (GEYER, 2001). A sua utilização é segura, pois as altas temperaturas de queima promovem a estabilização e fixação do lodo de esgoto a matriz formada pelos materiais cerâmicos (LESSA, 2005). Em nível nacional, a produção de tijolos contendo lodo deveria ser incentivada, uma vez que contribuiria para a redução do déficit habitacional do país, devido a amenização dos custos sociais, econômicos e ambientais de casas populares construídas com este material (MUSSE, 2007).

Em seus estudos Alleman e Berman (1984) constataram que, os tijolos produzidos com o lodo de esgoto possuíam aparência similar aos tradicionais, tendo como distinção apenas o odor característico antes da queima. Através da avaliação dos requisitos de estética, resistência à

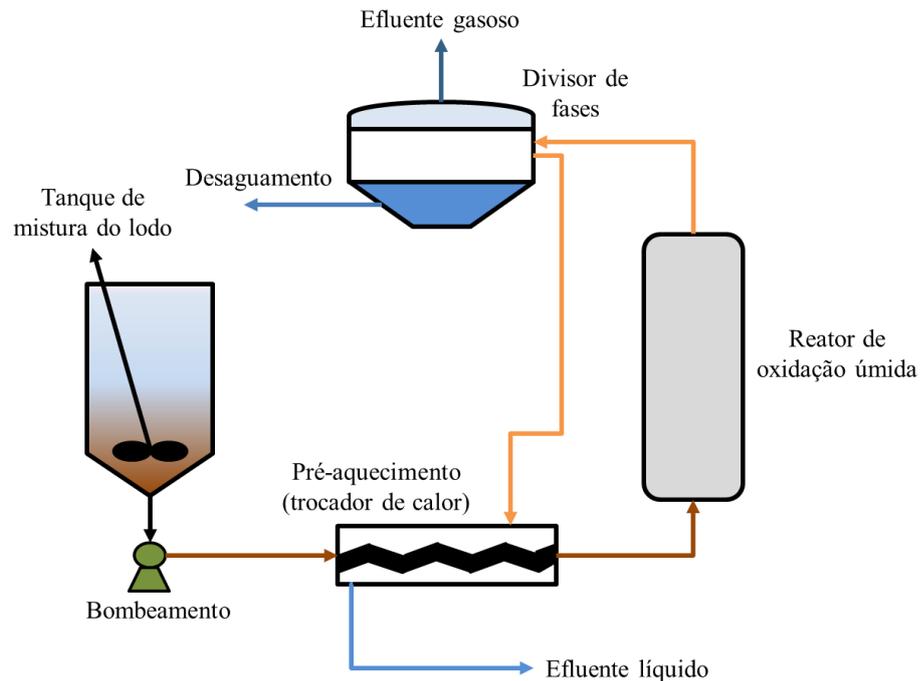
compressão, absorção de água e ciclos de gelo e degelo (contidos nas normas da *American Society of Testing Materials - ASTM*), dos tijolos produzidos com porcentagens de 15, 30 e 50% de resíduos, foi identificado que houve um aumento da absorção de água e redução resistência mecânica em função do teor de lodo. Assim, os autores concluíram que a porcentagem máxima de lodo que pode ser utilizada na fabricação de tijolos é de 30% em volume.

2.1.3.6 Oxidação úmida

A oxidação úmida é um processo que foi desenvolvido para o tratamento de resíduos da indústria de papel na Noruega, sendo adaptado ao lodo de esgoto na década de 60 pelos Estados Unidos. Este método é indicado quando os resíduos são muito diluídos para serem incinerados e muito tóxicos para serem submetidos ao tratamento biológico, assim o lodo cru é adicionado diretamente ao processo. Seu princípio de funcionamento é baseado na capacidade de dissolução das partículas de matéria orgânica presente no líquido que será oxidado em temperaturas entre 100°C e 374°C, e níveis de pressão entre 30 bar e 150 bar (sistemas de baixa e alta pressão). A temperatura mais alta é conhecida como o ponto crítico da água, ou seja, a temperatura limite para a existência de água na forma líquida, mesmo sob altas pressões. Então, as principais variáveis de controle da oxidação úmida são a temperatura, a pressão, o fornecimento de ar/oxigênio e a concentração de sólidos (LUDUVICE e FERNANDES, 2007; UTVIK e MATTER, 1998).

No sistema de oxidação úmida o lodo é bombeado pelo reator de oxidação úmida, passando pelo trocador de calor, como se observa na Figura 3. Os efluentes do reator percorrem um divisor de fases, encaminhando o lodo para o desaguamento. O efluente principal desse processo é um lodo contendo mais de 95% de componentes minerais e menos de 3% de substâncias orgânicas de baixo teor molecular, que pode ser reciclado ou destinado a aterros. Apesar de sua eficiência, a oxidação úmida requer operação e manutenção eficientes e também possui como problemas: o odor incômodo; a corrosão dos reatores e trocadores de calor; o consumo energético para iniciar o processo de oxidação; a alta concentração de demanda química de oxigênio (DQO) dos efluentes líquidos; e o alto teor de metais pesados das cinzas residuais, tornando o processo pouco utilizado (LUDUVICE e FERNANDES, 2007; UTVIK e MATTER, 1998).

Figura 3 – Sistema convencional de oxidação úmida com reator vertical

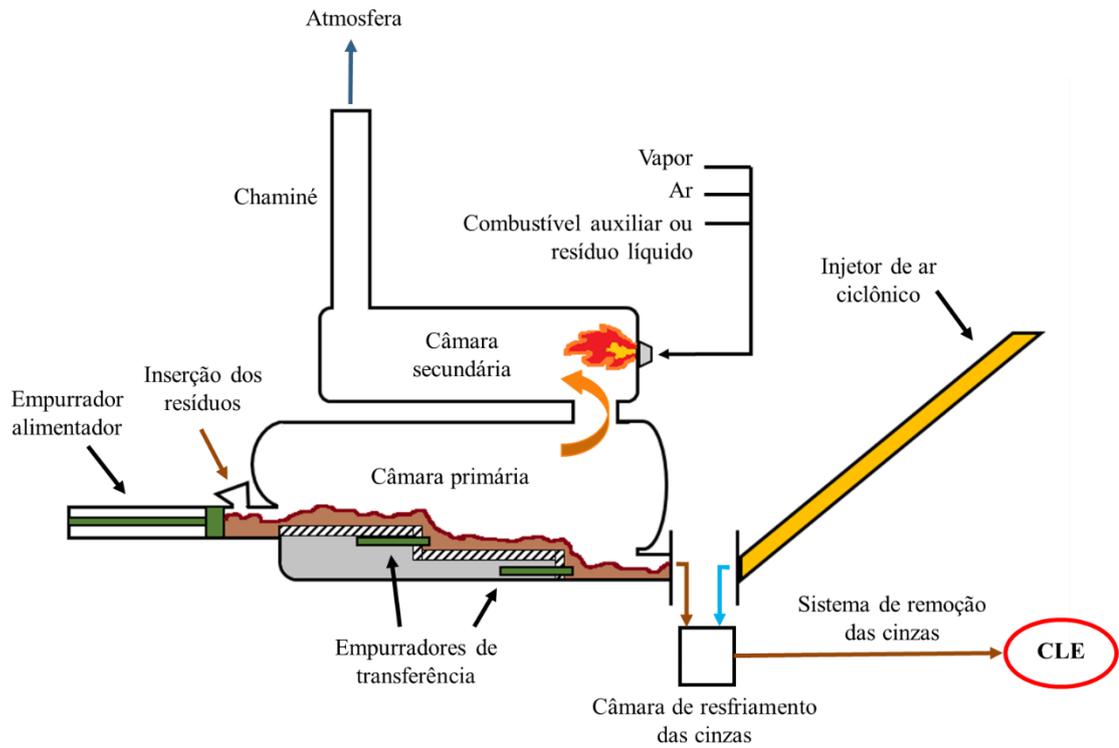


Fonte: Adaptado de Luduvic e Fernandes (2007)

2.1.3.7 Incineração

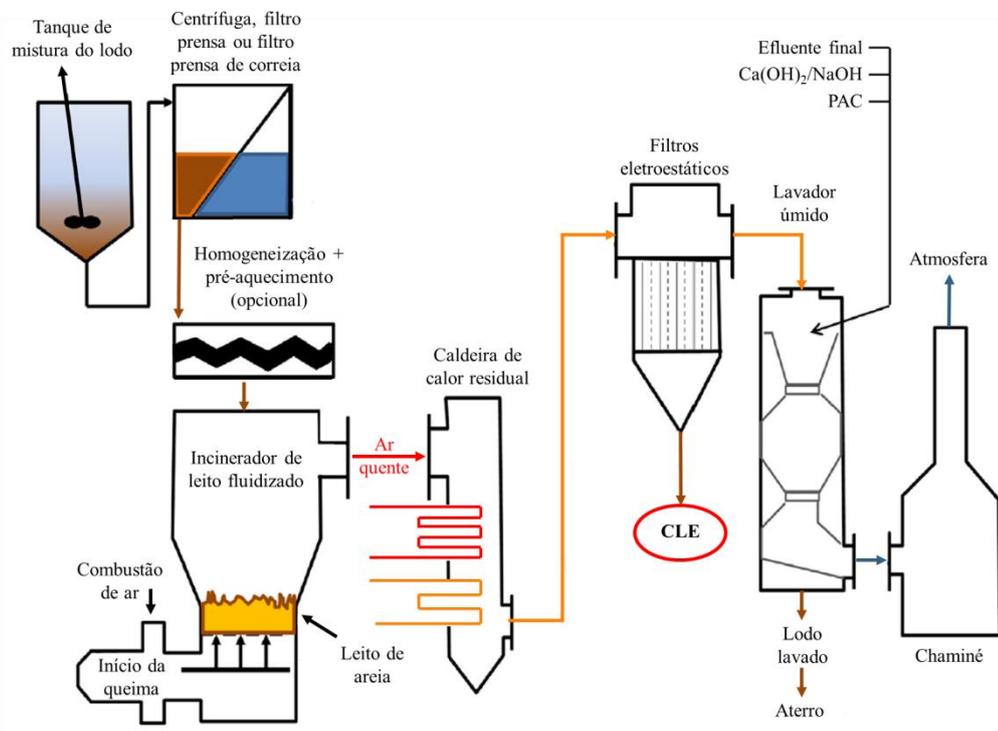
A incineração do lodo é realizada em incineradores de leito fluidizado ou câmaras múltiplas, resultando na combustão de matéria orgânica, destruição de organismos patogênicos e redução do volume do lodo desaguado para cinzas com menos de 4% do seu volume original. Na Figura 4 apresenta-se o incinerador de câmaras múltiplas, que é dividido em três câmaras de combustão, denominadas zonas alta, intermediária e baixa. Na primeira zona (câmara primária) é realizada a retirada final da umidade, atingindo temperaturas entre 650-980°C. Na segunda câmara acontece a combustão propriamente dita (760-1095°C), por isso é necessário o uso de combustíveis. Ao fim, a última zona é responsável pelo resfriamento do material resultante da incineração (DEMPSEY e OPPELT, 1999; LUDUVIC e FERNANDES, 2007). No caso do leito fluidizado, uma mono-combustão é realizada em uma única câmara cilíndrica com paredes refratárias, assim as partículas orgânicas permanecem em contato com o leito de areia até a queima completa, como apresentado na Figura 5. A temperatura do leito de areia fluidizada é tipicamente 750°C, e da zona de bordo livre chegam a aproximadamente 800-900°C. Além desses métodos é possível co-incinerar o lodo em cimenteiras, usinas termoelétricas ou juntamente com o lixo urbano, utilizando combustíveis auxiliares (DEMPSEY e OPPELT, 1999; LUDUVIC e FERNANDES, 2007).

Figura 4 - Modelo do incinerador de câmaras múltiplas



Fonte: Adaptado de Dempsey e Oppelt (1999).

Figura 5 – Modelo do incinerador de leito fluidizado



Fonte: Adaptado de Donatello e Cheeseman (2013) apud Arundel (2000).

O processo utilização da incineração como disposição final do lodo de esgoto é crescente, sendo utilizado em muitos países, principalmente, devido às dificuldades no gerenciamento de aterros sanitário. No entanto, seu uso é restrito a grandes áreas urbanas devido aos altos custos e a sofisticada operação necessária. Além disso, é necessária a utilização de filtros de ar para controlar a emissão atmosférica dos incineradores. Muitos autores não consideram a incineração como uma disposição final do lodo, uma vez que produz cinzas como um resíduo, devendo estas ter uma destinação apropriada (COULOMB e MYROPE, 1998; LARA et al., 2007; LUDUVICE e FERNANDES, 2007). Dessa forma, o desenvolvimento de métodos de reaproveitamento das cinzas provenientes da incineração do lodo é de grande importância para resolver os problemas relativos à sua disposição e tornar o processo de incineração mais efetiva.

2.1.4 Esgotamento sanitário da Região Metropolitana do Recife – PE

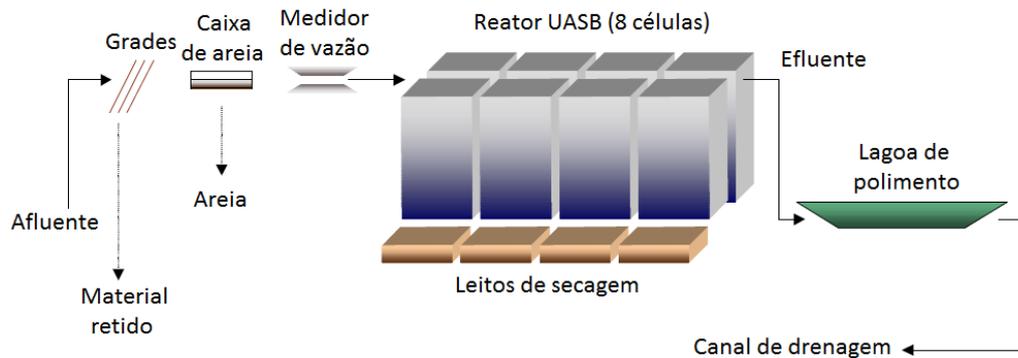
No Estado de Pernambuco a rede coletora e as estações de tratamento de esgoto são de responsabilidade da Companhia Pernambucana de Saneamento (Compesa). Esta possui um sistema de esgotamento sanitário que atende 32% da Região Metropolitana do Recife (RMR) e 20% de outros municípios. Segundo o Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS), a população total atendida no Estado é de 1,93 milhões de habitantes e a rede abrange uma extensão de 5,1 mil quilômetros. Quanto ao índice de coleta de esgoto e o índice de tratamento de esgoto para o ano de 2015 são, respectivamente, 27,41% e 78,75%. Já o índice de tratamento de esgoto quanto à água consumida é igual a 27,14% (BRASIL, 2017b e 2017c). Recife é a nona cidade mais populosa do Brasil e a primeira do Estado, possuindo aproximadamente 1,54 milhões de habitantes (IBGE, 2017). Destes apenas 39,95% possuem o atendimento da rede de esgoto (INSTITUTO TRATA BRASIL, 2017). Esses índices demonstram a necessidade de expansão do sistema de esgotamento sanitário para evitar os danos causados pelo descarte inapropriado e o potencial de crescimento da produção do lodo advindo do seu tratamento.

Para atender o Estado a Compesa possui aproximadamente 30 estações de tratamento de esgoto concentradas na RMR e 18 pequenas estações em outros locais (COMPESA, 2017). As estações de grande porte na região metropolitana são a ETE Cabanga, ETE Peixinhos e ETE Janga. A primeira e principal ETE em operação no Recife é a ETE Cabanga, possuindo capacidade de tratamento de 925 litros de esgoto por segundo e utilizando o tratamento primário através de decantadores e biodigestores. Seu sistema sanitário é composto por uma

rede coletora de 214 km de extensão, 17 estações elevatórias e uma estação de tratamento que atende aproximadamente 176.670 habitantes. Ao fim, seus efluentes são lançados no rio Jiquiá. O sistema de esgotamento sanitário Peixinhos possui capacidade de tratamento de 395 l/s, atendendo aproximadamente 314.500 habitantes de nove bairros da RMR. Esta possui uma rede coletora com cerca de 109 km de extensão, 13 estações elevatórias e uma estação de tratamento com nível secundário (filtração biológica). Os efluentes gerados pela ETE são lançados no Rio Beberibe. Por último, a ETE Janga atende aproximadamente 451.000 habitantes, utilizando um processo de tratamento de lodos ativados (tratamento secundário) e têm seus efluentes lançados no rio Timbó. Atualmente a estação recebe aproximadamente 100 m³ de esgoto e produz cerca de 15 toneladas de lodo desaguado por dia (23% seco) (COMPESA, 2017).

As pequenas estações de tratamento espalhadas pela região metropolitana somam uma capacidade total de 302 l/s de esgoto. Dentre estas pode ser destacada a ETE Mangueira, local em que foi coletado o lodo *in natura* utilizado neste trabalho. As águas residuais coletadas nos bairros da Mangueira, Mustardinha e áreas adjacentes são conduzidas a estação que contém grades de barra, caixa de areia, reator anaeróbio de fluxo ascendente (*upflow anaerobic sludge blanket* - UASB), leitos de secagem dos lodos e lagoa de polimento como unidades de tratamento (SILVA, 2011). Na Figura 6 apresenta-se o esquema gráfico das unidades de tratamento que compõem a estação Mangueira. O reator UASB é constituído por oito células que recebem o esgoto através de um sistema de canalizações e distribuem equitativamente a vazão total, sendo adotada uma velocidade que não permita a sedimentação da matéria orgânica ao longo dos tubos. Esta unidade possui uma vazão média diária de 31,11 l/s e um tempo de detenção hidráulica de 8 horas (SILVA, 2004). A produção de lodo no reator é muito baixa (0,2 kg/kg de DBO removido), sendo digerido e adensado na própria unidade. Por fim, devido ao clima quente, seus resíduos podem ser facilmente desidratados em leitos de secagem (MARA, 2003; VON SPERLING, 2007).

Figura 6 – Fluxograma da ETE Mangueira



Fonte: Silva (2004).

2.2 MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DA POZOLANICIDADE

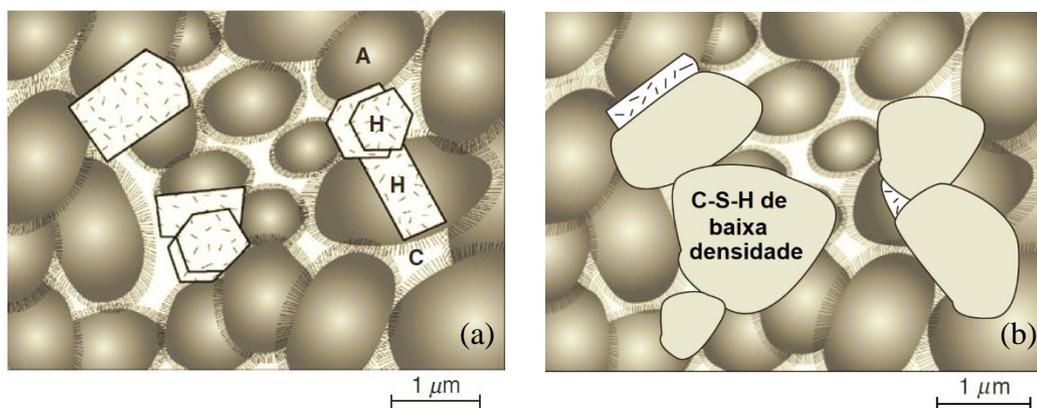
Pozolana foi o termo designado a rochas vulcânicas presentes nas regiões de Pozzuoli e de Roma, tendo seu uso restrito as cidades italianas por um longo tempo. Essas foram utilizadas como os primeiros materiais cimentícios, pois possuíam a propriedade de endurecimento quando misturados com hidróxido de cálcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) e na presença de água. Posteriormente, os materiais naturais e artificiais de origens, composições e estruturas diferentes que possuíam comportamentos semelhantes a essas rochas receberam a mesma denominação (MASSAZZA, 1998; DONATELLO et al., 2010).

A norma brasileira NBR 12653 (ABNT, 2014a) define materiais pozolânicos como materiais silicosos ou silicoaluminosos, que por si só possuem capacidade cimentante nula ou ínfima, mas na presença de água, reagem com o hidróxido de cálcio em temperatura ambiente, produzindo compostos com propriedades ligantes. Então, a atividade pozolânica ou pozolanicidade será a capacidade de um material apresentar propriedades cimentícias nessas condições, podendo ter diferentes graus de reação pozolânica. A NBR 12653:2014 classifica as pozolanas em três diferentes classes: classe N, composta pelas pozolanas naturais e artificiais como, por exemplo, materiais vulcânicos, *cherts* silicosos, terras diatomáceas e argilas calcinadas; classe C, formada pelas cinzas volantes resultantes da queima de carvão mineral em usinas termoelétricas; e, classe E, que se refere a quaisquer pozolanas não referidas nas classes anteriores.

A utilização de pozolanas em adição ao cimento Portland foi crescente devido à redução dos impactos ambientais da produção do cimento e da melhora das propriedades físicas das matrizes cimentícias. A reação química entre a pozolana e o hidróxido de cálcio produzido pela hidratação do cimento (Portlandita), formam os silicatos de cálcio hidratados (C-S-H)

gel. Este produto promove o refinamento dos poros e do tamanho dos grãos, aumentando a resistência da pasta de cimento e reduzindo as microfissuras e a impermeabilidade de argamassas e concretos. Além disso, é aprimorada a resistência a fissuras térmicas, devido as menores taxas de liberação de calor, e promovida a alta durabilidade a ataques de sulfatos e expansão álcali-agregado, em função da densificação da zona de transição (MEHTA e MONTEIRO, 2006; DONATELLO et al., 2010). A Figura 7 apresenta-se uma representação esquemática de pastas de cimento bem hidratadas que contém ou não pozolana. Este diagrama permite observar a eliminação ou redução do tamanho dos vazios, e a substituição do hidróxido de cálcio pelo C-S-H de baixa densidade, sendo decorrente da reação pozolânica.

Figura 7 – Representação de pastas preparadas (a) com cimento Portland e (b) com cimento Portland pozolânico



A: agregação de partículas de C-S-H pouco cristalinas. **H:** produtos cristalinos hexagonais. **C =** vazios.

Fonte: Mehta e Monteiro (2006).

A partir do conceito de reação pozolânica é possível entender que, uma maior pozolanicidade irá depender da quantidade máxima de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ combinado com a pozolana, e da taxa em que essa reação acontece (MASSAZZA, 1998). Swamy (1993) afirma que, os parâmetros mais importantes no uso das pozolanas são a finura, a distribuição granulométrica das partículas, e a química e mineralogia intrínsecas, tendo influências em suas propriedades hidráulicas e nos concretos produzidos com este material. Massazza (1998) aponta que, a quantidade de hidróxido de cálcio combinado irá variar com a natureza das fases ativas e suas quantidades na pozolana, o teor de dióxido de silício (SiO_2), as proporções de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ /pozolana e água/sólidos na mistura, o tempo de cura, a área da superfície específica da pozolana e a temperatura ambiente. Então, nota-se que uma série de fatores pode interferir no desempenho da pozolana, tornando difícil o estudo da potencialidade pozolânica de um material.

A grande variedade de pozolanas e seus complexos fenômenos de hidratação, não tornou possível a criação de um modelo único que explanasse totalmente a atividade pozolânica.

Dessa forma, foi realizado apenas a identificação das tendências gerais do comportamento das pozolanas, resultando em uma grande variedade de métodos com o objetivo de identificar e quantificar a pozolanicidade de um material (MASSAZZA, 1993).

Os métodos de verificação da atividade pozolânica podem ser basicamente divididos em duas categorias: os métodos diretos, que monitoram a presença e o consumo do hidróxido de cálcio com o tempo, e os métodos indiretos, que utilizam as propriedades físicas de uma amostra como uma extensão da pozolanicidade. Por isso, esses dois métodos se baseiam basicamente nas características químicas e nas propriedades físicas de misturas de cimento e pozolana para prever o seu desempenho em argamassas e concretos (DONATELLO et al., 2010; POURKHORSHIDI et al., 2010).

Alguns estudos apontaram que métodos químicos e mecânicos, possuem limitações e não refletem o desempenho real que seria obtido pela pozolana em concretos. Assim, é recomendada a avaliação da atividade pozolânica através dos resultados de mais de um método, sendo que pelo menos um deles deve apresentar um consumo de hidróxido de cálcio e podem ou não apresentar uma correlação (GAVA e PRUDENCIO, 2007; MEDEIROS et al., 2015).

2.2.1 Métodos diretos

Os métodos diretos utilizam métodos analíticos como a difração de raios-X (DRX), a análise termogravimétrica (ATG) e a titulação química clássica para avaliação da pozolanicidade. No primeiro método é realizada a avaliação da estrutura cristalina do material, verificando a reatividade da pozolana pela distinção entre as fases amorfa e cristalina da sílica, já que uma maior reatividade é garantida aos materiais que possuem uma maior quantidade de sílica amorfa. Com o DRX também é possível identificar os produtos hidratados de pastas de cimento e quantificar as fases vítreas e cristalinas pelo refinamento de Rietveld. Já a termogravimetria avalia a perda de massa de amostras de pastas de cimento e pozolana com o aumento da temperatura de ensaio. Dessa forma, é possível analisar a diminuição dos picos do material com a idade de cura devido à combinação da pozolana com o hidróxido de cálcio, e determinar o teor de água quimicamente combinada (NAKANISHI, 2013; QUARCIONI et al., 2015).

No Brasil, os métodos diretos normalizados são aqueles que envolvem a quantificação do hidróxido de cálcio consumido por titulação. Dentre estes está o método de Frattini, descrito

pela norma NBR 5753:2016. Neste método a titulação química é utilizada para determinar as concentrações dissolvidas dos íons de cálcio (Ca^{2+}) e hidróxido (OH^-) presentes em uma solução aquosa com cimento e pozolana após um período de tempo determinado, e também a quantidade de íon cálcio que torna uma solução de mesma alcalinidade saturada (DONATELLO et al., 2010; ABNT, 2016). Assim, o resultado é dado como positivo no caso da concentração de cálcio da solução com cimento seja menor que a da solução saturada. O outro método é apresentado na norma NBR 15895:2010, sendo a modificação do procedimento desenvolvido por Chappelle. Este método permite caracterizar a pozolana pela taxa de reação com o hidróxido de cálcio em um período de tempo determinado, sendo acelerado pela elevação da temperatura. A pozolanicidade é definida pela quantidade de cal fixada pela pozolana por meio de duas soluções de hidróxido de cálcio: um branco e outra com proporção de 1g/1g de pozolana/ $\text{Ca}(\text{OH})_2$, a uma temperatura de 90°C por 16 horas (CORDEIRO, 2009; ABNT, 2010).

2.2.2 Métodos indiretos

Os métodos indiretos não fornecem informações sobre o material pozolânico em si, mas recorrem a medição de propriedades relacionando o desempenho com o tempo e o potencial do material no concreto. Algumas das propriedades utilizadas para execução desses métodos são a resistência à compressão, a condutividade elétrica e a evolução do calor por condução calorimétrica (DONATELLO et al., 2010).

O método da calorimetria permite o registro de medidas contínuas com o tempo e é indicado para o estudo da fase inicial da hidratação, uma vez que nesse período a taxa de calor é elevada (NAKANISHI, 2013). No entanto, deve ser levado em consideração que a superfície específica do material interfere nos resultados obtidos, e que o tempo de início da reação de cada pozolana terá uma idade de consumo mais significativa e um período de extensão da reação diferenciado (QUARCIONI et al., 2015). No caso dos métodos que utilizam a condutividade elétrica, a medição da pozolanicidade se baseia no princípio que, o consumo do hidróxido de cálcio pela pozolana em uma solução causará a redução da condutividade. Este método apresenta como vantagem uma rápida avaliação da pozolanicidade quando comparada a outros ensaios. A apresentação das principais características de alguns dos métodos que utilizam a condutividade elétrica para a verificação da pozolanicidade são abordados no item 2.2.3.

O critério mais comum para definição da atividade pozolânica é o ensaio de resistência à compressão da mistura entre aglomerante e pozolana. A norma NBR 5751:2015, estabelece o procedimento para determinação da atividade pozolânica com cal (hidróxido de cálcio) aos sete dias (ABNT, 2015a). Nesta são confeccionados três corpos-de-prova cilíndricos de 5x10 mm, com uma argamassa de pozolana, hidróxido de cálcio e areia de proporções fixas, e uma quantidade de água suficiente para atingir uma consistência de 225 ± 5 mm. Para ser classificado como pozolana o material deve apresentar uma resistência à compressão maior que 6 MPa ao final do ensaio, conforme estabelecido pela norma NBR 12653:2014 (ABNT, 2014a).

A metodologia apresentada pela norma NBR 5752:2014, também utiliza a resistência à compressão, e permite identificar o índice de desempenho da pozolana com cimento Portland aos 28 dias ($I_{cimento}$) (ABNT, 2014b). Para isso é calculada a razão entre a resistência média (f_{cB}) de quatro a seis corpos-de-prova cilíndricos, de 5x10 mm, moldados com uma argamassa contendo 25% de material pozolânico em substituição a massa de cimento CII-F-32 (argamassa B), e a resistência média (f_{cA}) de uma mesma quantidade de corpos-de-prova moldados com a argamassa de referência, utilizando apenas o cimento (argamassa A), conforme apresentado na Equação (1). A proporção entre água, areia e aglomerantes são fixas e o índice de consistência determinado (± 10 mm do obtido pela argamassa de referência) pode ser adquirido através da utilização de aditivo superplastificante. Como requisito mínimo, o índice de desempenho em relação ao controle deve ser maior que 90% para o material ser designado como pozolânico (ABNT, 2014a).

$$I_{cimento} = \frac{f_{cB}}{f_{cA}} \cdot 100 \quad (1)$$

2.2.3 Avaliação da atividade pozolânica por condutividade elétrica

Baseado no princípio da interação entre o hidróxido de cálcio e as pozolanas, e nos estudos de Raask e Bhaskar (1975), que sugeriram a possibilidade de verificação da atividade pozolânica por medições da condutividade elétrica de uma solução para determinar a taxa de dissolução da sílica em ácido hidrófluorídrico; Lúxan et al. (1988) desenvolveram um método rápido e indireto de determinação da pozolanicidade de produtos naturais. A pozolanicidade de um material é definida através da variação da medida de condutividade elétrica de uma amostra em solução saturada de hidróxido de cálcio numa temperatura de 40°C. Nesse método, a pozolana é classificada em uma das três categorias de pozolanicidade de acordo com a

variação entre a condutividade inicial e final para um período de 120 segundos, conforme indicado na Tabela 4.

Tabela 4 – Avaliação da atividade pozolânica por medição da condutividade no método de Lúxan

Classificação do material	Varição da condutividade de acordo com o método proposto (mS/cm)
Não pozolânico	< 0.4
Pozolanicidade variável	0.4 < x < 1.2
Boa pozolanicidade	> 1.2

Fonte: Lúxan et al. (1989).

Devido à lenta dissolução do hidróxido de cálcio até atingir o equilíbrio de saturação, necessitando de pelo menos 24 horas, e do tempo de ensaio não oferecer resultados adequados para as cinzas volantes, Payá et al. (2001) apresentaram uma metodologia utilizando uma solução insaturada de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ nas temperaturas de 40, 60 e 80°C, e com medições da condutividade para os períodos de 100, 1000 e 10000 segundos. Além disso, os autores consideraram a influência da pozolana na condutividade das suspensões de água. Assim, essa contribuição deveria ser subtraída da condutividade do sistema de solução de cinzas volantes/ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tendo como resultado a condutividade final absoluta $(C_{poza})_t$. Ao fim, a porcentagem de perda de condutividade para um determinado tempo $(\%PC)_t$ é determinada através da razão entre a diferença da condutividade inicial (C_0) e a final absoluta, e a condutividade inicial, conforme indicado na Equação (2). Esta porcentagem dependerá da temperatura de reação e da proporção entre água, hidróxido de cálcio e pozolana contidas na solução.

$$(\%PC)_t = \frac{C_0 - (C_{poza})_t}{C_0} \cdot 100 \quad (2)$$

Os métodos estudados anteriormente avaliaram a atividade pozolânica por condutividade elétrica de forma qualitativa, apenas acompanhando o comportamento das pozolanas e sem levar em consideração os coeficientes de cinética da reação hidróxido de cálcio-pozolana. No entanto, o aspecto qualitativo também deve ser utilizado na avaliação da pozolanicidade. Então, baseado em modelos cinéticos da reação pozolânica, Villar-Cociña et al. (2003) desenvolveram um modelo matemático que descrevesse esse processo em um regime cinético difusivo através da correlação da concentração do hidróxido de cálcio em uma solução e a condutividade elétrica. Adotando o modelo cinético difuso de núcleo decrescente e algumas considerações, foi desenvolvida uma equação que relacionava concentração de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e a perda relativa de condutividade (ζ), apresentada na Equação (3), onde n é relacionado a velocidade de redução do núcleo, t é o tempo de ensaio, K é a constante da taxa de reação e D_e

é o coeficiente de difusão. Os autores desenvolveram vários artigos sobre o tema, determinando os parâmetros cinéticos de diferentes materiais e melhorando o modelo cinético difusivo (VILLAR-COCIÑA et al., 2004, 2005, 2006, 2008, 2009, 2011, 2016; FRÍAS et al., 2005, 2007a, 2007b, 2010; NAKANISHI et al., 2014).

$$\xi = 1 - \left(\frac{1,59153}{C_o} \cdot \frac{\exp(-3nt)[-1 + \exp(nt)] \cdot n}{D_e} + \frac{10,610132}{C_o} \cdot \frac{\exp(-nt) \cdot n}{K} \right) \quad (3)$$

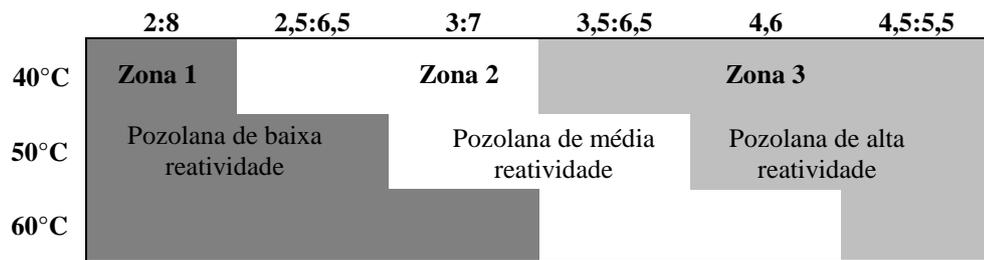
Sinthaworn e Nimityongskul (2009, 2011), afirmaram que apesar das pesquisas anteriores ainda não havia um entendimento completo da pozolanicidade. Como no processo de hidratação do cimento, além de reagir com o hidróxido de cálcio (Portlandita), as pozolanas também reagiriam com o aluminato tricálcico (C₃A) e seus produtos hidratados, isto deveria ser levado em consideração no ensaio de condutividade elétrica. Assim, uma solução do produto de hidratação do cimento Portland deveria ser estudada para ser comparada com a solução de hidróxido de cálcio. A partir desse fato, uma nova solução alcalina foi desenvolvida utilizando o cimento Portland, com o objetivo de avaliação rapidamente a atividade pozolânica de um material (1 hora para preparação da solução e 7 horas de ensaio). Após o estudo concluiu-se que as maiores perdas de condutividade elétrica ocorriam para as soluções de cimento quando comparada as soluções saturadas e insaturadas de hidróxido de cálcio. Ademais, foi definida a temperatura ótima de ensaio de 80°C e uma proporção de 1 g de sílica ativa para 200 ml de solução de cimento, que poderiam ser utilizadas em pesquisas futuras para o aperfeiçoamento do método.

Baseado nos estudos sobre condutividade elétrica de soluções de cimento Portland, Velázquez et al. (2014) procuraram encontrar as condições ótimas de temperatura, proporção de cimento/pozolana e modo de adição da pozolana. Ao fim, foram determinados os seguintes parâmetros de ensaio: tempo de ensaio de 10000 s, temperatura de 80°C para uma suspensão com relação água cimento de 0,20, e inserção simultânea do cimento e da pozolana na água. Além disso, o ensaio permitiu aos autores observar os três períodos de hidratação do cimento Portland (mistura, indução e aceleração) através da pozolanicidade, da forma como havia sido descrito por Maximillien et al. (1997).

Tashima et al. (2014) analisaram a reatividade de pozolanas (sílica ativa de alto e baixo grau de densificação, e cinzas da casca de arroz amorfa e cristalina) em soluções saturadas com excesso de hidróxido de cálcio no estado sólido. Os autores afirmaram que a preparação da solução indicada por eles é mais simples que aquela desenvolvida por Luxán et al. (1988), e que proporcionaria um consumo máximo de hidróxido de cálcio e uma alta taxa de reação

pozolânica. Neste método as suspensões aquosas de Ca(OH)_2 /pozolana foram monitoradas durante 7 dias, apresentando sensibilidade para diferenciar material amorfo do cristalino a partir da constatação do tempo necessário para insaturação do sistema. Foram analisadas diferentes proporções Ca(OH)_2 /pozolana e temperaturas de ensaio, tornando possível a classificação das adições minerais em três zonas, dependendo de sua reatividade, conforme apresentado na .

Figura 8 – Modelo de classificação da reatividade de uma pozolana no método de Tashima



Fonte: Tashima et al. (2014).

Apesar de se constituir como um método indireto de determinação da atividade pozolânica algumas limitações podem ser evidenciadas no método da condutividade elétrica, sendo decorrentes da influência dos íons sob os resultados. Assim como apontado por Payá et al. (2001), os sais solúveis presentes no material em estudo são dissolvidos na solução, alterando a condutividade do meio, no entanto, o modo como estes íons interferem na perda de condutividade causada pelo consumo de hidróxido de cálcio ainda não foi claramente definido. Apesar de poder ser avaliada a condutividade de uma solução branco, contendo apenas água e pozolana, para desconsiderar a presença destes íons, não se pode assegurar que o mesmo comportamento seguirá na solução de hidróxido de cálcio. Dessa forma, pode ser indicada a utilização do método de condutividade elétrica em conjunto com outras técnicas de determinação da atividade pozolânica, permitindo verificar se a tendência de seus resultados está correta.

2.3 CINZAS DE LODO DA ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE)

Assim como foi mencionado no item 2.1.2, a incineração do lodo proveniente das estações de tratamento de esgoto permite a redução do seu volume, a destruição dos componentes orgânicos tóxicos, a produção de energia e a redução da emissão de odores indesejáveis. No entanto, aproximadamente um terço das partículas de lodo é constituído de matéria inorgânica, proporcionando a formação de cinzas nesse processo. Esses resíduos necessitam de um gerenciamento apropriado devido ao fato que, apesar da eliminação da matéria

orgânica e organismos patogênicos, os metais pesados presentes podem ser lixiviados e absorvidos pelo ambiente se dispostos inadequadamente (TANTAWY et al., 2012; DONATELLO e CHEESEMAN, 2013). Dessa forma, o reuso das cinzas de lodo de esgoto tem sido incentivado como forma de prover um destino adequado aos resíduos formados, tornando a incineração um método mais atrativo do ponto de vista ambiental.

A incineração torna o teor de matéria orgânica contida no lodo de estações de tratamento de esgoto baixo ou inexistente, fazendo com que o material resultante seja constituído por aproximadamente 30% de matéria inorgânica (AL-SHARIF e ATTON, 2013; VOUK et al., 2017). A Tabela 5 apresenta os dados das características físico-químicas das cinzas de lodo de esgoto obtidos por vários autores e reunidos por Lynn et al. (2015) e Dhir et al. (2017). Através dos dados fornecidos nesses trabalhos evidencia-se a grande variabilidade das cinzas, principalmente quanto a composição química e as características físicas como, por exemplo, superfície específica, massa específica e perda ao fogo. A variação pode ser decorrente tanto do local de coleta, do período de coleta e do tipo de tratamento utilizado nas ETE's, quanto dos processos de produção das cinzas. Por exemplo, dentre os trabalhos avaliados pelos autores foram utilizadas temperaturas de calcinação variando entre 550 e 900°C, tempos de moagem entre 0 e 360 minutos e em um dos estudos foi realizada uma lavagem das cinzas com solução ácida. Quanto ao fato do método de Brunauer–Emmett–Teller (BET) obter superfícies específicas maiores em relação ao método Blaine, é provável que a natureza porosa das CLE faça com que a superfície interna das partículas, verificada apenas pelo BET, possua uma área mais extensa que a superfície externa (PAN et al., 2003).

Tabela 5 – Características físicas e químicas das cinzas de lodo de esgoto

Parâmetro	Variação	Média
Massa específica	1,8-2,9 g/cm ³	2,6 g/cm ³
Superfície específica BET	2500-23100 m ² /kg	-
Superfície específica Blaine	400-3900 m ² /kg	-
Absorção	8-20%	18%
Perda ao Fogo (PF)	2-13%	3,4%
Teor de amorfos	35-75%	55%
pH	-	9,0
Principais óxidos		
SiO ₂	-	32,8%
Al ₂ O ₃	-	14,3%
CaO	-	14,2%
Metais pesados	Zn, Cu, Pb, Ni, As, Cd e Hg	

Fonte: Lynn et al. (2015); Dhir et al. (2017).

A partir da sua caracterização pode-se descrever as cinzas de lodo de esgoto como um material de granulometria fina, constituído basicamente de silte e frações finas de areia, com

partículas de forma irregulares, superfície de textura áspera e estrutura porosa (DHIR et al., 2017). Quanto à massa específica, foi evidenciado que o aumento da densidade é diretamente proporcional a temperatura de incineração até os 1000°C. Apesar das características favorecerem o uso das cinzas como fíler ou agregado fino, o teor de amorfos indica que, após ser moído até uma finura suficiente, o material pode possuir propriedades pozolônicas, proporcionando um uso mais nobre (LYNN et al, 2015).

Além dos óxidos principais presentes na composição química das cinzas de lodo de esgoto (dióxido de silício, óxido de alumínio e óxido de cálcio), normalmente encontrados em materiais cimentícios, também podem ser destacados pentóxido de fósforo (P_2O_5), óxido de ferro (Fe_2O_3), trióxido de enxofre (SO_3), óxido de sódio (Na_2O) e óxido de magnésio (MgO). A presença de fósforo em quantidade significativa (10 a 20% em massa) é favorável a sua utilização na indústria agrícola, quando utilizado como material de construção, podem retardar o tempo de pega do cimento e reduzir a resistência inicial do concreto (DHIR et al., 2017; VOUK et al., 2017). Já o teor médio de alumínio, de aproximadamente 14%, é maior que os teores presentes no cimento Portland, que possui normalmente 5%. Este teor torna as cinzas adequadas a utilização em concreto aerado, no qual são adicionados agentes espumantes, como pó de alumínio, para reação de expansão com o cimento (LYNN et al., 2015). Independente da forma de utilização das CLE é indicado um estudo prévio, pois é necessário verificar os problemas associados a este resíduo, como a possibilidade de lixiviação dos metais pesados quando utilizadas no solo, e os danos estéticos e a redução da durabilidade das estruturas de concreto devido à presença de sais nesse material (DHIR et al., 2017). Uma análise também é indicada para avaliação do desempenho das cinzas devido a sua composição variável.

2.3.1 Reuso das cinzas

As possibilidades de uso das cinzas de lodo de esgoto irão depender fortemente de sua composição, principalmente a química, que é derivada do método de tratamento de esgotos e tratamento de lodos utilizados. Ademais, as condições de incineração também podem influenciar as concentrações dos elementos nas CLE. Dentre as formas de reuso das cinzas de lodo de esgoto podem ser destacadas: a extração de fosfato e o uso na indústria da construção. Este último permite inserir os resíduos da incineração no melhoramento de solo, na produção de cerâmica vermelha, como fíler em misturas de asfalto para pavimentação de estradas, como

material para a produção de agregados leves e como adição para argamassas e concretos de cimento Portland.

2.3.1.1 Extração de fosfato

O fosfato é um mineral que possui um número limitado de reservas geológicas e é utilizado principalmente na fabricação de fertilizantes, ração animal e detergentes. Com a taxa atual de uso de fósforo, os recursos naturais disponíveis seriam suficientes apenas para 50 a 100 anos de uso economicamente sustentável. Além disso, este recurso natural não possui reservas disponíveis em todo o planeta. Este é o caso da Europa, onde não existem reservas economicamente viáveis de fosfato, logo a extração desse mineral é uma prioridade (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013; VOUK et al., 2015).

A extração de fosfato do lodo de esgoto bruto é viável, porém possui como desvantagem os altos teores de água e matéria orgânica. Assim, a incineração do lodo torna o processo de extração mais simples, e como o fosfato é termicamente estável mesmo em altas temperaturas, este não será volatilizado durante a queima a 800-900°C, que é a temperatura média dos incineradores utilizados. Podem ser destacados dois métodos de extração do fosfato, são estes: os métodos termoquímicos, utilizados em escala industrial, e o processo úmido (lixiviação ácida), que envolve a dissolução da rocha de fosfato em ácido sulfúrico (H_2SO_4) para formar ácido fosfórico.

Nos processos termoquímicos as CLE são misturadas a uma porcentagem entre 5 e 10% de um doador de cloreto, que pode ser cloreto de potássio (KCl) ou cloreto de magnésio ($MgCl_2$) (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013). A seguir, a mistura é aquecida a temperaturas de 900-1050°C, levando a transformação dos compostos fosfato em uma forma biodisponível, enquanto os metais pesados reagem com o doador formando compostos voláteis (VOUK et al., 2015). Dessa forma, as cinzas resultantes são livres de metais pesados, o que não acontece no processo que utiliza a lixiviação ácida, tornando os métodos térmicos mais interessantes e a principal alternativa para extração do fosfato (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013).

No caso do processo de lixiviação ácida úmida, a sua eficiência está relacionada ao tipo e concentração do extrator, o pH, o tempo de extração e a temperatura de incineração do lodo de esgoto (temperatura ótima é de aproximadamente 950°C). A escolha do ácido sulfúrico se deve ao seu baixo custo, grande disponibilidade e habilidade de remover facilmente os íons cálcio indesejáveis, que precipitam na forma de gesso ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). Apesar de ser a opção mais rápida e barata de extração de fosfato, uma quantidade de outros metais é

simultaneamente dissolvida. Assim, deve ser adotada uma solução para torná-los resíduos insolúveis, que posteriormente serão reciclados ou descartados adequadamente (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013; VOUK et al., 2015).

2.3.1.2 Indústria da construção

O incentivo ao sistema de economia circular, que incentiva a eliminação dos resíduos através da agregação de valor aos produtos que seriam descartados, e a demanda crescente por materiais de construção, promoveram o desenvolvimento de materiais alternativos derivados de diversas origens. Como foi apontado anteriormente, a abundância e a disponibilidade do lodo de esgoto torna interessante o uso das cinzas provenientes de sua incineração na indústria da construção, que possui grandes impactos nos aspectos social, ambiental e econômico da sustentabilidade.

O aproveitamento das CLE como insumo na produção de materiais cerâmicos foi um dos primeiros usos na construção civil a serem investigados. Isso se deve a sua composição formada majoritariamente por silício, alumínio, cálcio e ferro (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013). Ademias, a presença de finos permite que as cinzas sejam incorporadas diretamente com os outros componentes da pasta cerâmica sem a necessidade de praticamente nenhum tratamento inicial (SMOL et al., 2015). Tay (1987) avaliou as características físicas e mecânicas de tijolos produzidos com teores de 10, 20, 30 e 40% em massa de argila substituída por lodo de esgoto seco e 10, 20, 30, 40 e 50% por cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 600°C. As porcentagens máximas foram definidas pelo teor máximo que não afetasse drasticamente a ligação da mistura e a extrusão dos blocos. Em comparação com os blocos produzidos com lodo seco, as CLE obtiveram um melhor desempenho mecânico e ainda quanto a massa específica, absorção de água e retração após a queima. Em seus resultados nota-se que a resistência à compressão diminuiu com o aumento da porcentagem de cinzas incorporada a mistura. Trauner (1991) obteve um comportamento parecido ao avaliar tijolos executados com adições de 10, 20 e 30% de cinzas de lodo de esgoto, onde sua resistência à compressão estava acima dos 75% do tijolo de referência. Assim, o autor constatou que a utilização das CLE em tijolos é uma alternativa que deve ser considerada, principalmente no caso de blocos cozidos acima da temperatura de vitrificação das cinzas. Na pesquisa de Okuno e Takahashi (1997) foram produzidos tijolos com 100% de cinzas de lodo de esgoto e sem a utilização de qualquer aditivo. Para isso algumas restrições de diâmetro médio das partículas, perda ao fogo, umidade e concentração de CaO foram feitas

as CLE. Ao fim, foi definida uma temperatura ótima de queima entre 1020 e 1080°C e foram produzidos blocos competitivos com os tijolos tradicionais.

A estabilização do solo é outra forma utilização das CLE sem a necessidade de um beneficiamento do resíduo. Esta técnica de engenharia é utilizada normalmente para melhorar as propriedades físicas de solos que não são adequados para suportar as cargas a ele impostas. O processo de estabilização pode ser tanto mecânico, como no caso da compactação e da correção granulométrica, como químico, quando são utilizados estabilizantes químicos (AL-SHARIF e ATTOM, 2013). Além dos estabilizantes tradicionais, como cal, cinzas volantes, cimento e gesso, a introdução de alguns resíduos tem se mostrado efetiva. É o que acontece com as cinzas de lodo de esgoto que podem ser utilizadas como agregado no aterro ou como fíler mineral, devido ao fato de serem basicamente constituído de materiais siltosos e com partículas com granulometria próxima as das areias. Em sua pesquisa Durante Ingunza, Pereira e Santos Junior (2014) utilizaram as cinzas de lodo de esgoto em misturas de solo-cimento para construção de bases e sub-bases de pavimentos de estradas, determinando que existe um aumento da resistência do solo independentemente da porcentagem de CLE adicionada. Al-Sharif e Attom (2013) investigaram os efeitos das cinzas nas propriedades físicas de solos argilosos e determinaram que, a redução da plasticidade do solo é diretamente proporcional as porcentagens das cinzas utilizadas, e a expansão do solo é reduzida pela adição desse material. Então, pode ser constatada a promissora utilização das cinzas de lodo de esgoto como material para estabilização dos solos.

A utilização de resíduos na produção de agregados leves é bastante atrativa devido aos vários impactos ambientais causados pela extração de agregados naturais para o setor da construção. Os agregados leves possuem um alto valor relativo devido à escassez de agregados leves naturais e os benefícios associados ao seu uso no concreto: redução da densidade e melhora das propriedades de isolamento térmico (DONATELLO e CHEESEMAN, 2013). Ademais, podem ser utilizados como enchimento leve, isolante térmico, drenagem, filtros e telhados verdes (CHEESEMAN e VIRDI, 2005). Cheeseman e Viridi (2005) fabricaram agregados leves a partir das cinzas de um incinerador de lodo de esgoto. Os autores constataram que as pelotas produzidas com as cinzas possuíam densidade, absorção de água e resistência à compressão similar ou superior aos agregados comercializados, mas o desempenho dessas propriedades depende diretamente da temperatura de sinterização do material. Assim, foi definida uma temperatura ótima entre 1050 e 1070°C. Quanto a viabilidade econômica, a produção em larga escala depende de uma série de fatores, como a disponibilidade de

material, os incentivos legais e o aumento dos custos dos aterros. Em seu estudo Chiou et al. (2006) utilizaram as cinzas de lodo de esgoto calcinadas a 900°C, com características similares a argilas expandidas, na produção de agregados leves sinterizados a uma temperatura entre 1050 e 1150°C. Além das CLE, utilizadas como material principal, porcentagens de 10, 20 e 30% de lodo de esgoto foram inseridas como adição. Como resultado, foi sugerida uma porcentagem de 20 a 30% de lodo para fabricação de agregados de menor densidade.

2.3.1.3 Avaliação da pozolanicidade das cinzas

Além dos usos mencionados anteriormente, a utilização das cinzas de lodo de esgoto como adição mineral é uma alternativa viável e que agrega um valor comercial maior ao material. O valor agregado é decorrente do fato que as pozolanas contribuem efetivamente na melhora do desempenho das matrizes cimentícias atuando, por exemplo, no aumento da resistência mecânica, a longo prazo, e da sua vida útil. A possibilidade desse resíduo ser pozolânico está relacionado as altas porcentagens de óxido de silício (SiO_2) e óxido de alumínio (Al_2O_3), que são os principais compostos relacionados a reatividade de material, possuindo então potencial para ser utilizado como material cimentício suplementar (FONTES et al., 2016; VOUK et al., 2017). Apesar do seu potencial, dependendo de onde serão utilizadas, as cinzas devem ter suas condições, métodos e quantidades ajustadas (VOUK et al., 2017).

No estudo desenvolvido por Dyer et al. (2011) foram observados os efeitos de quatro cinzas de lodo de esgoto, em relação a química da hidratação, quando utilizados em combinação com o cimento Portland. Através da identificação da composição química desses materiais e dos ensaios de calorimetria, termogravimetria e difração de raios-X, os autores concluíram que devido a variabilidade da composição das CLE, que depende da fonte de coleta, a quantidade e natureza dos produtos da hidratação podem diferir entre si. O mesmo foi constatado por Vouk et al. (2017), que afirmaram que as características das CLE e seus produtos dependem da origem e tratamento do esgoto, e complementaram apontando que o modo de produção das cinzas (tipo de forno, temperatura, etc) também possui uma grande influência nas propriedades das cinzas de lodo de esgoto. Apesar desse fato, existe uma grande probabilidade das cinzas reagirem com o C-S-H gel na presença do hidróxido de cálcio (Portlandita) e que os produtos dessa reação possam contribuir no desenvolvimento da resistência da mistura. Além disso, não houve uma forte influência dessas cinzas sobre a taxa de hidratação do cimento Portland (DYER et al., 2011).

Fontes et al. (2004) avaliaram a potencialidade das CLE como substituição parcial do cimento na produção de argamassas e concretos. Para isso foram utilizadas substituições de 10, 15, 20 e 30% em massa de cimento para as argamassas e, 5 e 10% para o concreto de alto desempenho. Nas propriedades mecânicas, os autores obtiveram resistências à compressão similares as argamassas de referência para todas as porcentagens de substituição aos 28 dias. O mesmo aconteceu para o concreto em estudo. Ademais, a utilização de uma maior porcentagem das cinzas aumentou a porosidade total e reduziu a absorção de água das argamassas e concreto. Quanto a atividade pozolânica obtida pelo método de Chapelle modificado, as CLE apresentaram uma capacidade de consumo do hidróxido de cálcio de 226 mg CaO/g de material, sendo categorizada como de baixa pozolanicidade (FONTES, 2003). Em seu estudo mais recente, Fontes et al. (2016) estudaram as mesmas porcentagens de substituição de CLE no concreto de alto desempenho para idades de 1, 28, 91 e 365 dias. Foi verificado que a mistura com 5% de substituição apresentou o melhor desempenho. Além disso, as cinzas provocaram o refinamento da estrutura de poros do concreto, obtendo resultados de absorção de água, índice de vazios, absorvidade e penetração de cloretos inferiores à mistura de referência.

Em seus estudos Pan et al. (2003) investigaram a influência da finura na atividade pozolânica de cinzas de lodo de esgoto incineradas a 700°C. Para alteração da finura foi utilizado um moinho de bolas que tinha como parâmetros de controle o volume de cinzas moído, o volume de bolas, a velocidade de rotação do moinho e o tempo de moagem. Como resultado foi observado que para uma mesma porcentagem de substituição em massa de cimento (20%) em uma argamassa, a trabalhabilidade e a resistência à compressão aos 7 e 28 dias aumentou com o tempo de moagem, mas ainda foi menor do que aqueles apresentados pela argamassa de controle. Logo, a moagem promoveu o aumento da pozolanicidade devido ao aumento da superfície específica, porém o teor menor de material pozolânico ativo nas CLE em comparação com o cimento Portland puro, ainda torna seu desempenho menor.

Naamane et al. (2016) verificaram a influência das temperaturas de calcinação do lodo de esgoto (300-800°C) em argamassas, que tiveram parte do clínquer do cimento substituído pelas CLE (5, 10, 15 e 20%). Inicialmente, foi observado que a forma irregular das cinzas possui influência sob a quantidade de água necessária para atingir a trabalhabilidade desejada, a porosidade e a resistência a compressão das argamassas, principalmente para as cinzas calcinadas a temperaturas abaixo de 500°C. Através do ensaio de Chapelle os autores verificaram que mudanças na microestrutura causaram o aumento da quantidade de hidróxido

de cálcio fixado com a temperatura, e as cinzas produzidas a 800°C apresentaram maior atividade pozolânica. Com o ensaio de resistência à compressão foi confirmada a evolução da hidratação com o tempo, sendo necessário um tempo maior para as argamassas produzidas com as cinzas de lodo de esgoto alcançarem a resistência à compressão almejada. No caso do tempo de pega, as argamassas produzidas com CLE obtiveram tempos maiores do que o da argamassa de referência. Além disso, houve um aumento do tempo de pega com a redução da temperatura de calcinação e com o aumento da porcentagem das cinzas. A partir desses resultados foi inferido que é tecnicamente possível utilizar as cinzas calcinadas a 700 e 800°C como substituição parcial do clínquer na produção de cimento.

Por meio da análise da literatura sobre a aplicação das cinzas de lodo de esgoto no concreto, Lynn et al. (2015) concluiu que, em geral, as cinzas satisfazem o padrão de atividade pozolânica, sendo comparado as cinzas volantes. A substituição parcial do cimento pelas CLE resulta em menores trabalhabilidade e resistência à compressão, mas os parâmetros de controle podem ser atingidos utilizando baixos teores de cinzas e ajustando as quantidades de cimento e superplastificante. Quanto a durabilidade, tem-se que a resistência à corrosão é melhorada com o uso das cinzas de lodo de esgoto, enquanto que a taxa de carbonatação aumenta com o uso desse resíduo.

Assim, observa-se que os estudos sobre o tema ainda estão em fase de amadurecimento e que ainda são necessárias análises um melhor entendimento de como as diferenças de constituição do lodo de esgoto atuam no desempenho de suas cinzas. Todavia, através dos resultados é possível notar que as CLE possuem potencial para uso como substituição parcial do cimento em argamassas e concretos, já que obtiveram resistências mecânicas próximas as amostras de referência e o refinamento dos poros contribui no prolongamento da sua vida útil. Além disso, a trabalhabilidade e a resistência a compressão das misturas contendo as cinzas podem ser melhoradas por meio da moagem desse material.

2.4 CONCLUSÕES

Baseado no levantamento bibliográfico apresentado conclui-se que o tratamento de esgoto sanitário é de grande importância para a perenidade dos cursos d'água e a qualidade de vida da população. A incineração é uma alternativa a redução do crescente volume de lodo de esgoto produzido, mas que, para ser dada como solução completa de disposição final desse material, deve ser incentivado o reaproveitamento das suas cinzas. Devido a variabilidade do lodo é necessário realizar a análise das CLE antes de designá-las a determinado uso. Apesar

de suas características permitirem a utilização das cinzas como fíler e agregado, evidências de atividade pozolânica promoveram estudos acerca do seu desempenho em adição ao cimento Portland. Os dados apresentados na revisão, apesar de positivos, ainda são iniciais, logo existe a necessidade de mais estudos sobre a verificação de sua atividade pozolânica, permitindo a difusão da utilização das cinzas na construção civil. Comparado a outros métodos de determinação de pozolanicidade, os métodos que utilizam a condutividade elétrica são simples e obtêm resultados rápidos. Como foi utilizado para verificação da atividade pozolânica de vários resíduos, presume-se que o método da condutividade elétrica pode ser adequado na análise do potencial pozolânico das CLE, permitindo o controle do material no caso de uma produção comercial futura.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

No presente estudo o programa experimental buscou verificar a pozolanicidade das cinzas de lodo de esgoto através do método da condutividade elétrica e avaliar a influência da temperatura de calcinação do lodo de esgoto em suas propriedades pozolânicas e características físicas, químicas e mineralógicas.

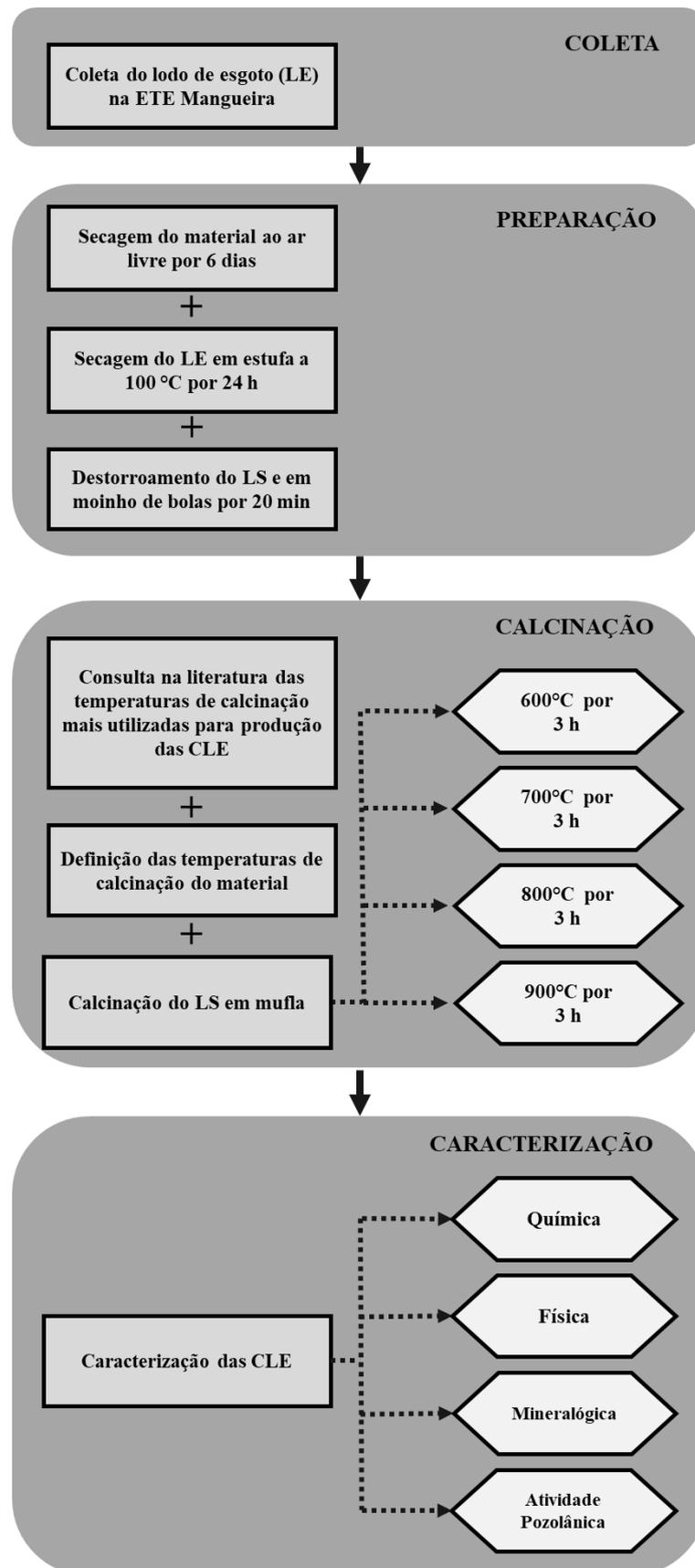
O procedimento de preparação das cinzas de lodo de esgoto (CLE) utilizada nesta pesquisa seguiu o fluxograma esquematizado na Figura 9. A determinação da faixa de temperatura para a calcinação do lodo de esgoto baseou-se em resultados obtidos na literatura, no qual a temperatura mínima para o desaparecimento da matéria orgânica indesejável é de 500°C e a temperatura máxima para que não haja perda das propriedades pozolânicas é de 900°C (FONTES, 2003; NAAMANE et al., 2016). Dessa forma, foram definidas as quatro temperaturas de calcinação para obtenção das CLE, sendo estas: 600, 700, 800 e 900°C.

Após a calcinação do lodo de esgoto (LE), foi realizada a caracterização dos materiais utilizados durante o procedimento experimental, são estes: o lodo seco *in natura* (LS), as cinzas de lodo de esgoto, o metacaulim, o hidróxido de cálcio e o agregado miúdo.

Inicialmente, no Laboratório de Construção Civil do Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da Universidade Federal de Pernambuco (DECIV/UFPE), realizaram-se as análises físicas da massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier, massa específica por meio do frasco de Chapman e finura pelo método de Blaine, além da análise da pozolanicidade através da determinação da atividade pozolânica com hidróxido de cálcio aos sete dias.

Após os ensaios prévios prosseguiu-se com a análise química por fluorescência de raios-X (FRX), a análise mineralógica por difração de raios-X (DRX), e a análise granulométrica a laser. Por fim, procedeu-se com os ensaios de determinação da atividade pozolânica por condutividade elétrica em solução insaturada de hidróxido de cálcio.

Figura 9 – Fluxograma esquemático do procedimento de preparação das cinzas de lodo de esgoto



Fonte: A autora (2018).

3.2 MATERIAIS

3.2.1 Hidróxido de cálcio

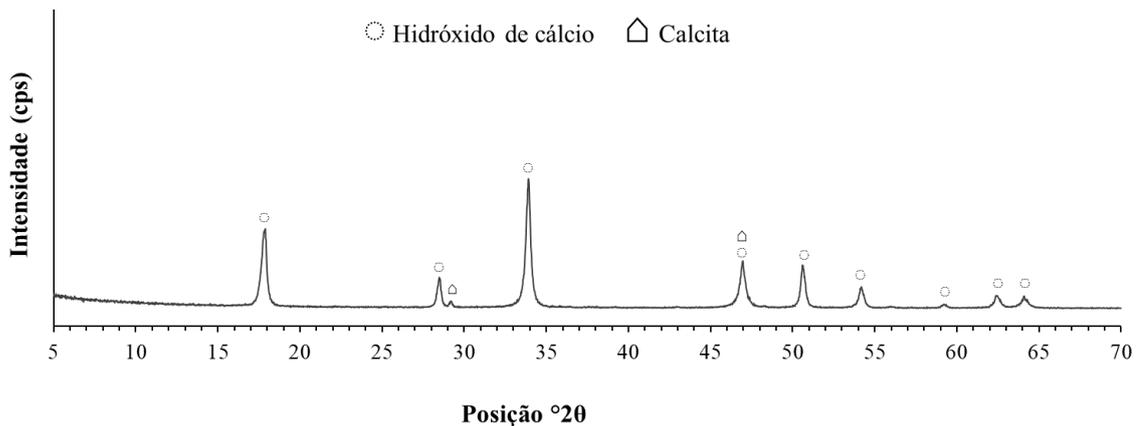
Para o ensaio de determinação da atividade pozolânica com cal e a preparação da solução insaturada do ensaio de condutividade elétrica foi utilizado o hidróxido de cálcio P.A. ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) da marca Vetec Química Fina da Sigma-Aldrich, com teor mínimo de pureza de 95%, conforme indicado pela norma NBR 5751 (ANBT, 2015a). Através dos ensaios de análise física foram determinadas a massa específica de $2,33 \text{ g/cm}^3$ e a superfície específica de $1187,55 \text{ m}^2/\text{kg}$. Na análise química por fluorescência de raios-X, apresentada na Tabela 6, foi constatado que este material é constituído basicamente por óxido de cálcio (CaO). A Figura 10 apresenta a análise mineralógica por difração de raios-X, na qual foi identificado que o material é constituído majoritariamente por hidróxido de cálcio e picos menores de calcita (CaCO_3), confirmando o alto teor de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que favorece a sua reação com a pozolana.

Tabela 6 - Composição química em quantidade de óxidos (%) do hidróxido de cálcio P.A.

Óxido	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	PF*	Total
Teor em massa (%)	72,47	0,58	0,49	0,32	0,24	0,09	0,05	25,76	100,00

Fonte: A autora (2018).

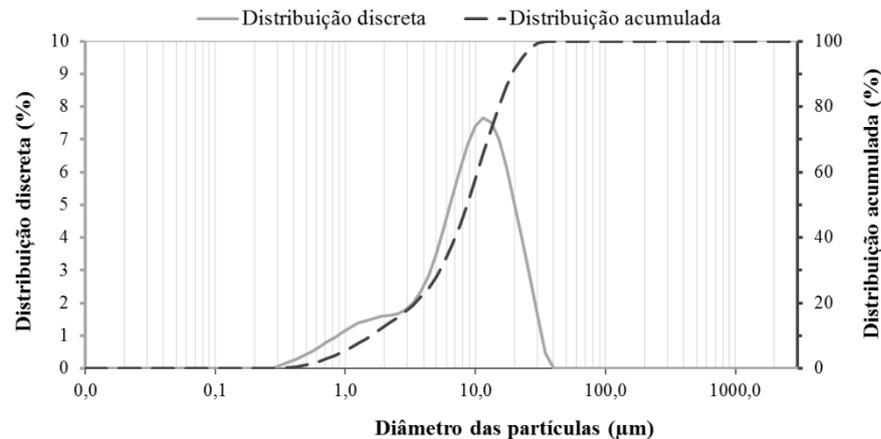
Figura 10 - Traços de difração de raios-X do hidróxido de cálcio P.A.



Fonte: A autora (2018).

Através da curva de distribuição granulométrica obtida por granulometria a laser, apresentada na Figura 11, foi observado que o hidróxido de cálcio se trata de um material muito fino com diâmetro médio das partículas ($D_{4,3}$) de $11,16 \mu\text{m}$ e o D_{50} de $9,91 \mu\text{m}$. Combinado com a sua grande superfície específica, o pequeno tamanho das partículas permite a pozolana reagir mais rápido do que, por exemplo, o cimento Portland.

Figura 11 - Distribuição granulométrica discreta e acumulada do hidróxido de cálcio P.A.



Fonte: A autora (2018).

3.2.2 Metacaulim

O metacaulim (MTC), que pode ser classificado como uma pozolana de alto desempenho, foi utilizado como parâmetro de referência a ser alcançada pelo material em estudo. Então, a comparação entre os resultados obtidos pelo metacaulim e pelas cinzas de lodo de esgoto permitiu identificar o que poderá ser modificado em estudos futuros para que esse resíduo alcance um desempenho similar ao metacaulim.

O metacaulim utilizado nesse trabalho foi produzido pela Caulim do Nordeste S.A., cuja composição química apresenta-se na Tabela 7. Sua cor é alaranjada, e este possui massa específica de 2,56 g/cm³ e superfície específica de 2348,97 m²/kg. Pode-se observar na Tabela 7 que este material é constituído majoritariamente por óxido de silício (SiO₂) e óxido de alumínio (Al₂O₃).

Tabela 7 - Composição química em quantidade de óxidos (%) do metacaulim

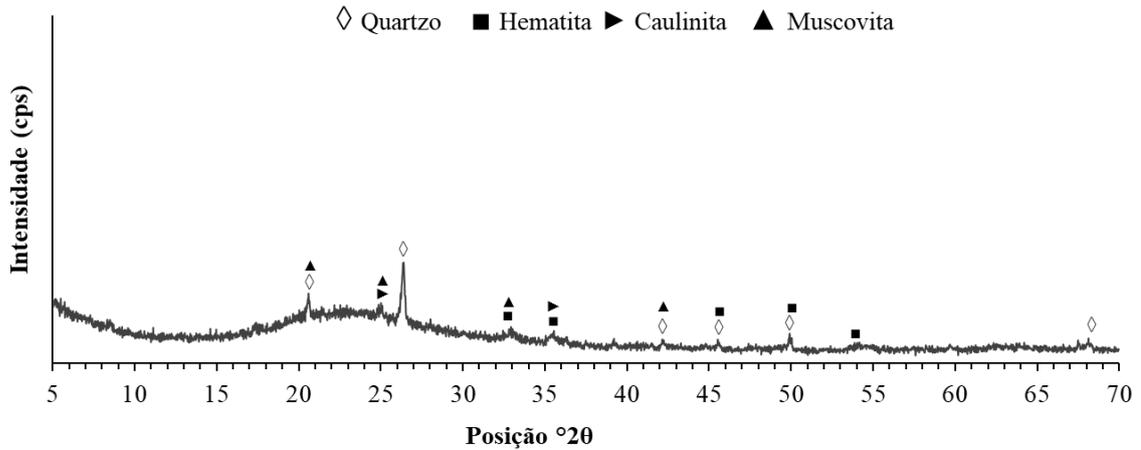
Óxido	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	P ₂ O ₅	K ₂ O	MgO	CaO	Na ₂ O	PF*	Total
Teor em massa (%)	50,27	42,80	3,61	0,37	0,22	0,22	0,08	0,02	2,40	99,99

*PF é Perda ao fogo

Fonte: A autora (2018).

Conforme apresentado na Figura 12, quanto a composição mineralógica, foram identificados como picos principais o quartzo (SiO₂), a hematita (Fe₂O₃), a caulinita (Al₄Si₄O₁₀(OH)₈) e a muscovita (KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂), confirmando os óxidos identificados pela análise química. Os picos de baixa intensidade indicam que o material é basicamente amorfo. A caulinita presente pode ser resultante de um material que foi insuficientemente calcinado e a hematita seria responsável pela coloração característica do material.

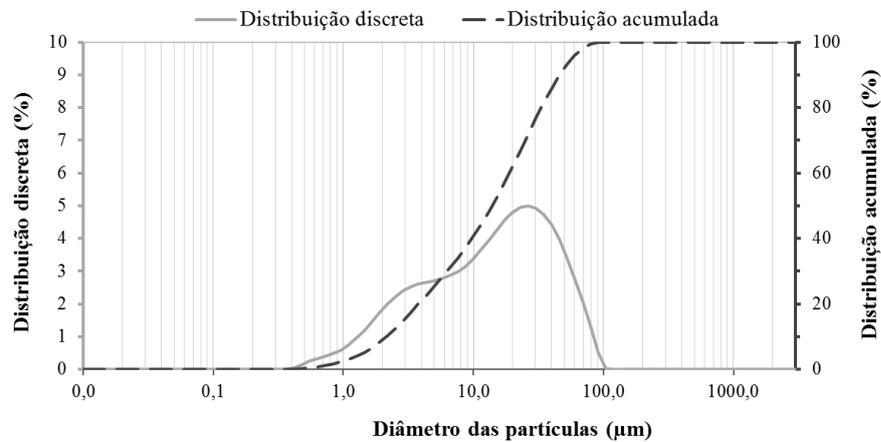
Figura 12 - Traços de difração de raios-X do metacaulim



Fonte: A autora (2018).

A distribuição granulométrica do metacaulim apresenta-se graficamente na Figura 13. O diâmetro médio das partículas ($D_{4,3}$) é 22,38 μm e o D_{50} é 16,05 μm , se tratando de um material bastante fino.

Figura 13 - Distribuição granulométrica discreta e acumulada do metacaulim



Fonte: A autora (2018).

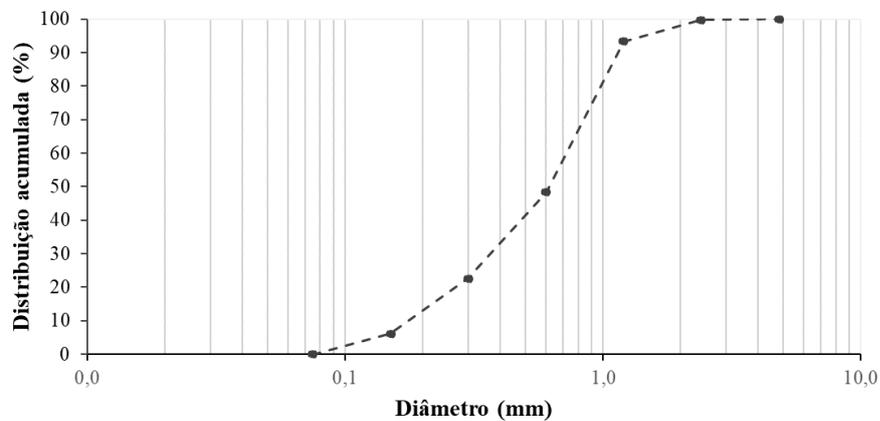
A apresentação dos resultados da pozolanicidade do metacaulim pelos ensaios de determinação da atividade pozolânica com cal e da condutividade elétrica será realizada juntamente com os resultados da atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto, nos itens 4.2 e 4.3, tendo como objetivo permitir uma comparação direta entre o desempenho desses materiais.

3.2.3 Agregado miúdo

O agregado miúdo utilizado na confecção das argamassas do ensaio da norma NBR 5751:2015 foi uma areia quartzosa, com módulo de finura de 2,3, dimensão máxima de 2,40

mm e massa específica de $2,63 \text{ g/cm}^3$. Na Figura 14 é apresentada a distribuição granulométrica acumulada da areia utilizada neste trabalho.

Figura 14 - Distribuição granulométrica acumulada do agregado miúdo



Fonte: A autora (2018).

3.2.4 Lodo de esgoto

O lodo de esgoto utilizado nesta pesquisa foi proveniente da Estação de Tratamento de Esgoto Mangueira, localizada na Zona Oeste da cidade do Recife. A Figura 15 apresenta a vista superior da ETE, destacando os elementos que a compõe. O material foi coletado do reator UASB na forma líquida e armazenado em recipientes fechados, bombonas plásticas, somando aproximadamente 70 litros de lodo *in natura*.

Figura 15 – Vista superior da estação de tratamento de esgoto Mangueira



Fonte: A autora (2018).

Após a coleta do lodo na estação de tratamento, este foi encaminhado ao Laboratório de Construção Civil do DECIV/UFPE. No local, foi retirado máximo de água presente no lodo *in natura*, com o auxílio da peneira com abertura de malha de $45 \mu\text{m}$. O material retido foi

disposto em bandejas e seco ao ar durante um período de seis dias, como apresentado nas Figura 16 e Figura 17, respectivamente.

Figura 16 – Lodo *in natura* após a retirada da água



Fonte: A autora (2018).

Figura 17 – Lodo *in natura* seco ao sol



Fonte: A autora (2018).

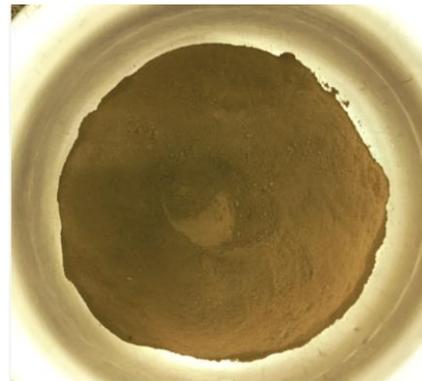
Como forma de eliminar o excesso de umidade ainda presente no lodo, o material foi levado à estufa, a uma temperatura de 100°C por 24 horas, sendo resfriado naturalmente em temperatura ambiente após a retirada. O lodo seco foi destorroado num moinho de bolas por 20 minutos, levando a consequente redução da granulometria do material para a sua calcinação. As Figura 18 e Figura 19 mostram o aspecto do LS antes e depois da moagem. Por fim, para a retirada de material estranho, como pedaços de plástico, o lodo de esgoto seco passou pela peneira com abertura de malha de 2,4 mm, sendo a fração retida descartada.

Figura 18 – Lodo *in natura* seco em estufa



Fonte: A autora (2018).

Figura 19 – Lodo *in natura* destorroado



Fonte: A autora (2018).

Através da análise das características físicas foi determinado que os valores obtidos para massa específica e superfície específica do lodo seco destorroado foram, respectivamente, 2,73 g/cm³ e 676,96 m²/kg. Na análise química foi constatado que é o lodo constituído majoritariamente por óxido de silício (SiO₂), com a presença de óxido de alumínio (Al₂O₃), óxido de ferro (Fe₂O₃) e óxido de cálcio (CaO), que podem ser derivados dos produtos

utilizados no tratamento de esgoto. Sua composição química detalhada pode ser observada na Tabela 8.

Tabela 8 - Composição química em quantidade de óxidos (%) do lodo seco

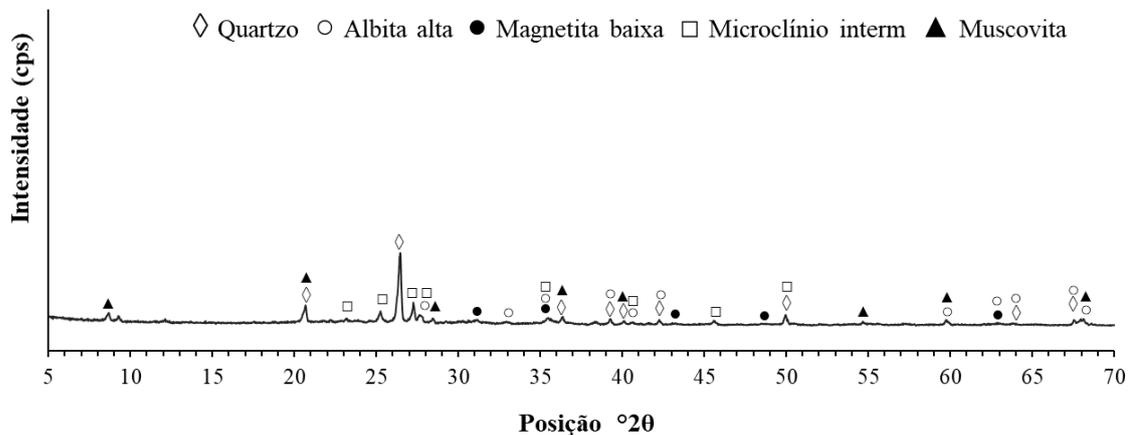
Óxido	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	P ₂ O ₅	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	CuO	MnO	NiO	PF*	Total
Teor em massa (%)	39,02	16,02	9,68	6,62	5,42	2,21	1,67	0,80	0,12	0,06	0,06	18,33	100,01

*PF é Perda ao fogo

Fonte: A autora (2018).

Como apresentado na Figura 20, foram encontrados picos de quartzo (SiO₂), magnetita baixa (Fe₃O₄), albita alta (Na(AlSi₃O₈)), microclínio intermediário (KAlSi₃O₈) e muscovita (KAl₃Si₃O₁₀(OH)₂).

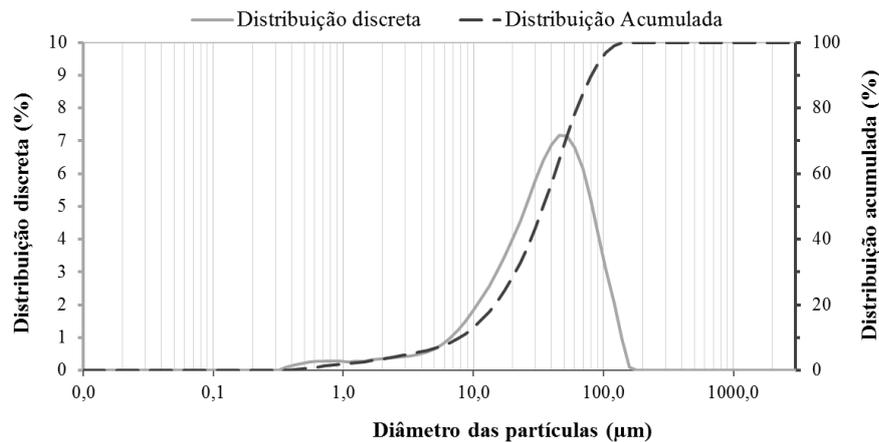
Figura 20 - Traços de difração de raios-X do lodo seco



Fonte: A autora (2018).

O diâmetro médio das partículas ($D_{4,3}$) e D_{50} do LS foram 45,96 μm e 39,63 μm , respectivamente, se tratando de um material menos fino do que o hidróxido de cálcio e metacaulim. Suas curvas de distribuição granulométrica discreta e acumulada apresentam-se na Figura 21.

Figura 21 - Distribuição granulométrica discreta e acumulada do lodo seco



Fonte: A autora (2018).

3.2.5 Cinzas de lodo de estação de tratamento de esgoto

As cinzas de lodo de esgoto foram obtidas pela calcinação da amostra de lodo de esgoto realizada em uma mufla elétrica da marca EDG, apresentada na Figura 22, localizada no Laboratório de materiais (Lmat) do Instituto de Tecnologia de Pernambuco (ITEP). Para a calcinação foi adotada uma taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e um tempo de permanência 180 minutos na temperatura de calcinação definida. Para cada temperatura de calcinação foi realizado o mesmo processo, sendo reservadas amostras de 1250 gramas do material.

Figura 22 – Mufla elétrica para calcinação do lodo seco *in natura*



Fonte: A autora (2018).

Ao fim de cada processo, as cinzas foram resfriadas naturalmente (processo lento) até atingir a temperatura ambiente (aproximadamente 28°C) ainda dentro da mufla, retiradas do recipiente de calcinação e armazenadas em embalagens plásticas vedadas. As quatro cinzas foram nomeadas de acordo com a sua respectiva temperatura de calcinação, sendo estas:

CLE600, CLE700, CLE800 e CLE900. Na Figura 23 apresentam-se os materiais resultante da calcinação.

Figura 23 – Cinzas de lodo de esgoto (a) CLE600 (b) CLE700 (c) CLE800 (d) CLE900



Fonte: A autora (2018).

3.3 PROCEDIMENTOS DE ENSAIO

3.3.1 Análises físicas

3.3.1.1 Massa específica real por meio do frasco de Le Chatelier

A determinação da massa específica de todos os materiais em pó seguiu o procedimento apresentado na norma NBR 16605 (ABNT, 2017). Esta é obtida por meio do frasco volumétrico de Le Chatelier, no qual a leitura da variação de volume de querosene provocado por uma massa determinada da amostra permite determinar sua massa específica.

3.3.1.2 Massa específica de agregados miúdos por meio do frasco de Chapman

A massa específica do agregado miúdo foi obtida por meio do frasco de Chapman, conforme estabelecido na norma NBR 9776 (ABNT, 1987). Assim como no caso da determinação no frasco de Le Chatelier, a massa específica é obtida pela razão entre 500 gramas do agregado e a variação de volume de água provocada por essa massa.

3.3.1.3 Composição granulometria do agregado miúdo

A obtenção da curva granulométrica do agregado miúdo foi executada seguindo o procedimento da norma NBR NM 248 (ABNT, 2003). Para isso 1 kg de areia foi colocado sobre um conjunto de peneiras e agitado mecanicamente. A partir das porcentagens de

agregado retidas em cada peneira do conjunto foi traçada a curva granulométrica, e determinados o módulo de finura e a dimensão máxima característica.

3.3.1.4 Superfície específica pelo método de Blaine

A determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar foi realizada conforme o procedimento da norma NBR 16372 (ABNT, 2015b). Neste ensaio a finura dos materiais em pó é apresentada como superfície específica através da determinação do tempo necessário para que uma quantidade de ar passe por uma camada compactada do material com porosidade e massa específica conhecida.

3.3.1.5 Granulometria a laser

Neste método a granulometria é determinada pela difração laser (*low angle laser light scattering* – LALLS ou espalhamento de luz laser de ângulo baixo) de um granulômetro. Este equipamento consegue mensurar a distribuições dos tamanhos das partículas dos materiais em pó através da medição da variação angular na intensidade da luz difundida à medida que um feixe de laser interage com as partículas dispersas da amostra (MALVERN, 2017).

O ângulo de difração é inversamente proporcional à dimensão da partícula e identificado por um detector fotoelétrico constituído por um conjunto de detectores individuais (DIAS, 2004). Conforme a teoria de Mie, a difração a laser determina o raio da partícula a partir do modelo de uma esfera com volume equivalente, para isso é necessário conhecer as propriedades ópticas da amostra e do dispersante. O granulômetro pode utilizar diferentes tipos de dispersão (a seco, via úmida ou a seco e via úmida), sendo relativamente fácil o acesso à informação de suas propriedades óticas (MALVERN, 2017).

Além disso, a concentração de material é monitorada através do registro da quantidade de luz do feixe que foi “perdida” quando a amostra é introduzida, conhecido como “obscurecimento”. A faixa de obscurecimento ideal para realização do ensaio é de 10 a 20%, sendo a amostra adicionada ao dispersante até se enquadrar neste intervalo, e monitorado através do *software* do equipamento (MALVERN, 2007; OLIVEIRA et al., 2016).

As curvas granulométricas discreta e acumulada dos materiais em pó foram obtidas utilizando o granulômetro a laser Mastersizer 2000, da Malvern Instruments, com a unidade de dispersão Hydro 2000MU. Este ensaio foi realizado no Laboratório de materiais do Instituto de Tecnologia de Pernambuco. Além das curvas granulométricas foi determinado o diâmetro

médio das partículas pelo volume ($D_{4,3}$) e o diâmetro do grão correspondente a 50% do material passante (D_{50}).

Dentre os parâmetros variáveis do ensaio de granulometria foi estabelecida uma velocidade de bombeamento/agitação de 1500 rpm e que o ultrassom seria mantido ligado durante todo o ensaio, permitindo uma melhor dispersão da amostra. Como dispersante foram utilizados 600 ml de álcool etílico absoluto e o intervalo de dimensão das partículas das amostras foi de 0.02 a 2000 μm .

3.3.2 Análise química por fluorescência de raios-X (FRX)

A espectrometria de fluorescência de raios-X é uma técnica não destrutiva que resulta num dos métodos analíticos mais precisos e econômicos para identificação da composição de vários tipos de materiais, realizando uma análise qualitativa, e para estipulação da proporção (concentração) em que cada elemento se encontra na amostra do material analisado (OLIVEIRA, 2011; RIGAKU, 2017a). Nesse ensaio, os raios-X são produzidos pela transição de elétrons entre as camadas mais internas dos átomos, que produzem um espectro discreto de distribuição de energia, e está diretamente associada ao número atômico do elemento. Como a energia presente na absorção é específica para cada elemento químico, é possível realizar a sua identificação e quantificação (BECKHOFF et al., 2006 *apud* OLIVEIRA, 2011; PARREIRA, 2006).

A composição química em porcentagem de óxidos foi obtida por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX), utilizando um espectrômetro Rigaku ZSX Primus II equipado com tubo de ródio (Rh) e sete cristais analisadores. Para realização do ensaio as amostras foram peneiradas e aproximadamente 10 gramas da fração passante da peneira com abertura de malha de 75 μm (nº 200) de cada cinza foi reservada em um container plástico. A FRX foi realizada no Núcleo de Estudos Geoquímicos do Laboratório de Isótopos Estáveis (NEG-LABISE) da UFPE. Os resultados foram obtidos por uma análise semi-quantitativa numa amostra prensada em cápsulas de alumínio, sendo recalculados para 100% após a incorporação da perda ao fogo, no qual o material chegou a 1000°C.

3.3.3 Análise mineralógica por difração de raios-X (DRX)

A análise por difração de raios-X também é um método não destrutivo que permite identificar facilmente o mineral por meio da caracterização da sua estrutura cristalina, devido ao

espalhamento dos raios-X pelos elétrons dos átomos do cristal, sem mudanças de comprimento de onda. Os picos do difratograma são produzidos quando, para um dado valor do ângulo de incidência e difração de um feixe de raios-X (θ), um dado plano atômico possui distância interplanar (d) que satisfaz a lei de Bragg ($n\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$). Assim, a altura dos picos é proporcional às intensidades dos efeitos da difração (CPMTC, 2015).

As composições mineralógicas das amostras estudadas foram obtidas por DRX utilizando o difratômetro Rigaku D/max-2200 com radiação Cu K α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), operando a 40kV e 20 mA. Os ensaios foram realizados no Laboratório de materiais do ITEP em uma faixa de varredura de 2 a $70^\circ 2\theta$ com um incremento de passo do goniômetro de $0,02^\circ 2\theta$, velocidade $2^\circ 2\theta/\text{passo}$ e tempo de contagem de 1min/passos.

A preparação das amostras seguiu o mesmo procedimento utilizado na análise química, conforme o item 3.1.2. Em seguida, estas foram colocadas no porta amostras adequado ao equipamento e prensadas com lâmina de vidro, seguindo para o ensaio. A identificação das fases cristalinas resultantes do DRX foi realizada por comparação do difratograma obtido pela amostra com aqueles dos minerais disponíveis no banco de dados PDF-2 do *International Center for Diffraction Data* (ICDD).

3.3.4 Análise da pozolanicidade

A avaliação da atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto e do metacaulim foi realizada de duas formas: através do ensaio de determinação da atividade pozolânica com hidróxido de cálcio aos sete dias, definida pela norma NBR 5751 (ABNT, 2015a) e através da perda de condutividade elétrica.

3.3.4.1 Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias

Inicialmente a análise da atividade pozolânica foi realizada através da determinação índice da atividade pozolânica com cal (hidróxido de cálcio), seguindo os procedimentos apresentados pela norma NBR 5751 (ABNT, 2015a). Assim, foi possível verificar em um curto período de tempo se o material em estudo possuía pozolanicidade e comparar os resultados deste ensaio definido por norma com aqueles obtidos pelo método de condutividade elétrica.

Neste método são moldados três corpos-de-prova cilíndricos de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura, produzidos com uma argamassa que como aglomerante contém 104 gramas de hidróxido de cálcio P.A. e uma massa de material pozolânico (m) correspondente ao dobro do

volume de hidróxido de cálcio, conforme a Equação (4), onde δ_{poz} é a massa específica do material pozolânico em estudo e δ_{cal} é o valor da massa específica do hidróxido de cálcio. Após a separação das quantidades, estes materiais devem ser misturados e homogeneizados por aproximadamente dois minutos em recipiente fechado.

$$m = 2 \cdot \left(\frac{\delta_{poz}}{\delta_{cal}} \right) \cdot 104 \text{ g} \quad (4)$$

Para confecção da argamassa são utilizados ainda 234 gramas de cada uma das frações de areia (fina, média fina, média grossa e grossa), e uma quantidade de água de amassamento suficiente para que a mistura obtenha um índice de consistência médio de (225 ± 5) mm no ensaio de abatimento estabelecido na norma NBR 7215 (ABNT, 1996). O hidróxido de cálcio e material pozolânico misturados são adicionados à água, que já se encontra na cuba do misturador mecânico. Já o tempo de amassamento e a forma de adição da areia no processo seguem a norma NBR 7215:1996.

A cura dos corpos-de-prova é realizada nos próprios moldes durante sete dias, sendo que no primeiro dia os corpos-de-prova devem permanecer à temperatura ambiente, e nos dias posteriores à temperatura de (55 ± 2) °C. Após a cura, os corpos-de-prova são retirados dos moldes, capeados e, após quatro horas da retirada da estufa, é determinada a carga de ruptura à compressão, conforme a norma NBR 7215:1996. Assim, a resistência à compressão do material será definida pela média dos resultados de resistência dos três corpos-de-prova moldados. A prensa hidráulica para argamassa utilizada no ensaio de resistência à compressão deste trabalho é da marca Soloteste, com capacidade para 20 toneladas (196 kN), bomba manual, e mostrador digital que indica a carga em tf com resolução de 10 kgf.

Conforme estabelecido na norma NBR 12653 (ABNT, 2014a) serão classificados como materiais pozolânicos destinados ao uso com cimento Portland em concretos, argamassas e pastas, aqueles que obtiverem uma resistência a compressão média mínima de 6 MPa no ensaio de determinação da atividade pozolânica. Então, foram analisados os resultados obtidos pelos corpos-de-prova moldados com argamassas produzidas com as cinzas calcinadas nas quatro temperaturas e o metacaulim.

3.3.4.2 Avaliação da atividade pozolânica por condutividade elétrica

Nesse método a pozolanicidade do material é definida pela perda de condutividade elétrica de uma solução de hidróxido de cálcio P.A. O modelo para essa avaliação foi baseado no

procedimento desenvolvido por Payá et al. (2001). No entanto, foi definido um período de ensaio de 1000 segundos, ao invés dos 10000 segundos propostos pelos autores, pois foi observado que este era o suficiente para verificar a atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto.

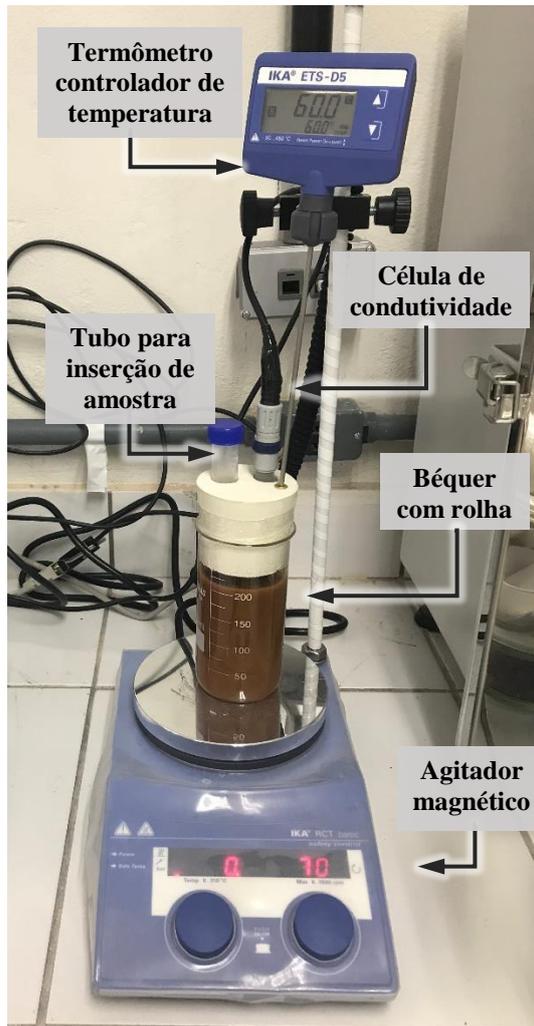
O ensaio utilizou um béquer de vidro de 250 ml de volume, uma rolha de borracha (como forma de prevenir a carbonatação da solução), e um agitador magnético, que permite o ajuste da temperatura do prato base e da taxa de agitação, como apresentado na Figura 24. A rolha de borracha possui três furos, sendo estes designados: a célula de condutividade, o termômetro controlador da temperatura do prato, e o tubo para inserção da amostra.

Um condutivímetro Digimed DM-32 v.2.0, que possui uma saída RS-232, e uma célula de condutividade da Digimed modelo DMC-001 XTX foram utilizados para as medições da condutividade da solução. Os dados das medições foram adquiridos e armazenados num *Raspberry Pi 3* conectado ao condutivímetro através da saída serial. Além do acesso aos dados diretamente *pelo Raspberry Pi*, o usuário possui a opção de monitoramento *on-line* ou aquisição de dados utilizando um *website* hospedado no equipamento. A Figura 25 apresenta o condutivímetro e *Raspberry Pi* utilizados no ensaio.

A solução insaturada de hidróxido de cálcio foi preparada seguindo a orientação de concentração de Payá et al. (2001), que é de 800 mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ por litro de água deionizada. A dissolução do hidróxido de cálcio na água foi realizada em laboratório num recipiente de vidro. Inicialmente, 1050 ml água foi aquecida até a temperatura de $60 \pm 1^\circ\text{C}$, sendo esta designada devido à similaridade com a temperatura inicial da hidratação do cimento Portland. Após a água atingir e estabilizar a temperatura desejada, 840 mg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (mínimo de 95% de pureza) foram adicionados. O recipiente foi então selado e a solução foi mantida sob agitação constante a 700 rpm por 1 hora.

Passado o tempo de preparação da solução, 200 ml desta são transferidos para o béquer de 250 ml sob as mesmas condições previamente estabelecidas, e a rolha de borracha é inserida firmemente, em conjunto com a célula de condutividade e o termômetro. Por fim, 4 g de pozolana foram adicionados na solução de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ -água através do tubo fixado a rolha, seguindo a proporção hidróxido de cálcio/pozolana estabelecida no método estudado. As medidas da condutividade elétrica em mS/cm foram coletadas pelo *Raspberry Pi* a cada segundo a partir do momento imediatamente antes da inserção da amostra de pozolana até o fim dos 1000 segundos de ensaio.

Figura 24 – Aparentagem do ensaio de condutividade elétrica



Fonte: A autora (2018).

Figura 25 - Condutivímetro e *Raspberry Pi* utilizados no ensaio de condutividade elétrica



Fonte: A autora (2018).

Como resultados, são obtidas as curvas de variação da condutividade e da perda de condutividade com o tempo. Também podem ser coletados os dados de uma variação de condutividade elétrica para um determinado período (Δt) e uma perda relativa de condutividade elétrica $(\%PC)_t$ para um determinado tempo. Este último é calculado seguindo a Equação (2), indicada por Payá et al. (2001).

4 APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS CINZAS DE LODO DE ESGOTO

A Tabela 9 apresenta a quantidade de óxidos das cinzas de lodo de estação de tratamento de esgoto obtida por análise de fluorescência de raios-X. Assim como o metacaulim, as cinzas em estudo são compostas principalmente de óxido de silício (SiO_2). Como este é um dos componentes responsáveis pela pozolanicidade em adições minerais, pode ser interpretado como um indicativo de atividade pozolânica nas CLE, desde que tenha características amorfas. Também pode ser destacada a presença de óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de ferro (Fe_2O_3) e óxido de cálcio (CaO), assim como havia sido constatado nas análises químicas de cinzas em outras pesquisas (DHIR et al., 2017). Os teores significativos destes últimos óxidos podem ser derivados do uso de sais aluminosos e férricos, e cal no tratamento de esgoto. Além disso, a porcentagem de pentóxido de sódio (P_2O_5) pode ser resultante da presença desse óxido na composição do detergente doméstico. As perdas ao fogo também se encontram dentro do intervalo obtido por estudos anteriores (2 a 13%).

Tabela 9 – Composição química em quantidade de óxidos (%) das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C

Amostra	CLE 600	CLE 700	CLE 800	CLE 900
Óxido	Teor em massa (%)			
SiO_2	43,64	44,99	46,83	49,02
Al_2O_3	16,85	17,20	18,92	16,34
Fe_2O_3	11,78	11,91	10,25	11,21
CaO	7,88	8,03	7,15	8,37
P_2O_5	6,62	7,07	6,24	6,86
MgO	2,63	2,25	2,61	2,30
K_2O	1,96	2,06	1,94	2,27
Na_2O	1,52	-	1,06	1,31
CuO	0,14	0,14	0,11	0,12
MnO	0,07	0,07	0,06	0,08
NiO	0,06	0,06	0,05	0,06
PF*	6,87	6,23	4,77	2,06
Total	100,02	100,01	99,99	100,00

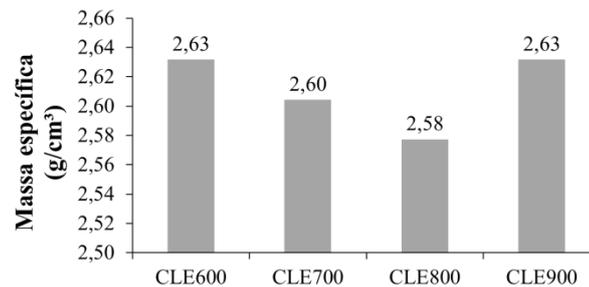
*PF é Perda ao fogo

Fonte: A autora (2018).

A massa específica das CLE variou entre 2,58 e 2,63 g/cm^3 , como apresentado na Figura 26. Estes valores estão dentro do esperado para das cinzas de lodo de esgoto, conforme o intervalo apresentado na Tabela 5, e também se aproximam da média de 2,6 g/cm^3 obtida a partir das massas específicas apresentadas em outros trabalhos. Dessa forma, identificou-se que esses materiais possuem densidade comparável à de um agregado miúdo, sendo também

similar àquela apresentada pelo metacaulim utilizado nesta pesquisa. A partir desses resultados, foi observado que a calcinação do lodo de esgoto promoveu uma redução em sua massa específica até a temperatura de calcinação de 800°C, aumentado aos 900°C. Possivelmente, o aumento da densidade aos 900°C está relacionado a uma redução no espaço dos poros causada pelo processo de vitrificação (DHIR et al., 2017). Esse comportamento não correspondeu ao identificado por Lynn et al. (2015), no qual a densidade das cinzas aumentou com a temperatura até 1000°C.

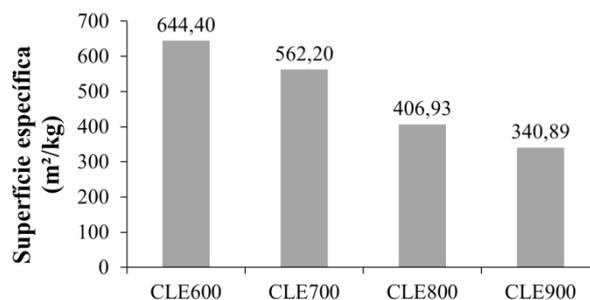
Figura 26 – Massa específica das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

De forma similar, a área da superfície específica, obtida pelo método Blaine, foi reduzida pela incineração do lodo. Além disso, o aumento da temperatura de calcinação causou a diminuição da superfície específica, como ilustrado na Figura 27. Apenas a superfície específica apresentada pelas CLE900 diverge dos dados apresentados na Tabela 5, onde o valor mínimo de finura Blaine é 400 m²/kg. Contudo, deve ser levado em consideração que para produção das cinzas utilizadas nas pesquisas avaliadas por Lynn et al. (2015) foi realizada a moagem e/ou peneiramento do material, contribuindo para o aumento da superfície específica. Como neste trabalho as CLE não foram submetidas a um beneficiamento por moagem seria natural obterem valores mais baixos para esse parâmetro. Quanto a comparação entre as cinzas e ao metacaulim, observa-se que a finura Blaine das CLE é muito menor.

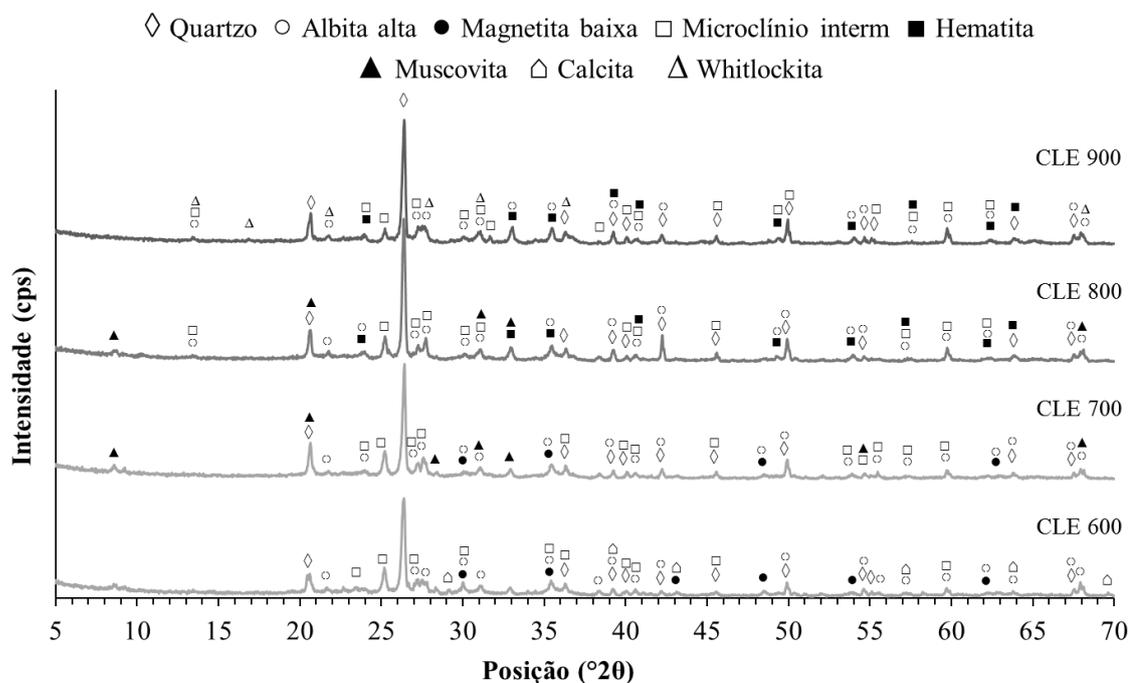
Figura 27 - Superfície específicas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

Para identificar a composição mineralógica dos materiais estudados foi realizada uma difração de raios-X, os difratogramas podem ser observados na Figura 28. Os resultados apresentaram composição heterogênea, consistindo principalmente de quartzo (SiO_2), magnetita (Fe_3O_4), hematita (Fe_2O_3), albita alta ($\text{Na}(\text{AlSi}_3\text{O}_8)$) e microclínio intermediário (KAlSi_3O_8). Também foi observado que a calcita (CaCO_3) está presente apenas nas cinzas calcinadas a 600°C , isso se deve ao fato que a decomposição térmica desse composto se inicia em temperaturas de aproximadamente 700°C . Outros compostos presentes nas amostras são a muscovita ($\text{KAl}_3\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$) e whitlockita ($\text{Ca}_{2.86}\text{Mg}_{0.14}(\text{PO}_4)_2$), que foram identificadas na temperatura de calcinação de 900°C .

Figura 28 - Traços de difração de raios-X das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

Através dos difratogramas foi observado que os compostos identificados pela difração de raios-X estão de acordo com aqueles apresentados pela análise química por FRX. Além disso, notou-se que as cinzas são compostas por fases cristalinas com picos bem definidos. Fontes (2003) sugere que a variação da intensidade dos picos de quartzo com a temperatura de calcinação das CLE é um indício que o aumento da temperatura pode ter alterado a sua estrutura cristalina. Assim, quanto mais elevada à temperatura de calcinação das cinzas maior seria a tendência à cristalização da sílica amorfa e, conseqüentemente, a redução da amorficidade do material.

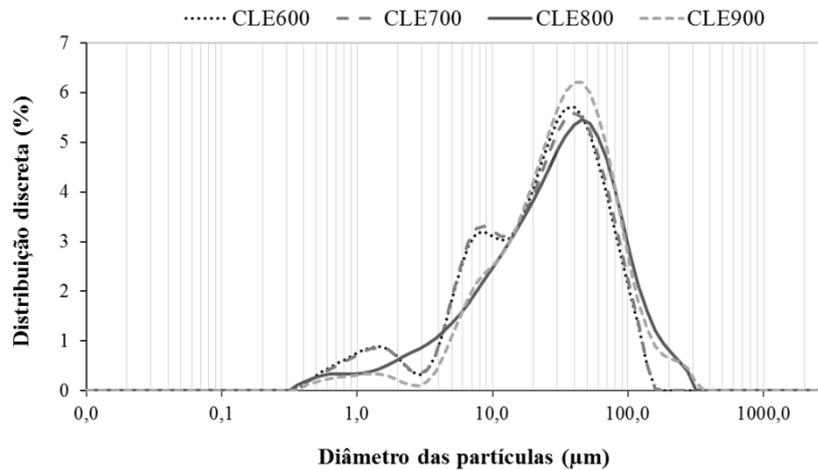
As Figura 29 e Figura 30 apresentam, respectivamente, as distribuições discreta e acumulada da granulometria das partículas das cinzas de lodo de esgoto, obtidas por difração a laser. Os diâmetros médios do material estão apresentados na Tabela 10. Os resultados evidenciaram que, a incineração do lodo na temperatura de 600°C reduziu o tamanho das partículas em relação ao lodo seco, apresentado no item 3.2.3. Entretanto, o diâmetro médio aumentou com a temperatura de calcinação, superando o $D_{4,3}$ do lodo seco aos 800°C.

Tabela 10 – Diâmetro médio e D_{50} das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C

Amostra	CLE600	CLE700	CLE800	CLE900
$D_{4,3}$ (μm)	34,84	35,17	47,73	48,38
D_{50} (μm)	26,89	26,85	33,63	35,69

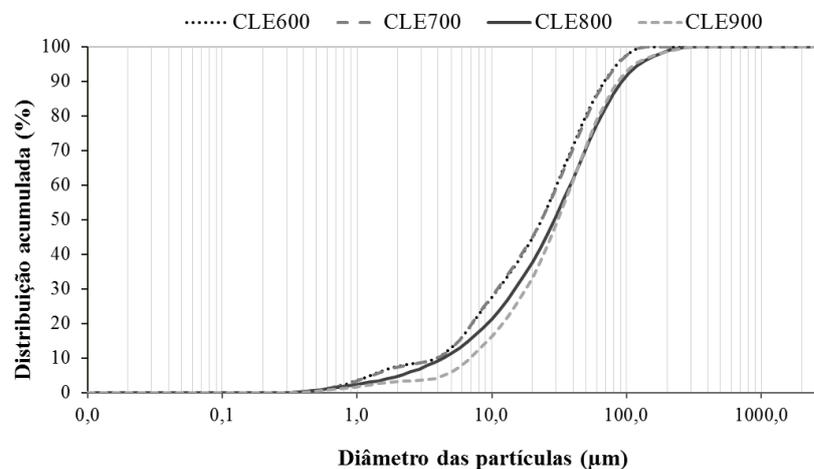
Fonte: A autora (2018).

Figura 29 - Distribuição granulométrica discreta das partículas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

Figura 30 - Distribuição granulométrica acumulada das partículas das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

4.1.1 Conclusões

Com a caracterização realizada nesta pesquisa pode-se inferir que a elevação da temperatura de calcinação das cinzas distancia suas características dos resultados apresentados pelo metacaulim, pois diminui a amorficidade das CLE e aumenta a sua granulometria. Nota-se que as cinzas de lodo de esgoto deste estudo possuem características físicas, químicas e mineralógicas que se encontram dentro do esperado quando comparados aos resultados obtidos pelas cinzas utilizadas em outros trabalhos. Todavia, diferentemente destes estudos as CLE não foram submetidas a moagem, peneiramento ou quaisquer outros processos além da calcinação, apresentando uma superfície específica próxima ou abaixo do valor mínimo. Como um estudo inicial do lodo de esgoto da cidade do Recife um processamento mínimo permite avaliar o desempenho das cinzas em seu estado “natural”. Dessa forma, após a determinação de sua atividade pozolânica será possível identificar os parâmetros ajustáveis em trabalhos futuros para tornar as CLE um material de reatividade pozolânica significativa e realizar um estudo do custo-benefício associado a esses processos.

4.2 DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE POZOLÂNICA COM CAL AOS 7 DIAS

Conforme apontado no item 3.3.4.1, com o objetivo de verificar o potencial pozolânico das CLE, foi realizada a determinação da atividade pozolânica com cal (hidróxido de cálcio). A apresentação dos resultados da pozolanicidade do metacaulim será realizada juntamente com os resultados das cinzas de lodo de esgoto, permitindo um comparativo entre o desempenho desses materiais, como estabelecido no item 3.2.2 Além disso, a partir dos resultados são apresentadas as mudanças indicadas para que as cinzas obtenham uma pozolanicidade próxima a do metacaulim utilizado neste trabalho.

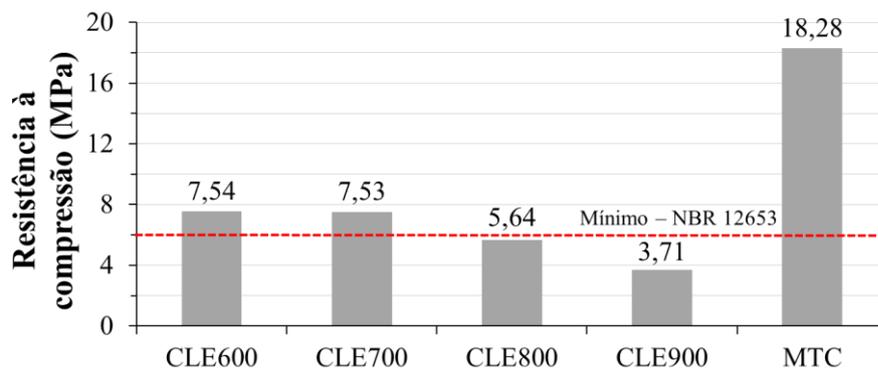
A Tabela 11 apresenta a dosagem das argamassas utilizadas para moldagem dos corpos-de-prova, assim como as relações água/aglomerante (a/agl) e os índices de consistência médio ($IC_{médio}$) obtidos. Na Figura 31, se encontram os resultados da resistência à compressão média aos sete dias obtida pelos corpos-de-prova moldados com as argamassas contendo as cinzas de lodo de esgoto e o metacaulim.

Tabela 11 – Quantidade de materiais utilizados para produção das argamassas referentes ao ensaio de determinação de atividade pozolânica com cal aos 7 dias

Argamassa	Massa (g)				a/agl	IC _{médio}
	Ca(OH) ₂	Material pozolânico	Areia	Água		
CLE600	104,00	234,68	936,00	226,92	0,67	222,5
CLE700	104,00	232,00	936,00	221,76	0,66	217,5
CLE800	104,00	230,22	936,00	217,24	0,65	227,5
CLE900	104,00	234,68	936,00	220,14	0,65	229,5
MTC	104,00	232,45	936,00	319,63	0,95	222,5

Fonte: A autora (2018).

Figura 31 – Resistência à compressão das argamassas de cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C e metacaulim aos 7 dias



Fonte: A autora (2018).

Os resultados mostram que a resistência à compressão reduziu com o aumento da temperatura de calcinação. Apenas as CLE600 e CLE700 poderiam ser classificadas como pozolanas de classe E, já que suas resistências de 7,54 e 7,53 MPa, respectivamente, ultrapassam o mínimo de 6 MPa exigido pela norma 12653:2014. Como relatado e consensual na literatura científica, o metacaulim pode ser considerado uma pozolana de alto desempenho, sendo comprovado pelo resultado obtido no ensaio. É válido salientar que a resistência à compressão obtida pelas misturas é majoritariamente resultante do efeito pozolânico do material utilizado no ensaio, pois a resistência é adquirida através dos produtos hidratados resultantes da reação entre o hidróxido de cálcio e a pozolana. Neste caso, mesmo que o material promova o efeito fíler, a sua contribuição na resistência mecânica não seria o suficiente para obter o resultado mínimo exigido. Dessa forma, nota-se a atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto.

Pode ser observado que a distribuição das partículas das amostras CLE600 e CLE700 são muito semelhantes, assim como seus diâmetros médios, e estas são as cinzas com maior superfície específica, indicando a importância desses parâmetros no desenvolvimento de atividade pozolânica das cinzas de lodo de esgoto. Outro indicativo da relação entre a pozolanicidade e a finura é o desempenho obtido pelo metacaulim que, conforme destacado

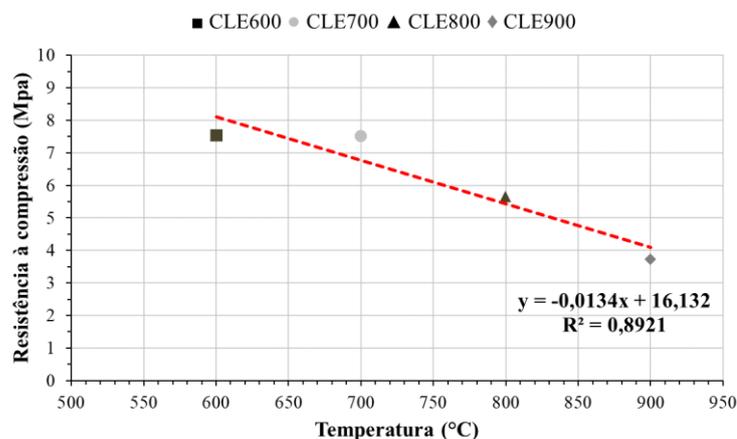
anteriormente, possui uma superfície específica significativamente maior que as cinzas e granulometria mais fina. Então, um aumento da finura das CLE pode vir a contribuir na intensificação da atividade pozolânica das cinzas, tornando-as mais reativas. Do ponto de vista econômico, o fato das menores temperaturas alcançarem os melhores resultados, mesmo sem beneficiamento por moagem, é uma grande vantagem, uma vez que seria necessário um menor gasto energético para a produção de um material satisfatório.

4.2.1 Relação entre as características físicas e a atividade pozolânica

A partir dos resultados das características físicas dos materiais e da atividade pozolânica com hidróxido de cálcio aos 7 dias foi possível determinar uma tendência entre cada parâmetro e avaliar a relação entre eles através do coeficiente de determinação (R^2).

Inicialmente, foram relacionadas à resistência à compressão obtida pelas argamassas e a temperatura de calcinação das cinzas de lodo de esgoto. O ajuste obtido demonstra que existe uma tendência da relação entre a resistência obtida pelo procedimento da NBR 5751:2015 e a temperatura de calcinação ser um fenômeno linear, como pode ser observado na Figura 32. Dessa forma, quanto maior a temperatura utilizada na produção das cinzas, menor a resistência obtida pela argamassa produzida com esse material, ou seja, o aumento da temperatura de calcinação ocasionou a redução da atividade pozolânica das CLE. De acordo com os resultados de difração de raios X (Figura 28) e granulometria laser (Tabela 10), pode-se explicar este comportamento como sendo a diminuição da pozolanicidade em função do aumento de fases cristalinas do óxido de silício e aumento do diâmetro médio das partículas das cinzas.

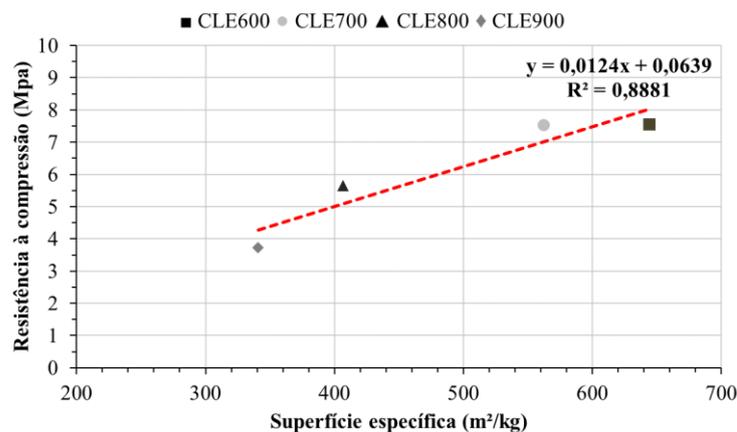
Figura 32 – Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a temperatura de calcinação das cinzas de lodo de esgoto



Fonte: A autora (2018).

Quanto ao estudo da resistência à compressão aos 7 dias em função da superfície específica, apresentada na Figura 33, observa-se que estas diretamente proporcionais, com tendência linear. Logo, uma maior superfície específica das cinzas contribui para as maiores reações pozolânicas entre o material e o hidróxido de cálcio, resultando numa maior resistência à compressão das argamassas.

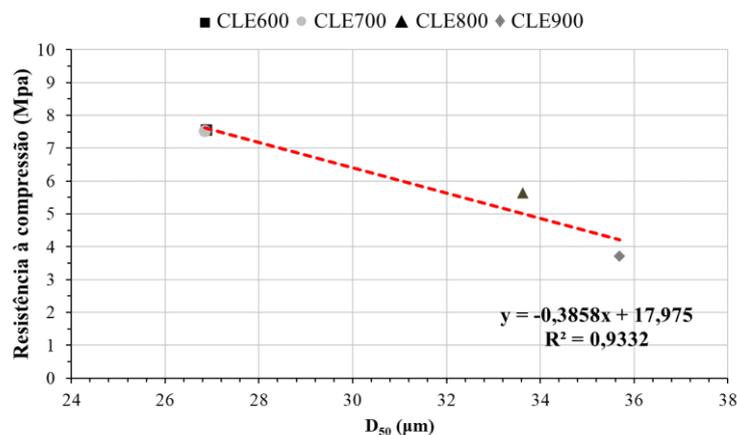
Figura 33 - Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a superfície específica das cinzas de lodo de esgoto



Fonte: A autora (2018).

Na Figura 34 pode-se observar uma relação linear entre os resultados do ensaio da NBR 5751:2015 e o diâmetro D_{50} das partículas das cinzas. Neste caso há uma tendência de que quanto menor o D_{50} , maior será o ganho de resistência das argamassas aos sete dias, ou seja, a granulometria fina favorece o desenvolvimento de atividade pozolânica.

Figura 34 - Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e o D_{50} das cinzas de lodo de esgoto



Fonte: A autora (2018).

Assim, através do estudo das correlações entre as características das cinzas de lodo de estações de tratamento de esgoto com a sua atividade pozolânica foi verificado que a

temperatura de calcinação teve grande influência sobre a pozolanicidade das CLE, provavelmente devido a cristalização da sílica amorfa. Além disso, é observada a importância da distribuição granulométrica e da superfície específica no desempenho das CLE, isso porque estes parâmetros afetam diretamente a reação entre o hidróxido de cálcio e a pozolana, conforme apontado por Swamy (1993) e Massaza (1998).

4.2.2 Conclusões

A temperatura de calcinação que apresentou a maior atividade pozolânica (600°C) foi abaixo do esperado, pois outros estudos indicaram que as cinzas calcinadas a 700 e 800°C possuem um maior índice de atividade pozolânica (MORALES, 1999; TANTAWY et al., 2012; NAAMANE et al., 2016). Este resultado gera um incentivo ao uso das CLE como adição mineral, uma vez que um beneficiamento simples foi suficiente para produzir um material que apresenta propriedades pozolânicas.

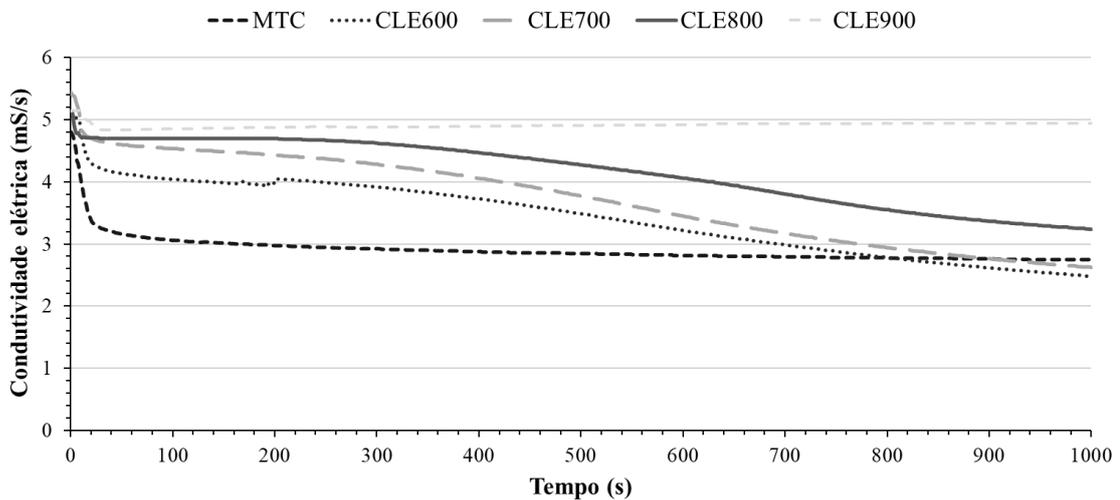
Com a redução da pozolanicidade decorrente do aumento da temperatura de calcinação, foi possível confirmar o efeito negativo que este desempenhou sob as cinzas neste estudo. Observa-se que a moagem das CLE poderia vir a contribuir com o aumento da atividade pozolânica até mesmo nas cinzas produzidas em altas temperaturas, porém haveria um custo maior em sua produção.

4.3 ATIVIDADE POZOLÂNICA PELO MÉTODO DA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA

Como a fixação do Ca(OH)_2 indicada pela perda de condutividade elétrica permite avaliar a atividade pozolânica de um material, foi realizada a medição da condutividade elétrica do sistema formado pela solução insaturada de hidróxido de cálcio e por uma fração de pozolana, por um período de 1000 s, conforme indicado no item 3.3.4.2. A resultante dessa coleta de dados foram as curvas de variação de condutividade elétrica das cinzas calcinadas a 600, 700, 800 e 900°C e do metacaulim, apresentadas na Figura 35. Pode ser verificado que, com exceção das cinzas calcinadas a 900°C, houve uma queda da condutividade elétrica com o tempo após a inserção destes materiais, indicando um potencial pozolânico. No caso das CLE900, é possível que uma alta taxa de sais tenha sido liberada na solução, interferindo na taxa de consumo do hidróxido de cálcio pelo material, e causando um aumento na condutividade elétrica. Quanto ao metacaulim, é observada que a condutividade é reduzida

bruscamente nos primeiros 20 segundos de ensaio e segue caindo de forma mais lenta após esse período.

Figura 35 - Variação da condutividade do metacaulim e das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2018).

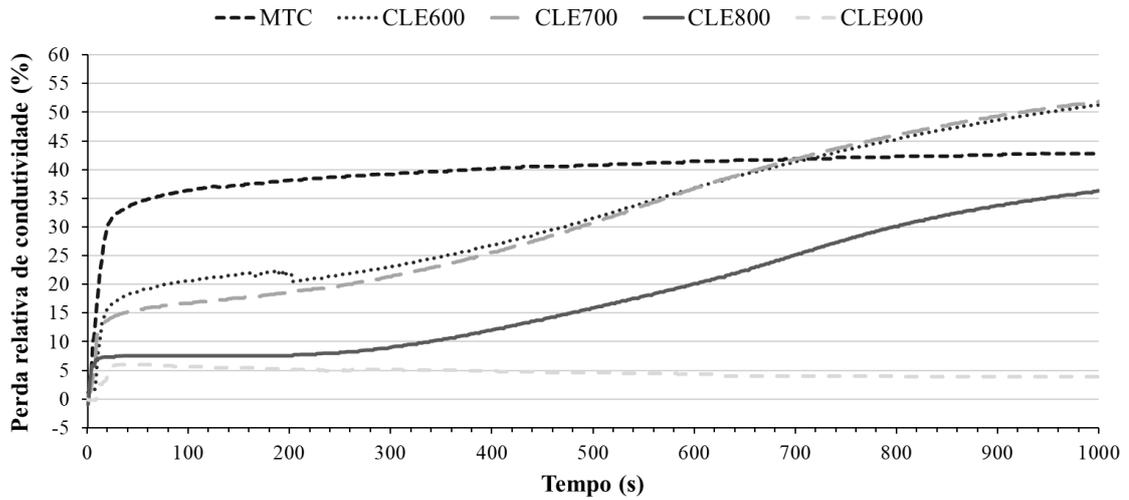
Na metodologia desenvolvida por Payá et al. (2001) os autores utilizam a perda relativa de condutividade nos tempos de 100, 1000 e 10000 segundos para avaliação da atividade pozolânica. Baseado nesse método e dado o tempo de ensaio de 1000 s, são apresentados na Tabela 12 os valores referentes: a condutividade imediatamente antes da inserção do material em estudo (C_0); após o decorrer de 100 e 1000 s do material ser inserido na solução ($(C_{\text{poz}})_{100}$ e $(C_{\text{poz}})_{1000}$); e, a variação entre a condutividade inicial e final para cada tempo (Δ_{100} e Δ_{1000}). Além disso, a partir da Equação (2) foram calculadas as perdas relativas de condutividade para 100 e 1000 s ($(\%PC)_{100}$ e $(\%PC)_{1000}$), e as curvas de perda de condutividade de cada material, como apresentado na Figura 36. Estas curvas permitem observar e comparar o desenvolvimento do consumo do hidróxido de cálcio por cada material.

Tabela 12 – Condutividade elétrica ($C_{\text{poz},t}$), variação da condutividade (Δ_t) e perda relativa de condutividade $(\%PC)_t$ das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C e do metacaulim

Amostra	C_0	$(C_{\text{poz}})_{100}$	$(C_{\text{poz}})_{1000}$	Δ_{100}	Δ_{1000}	$(\%PC)_{100}$	$(\%PC)_{1000}$
CLE600	5,087	4,042	2,481	1,05	2,61	20,54	51,23
CLE700	5,441	4,534	2,619	0,91	2,82	16,67	51,87
CLE800	5,079	4,697	3,234	0,38	1,85	7,52	36,33
CLE900	5,144	4,851	4,941	0,29	0,20	5,70	3,95
MTC	4,814	3,060	2,744	1,75	2,07	36,44	43,00

Fonte: A autora (2018).

Figura 36 – Perda relativa da condutividade do metacaulim e das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600, 700, 800 e 900°C



Fonte: A autora (2017).

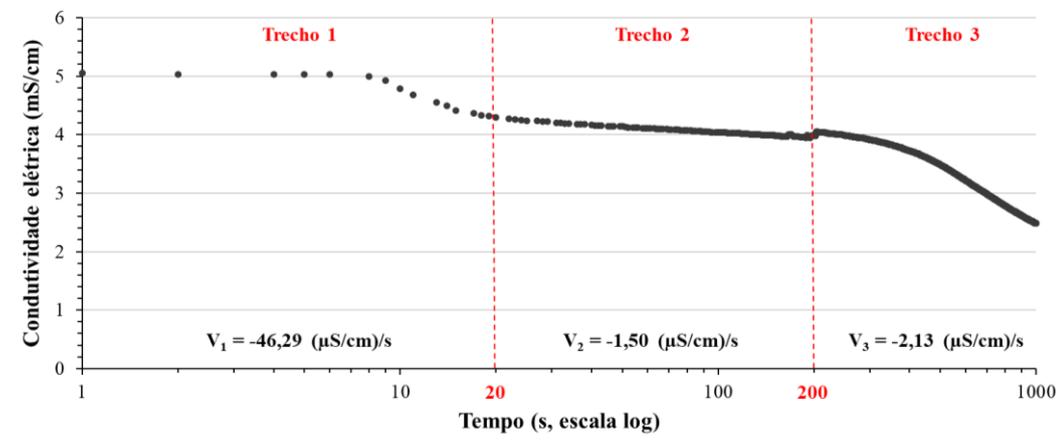
Através dos dados acima é evidente que o metacaulim consome rapidamente o hidróxido de cálcio, possuindo a maior perda de condutividade para os primeiros 100 segundos de ensaio, seguido pelas CLE600, CLE700, CLE800 e CLE900. Este comportamento é semelhante aquele observado nas resistências à compressão obtidas no ensaio da NBR 5751:2015 (Figura 31), indicando que o metacaulim possui uma pozolanicidade maior que a das cinzas. No entanto, aos 1000 s, as cinzas calcinadas a 600 e 700°C obtêm uma perda de condutividade maior que a do metacaulim. Esse fato pode decorrer da proporção de hidróxido de cálcio/pozolana utilizada, uma vez que, devido ao alto desempenho pozolânico do metacaulim, a quantidade de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ disponível na solução teria sido fixado pelo metacaulim nos momentos iniciais do ensaio. Payá et al. (2001) afirmam que, no caso de haver uma redução significativa da condutividade em apenas alguns segundos, devido a uma grande quantidade de pozolana em relação ao hidróxido de cálcio, não haveria uma variação significativa da perda de condutividade com o tempo. Então, seria necessário um estudo da influência da proporção de hidróxido de cálcio/metacaulim para definição da quantidade de pozolana adequada.

Visando identificar o comportamento da condutividade elétrica com o tempo, principalmente nos primeiros segundos de ensaio, as curvas de variação da condutividade foram apresentadas em escala logarítmica nas Figura 37, Figura 38, Figura 39, Figura 40 e Figura 41. A análise visual dessas curvas permitiu evidenciar que, apesar de Payá et al. (2001) apresentarem seus resultados para os tempos de ensaio de 100, 1000 e 10000 s, no caso das cinzas de lodo de esgoto os tempos de 20 e 200 s também merecem destaque, pois demarcam mudanças na taxa

de consumo do hidróxido de cálcio. Assim, para determinar a velocidade da reação, foi identificada inclinação de cada trecho das curvas a partir de uma regressão linear.

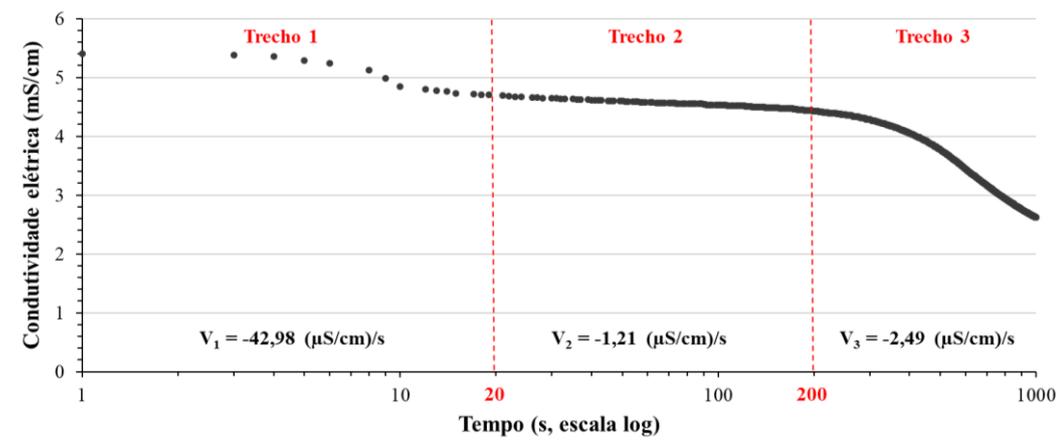
Para as cinzas calcinadas a 600, 700 e 800°C (Figura 37, Figura 38 e Figura 39), no primeiro trecho (entre 0 e 20 segundos de ensaio), a reação entre o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ e as cinzas acontecem de forma acelerada. De 20 a 200 s se encontra o trecho no qual a velocidade de consumo do hidróxido de cálcio é reduzida significativamente até aproximadamente 3% da velocidade original, no caso das CLE600 e CLE700, e 0,12% para CLE800. Já o último trecho, de 200 a 1000 s, é marcado por um pequeno ganho de velocidade em relação ao trecho anterior.

Figura 37 - Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 600°C em escala logarítmica



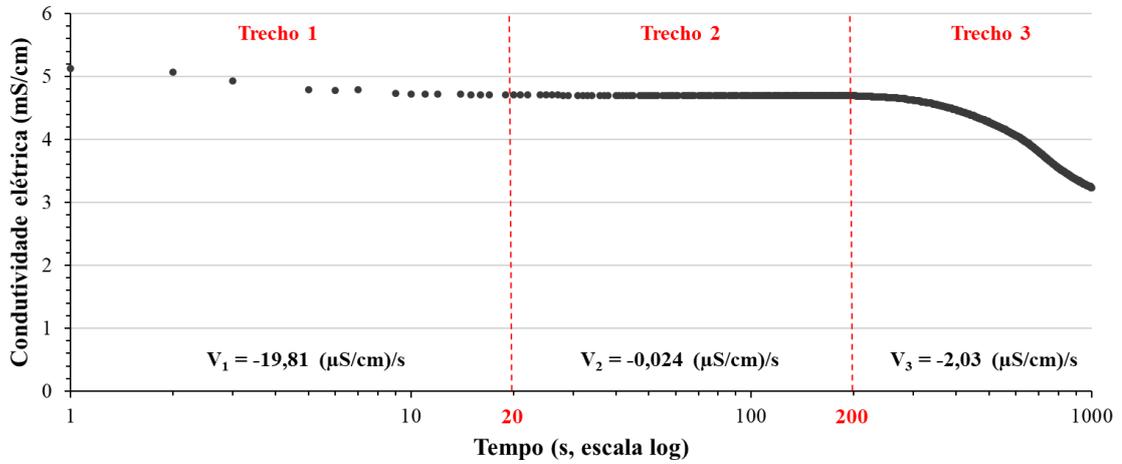
Fonte: A autora (2018).

Figura 38 - Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 700°C em escala logarítmica



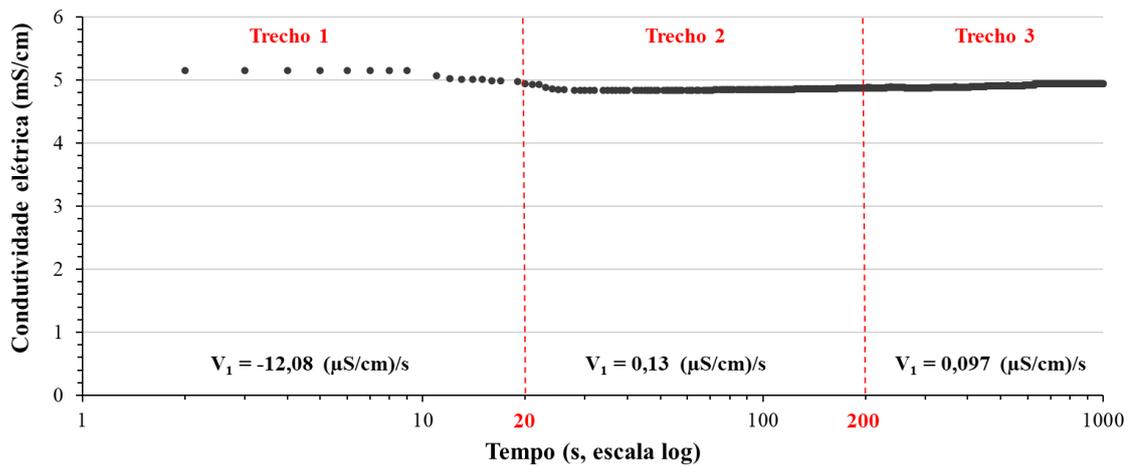
Fonte: A autora (2018).

Figura 39 - Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 800°C em escala logarítmica



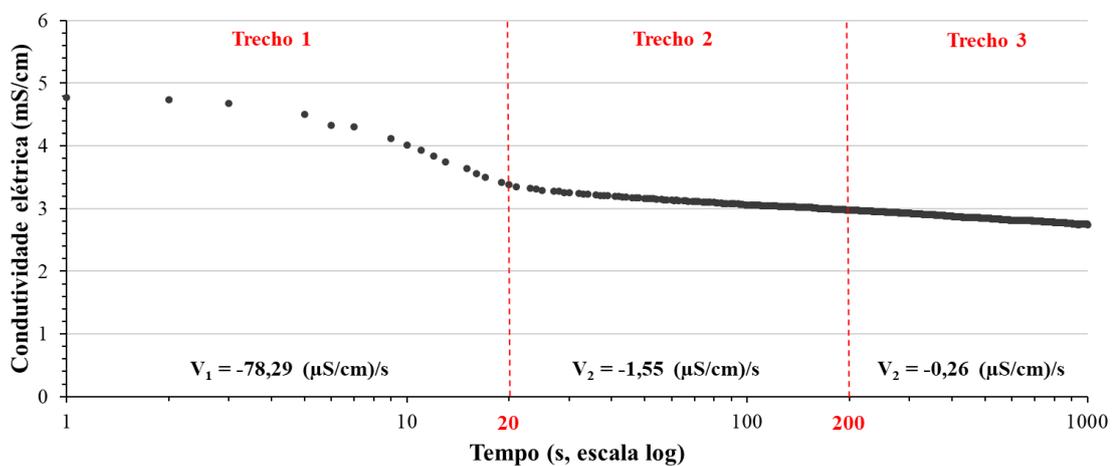
Fonte: A autora (2018).

Figura 40 - Variação da condutividade das cinzas de lodo de esgoto incineradas a 900°C em escala logarítmica



Fonte: A autora (2018).

Figura 41 - Variação da condutividade do metacaulim em escala logarítmica



Fonte: A autora (2018).

A curva de variação de condutividade das CLE900 (Figura 40) segue o mesmo comportamento das demais cinzas apenas no trecho 1. A partir deste a velocidade de reação se torna positiva, indicando que a condutividade elétrica aumenta com o tempo, e chega a ficar praticamente constante depois dos 200 segundos de ensaio. Como apontado anteriormente, neste caso os íons liberados pelas cinzas na solução elevam a condutividade elétrica do meio e, como este material possui uma baixa pozolanicidade, o consumo de Ca(OH)_2 é encoberto. Dessa forma, seria necessário realizar a remoção da contribuição dos sais das cinzas na condutividade elétrica, conforme proposto por Payá et al. (2001), para avaliar o consumo do hidróxido de cálcio mesmo nas CLE com menor atividade pozolânica.

O comportamento do metacaulim (Figura 41) pode ser dividido em duas partes. No trecho 1 existe uma grande perda de condutividade e, assim como observado na análise de perda de condutividade, o metacaulim possui a maior taxa de consumo de hidróxido de cálcio dentre os materiais ensaiados. Já na segunda parte, de 20-1000 s, acontece apenas uma perda gradativa da velocidade de reação, chegando a apresentar 0,3% da velocidade inicial no trecho 3.

Portanto, os resultados do ensaio de atividade pozolânica por condutividade elétrica se mostrou sensível as variações ocorridas nas cinzas de lodo de esgoto devido às diferentes temperaturas de calcinação e seguiu a mesma tendência do ensaio da NBR 5751:2015. Embora a ordem de melhor resultado das CLE600 e CLE700 tenha invertido em relação ao outro ensaio realizado, em ambos casos estas cinzas obtiveram resultados muito próximos e possuem a maior pozolanicidade entre as cinzas de lodo de esgoto. Já no caso do metacaulim, para uma correta verificação da atividade pozolânica por condutividade elétrica seria necessária a modificação da proporção pozolana/hidróxido de cálcio.

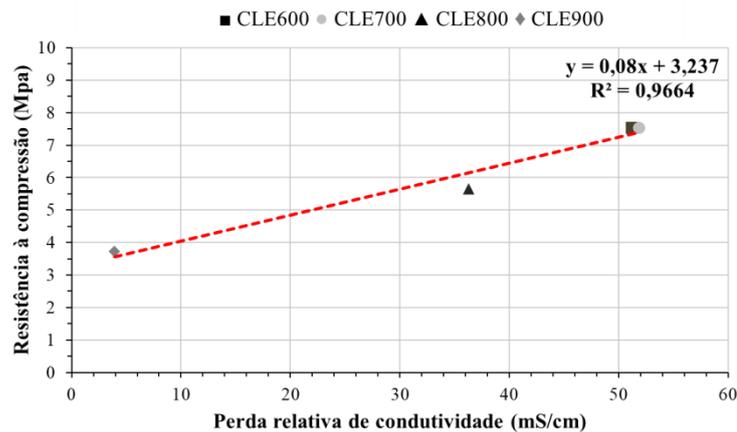
4.3.1 Relação entre os métodos de avaliação da atividade pozolânica

Como a pozolanicidade das cinzas de lodo de esgoto foram avaliadas por dois métodos distintos, seus resultados foram relacionados. Na Figura 42 é observada uma correlação significativa entre o ensaio de determinação da atividade pozolânica com hidróxido de cálcio e o ensaio de avaliação da pozolanicidade por condutividade elétrica. Assim, a tendência dessa relação é que quanto maior a perda relativa de condutividade maior a resistência à compressão obtida pelas argamassas.

É possível observar que apesar do ensaio de condutividade avaliar apenas a ação química das CLE, através do consumo de hidróxido de cálcio, enquanto o ensaio da NBR 5751:2015

permite verificar a contribuição química e física das cinzas nas argamassas de hidróxido de cálcio, foram obtidos resultados muito similares. Essa relação serve como indicativo que a metodologia de avaliação da atividade pozolânica por condutividade elétrica utilizada nesse trabalho foi adequada a verificação do desempenho das cinzas de lodo de esgoto.

Figura 42 - Relação linear entre a resistência à compressão aos 7 dias e a perda relativa de condutividade das cinzas de lodo de esgoto



Fonte: A autora (2018).

4.3.2 Conclusões

Como evidenciado no ensaio com as CLE900, a dissolução dos íons das cinzas na solução pode interferir de drasticamente na condutividade elétrica, confirmando as restrições presentes no método. Então, nota-se a necessidade de aprofundamento no estudo do modo em que os íons podem influenciar os resultados do ensaio.

Observa-se que o monitoramento da condutividade elétrica permitiu analisar como a velocidade da fixação do hidróxido de cálcio pelas cinzas de lodo de esgoto influenciou no seu potencial pozolânico, e também identificar possíveis falhas no método desenvolvido, como no caso do metacaulim. Assim, em trabalhos futuros poderiam ser realizados os ajustes necessários para obtenção de resultados mais fidedignos. Apesar da necessidade de amadurecimento do ensaio para avaliação das cinzas, os resultados obtidos para as cinzas calcinadas a 600 e 700°C, com comportamentos semelhantes aos resultados da NBR 5751: 2015, indicam o potencial do método em permitir análises consistentes.

Essa pesquisa pode promover o uso de métodos de condutividade elétrica como uma forma inicial e expedita de se avaliar materiais com potencial pozolânico ou ainda monitorar a qualidade das cinzas numa produção comercial.

5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos foi possível observar a influência da temperatura de calcinação nas características química, física e mineralógica das cinzas obtidas a partir de uma amostra de lodo da estação de tratamento de esgoto Mangueira, localizada no Recife, e avaliar a possibilidade de utilização deste material como uma adição mineral. Com base na literatura foram definidas quatro temperaturas de calcinação para a produção das cinzas de lodo de esgoto (CLE): 600, 700, 800 e 900°C. Ademais, devido ao ótimo desempenho do metacaulim como pozolana, este foi utilizado como referência a ser alcançada pelo material em estudo.

Quanto a caracterização química, apesar da grande variabilidade na composição do lodo de esgoto, os principais óxidos encontrados nas cinzas estudadas seguiram os resultados apresentados em estudos desenvolvidos por outros autores. A composição formada majoritariamente por óxido de silício favoreceu pozolanicidade deste material.

Através da análise mineralógica por difração de raios-X foi possível observar que o SiO_2 presente nas cinzas se encontra na forma de quartzo. Além disso, notou-se que o aumento da temperatura de calcinação das cinzas causou a cristalização da sílica amorfa das CLE, evidenciado pelo acréscimo de intensidade dos picos de quartzo nos difratogramas. A redução da amorficidade das cinzas com a elevação da temperatura é coerente com a relação entre a diminuição da atividade pozolânica e o aumento da temperatura de calcinação.

A finura demonstrou possuir um grande impacto sobre o potencial pozolânico das CLE. Isso se deve ao fato que, as CLE600 e CLE700, possuindo maior superfície específica e menor diâmetro médio das partículas, foram aquelas que apresentaram as maiores perdas de condutividade elétrica. Ademais, estas cinzas foram as únicas a atingirem o requisito mínimo de resistência à compressão, da norma NBR 12653:2014, para serem classificadas como pozolana, ou seja, apresentaram a maior atividade pozolânica entre as cinzas. Esse fato foi confirmado pela correlação significativa da superfície específica e do D_{50} com a resistência à compressão de argamassas confeccionadas com as cinzas de lodo de esgoto.

Através das curvas de variação da condutividade elétrica foi identificado o comportamento do consumo do hidróxido de cálcio com o tempo. No caso das CLE600, CLE700 e CLE800 foram definidos três trechos bem definidos, demarcados pelos tempos de 20 e 200 segundos. Essa divisão foi baseada na velocidade da reação entre o material e o Ca(OH)_2 desenvolvida dentro destes trechos. Para as CLE900 a variação da condutividade pode ter sido afetada pela

salinidade das cinzas, logo indica-se a remoção da condutividade apresentada pelo sistema CLE-água para obtenção da condutividade absoluta proposta por Payá et al. (2001). O metacaulim obteve um ótimo desempenho no período até 20 segundos, porém a grande diminuição de sua velocidade de reação no tempo restante de ensaio não condiz com o resultado obtido pelo ensaio da NBR 5751:2015. Então, seria válido o estudo da proporção entre pozolana/hidróxido de cálcio para uma melhor avaliação deste material.

A comparação entre os resultados obtidos pelas cinzas e pelo metacaulim, e a grande influência da finura na atividade pozolânica desses materiais, levou a constatação que o aumento da superfície específica e a redução do diâmetro médio das partículas através de um beneficiamento por moagem poderia ampliar a pozolanicidade das CLE.

O método de análise da atividade pozolânica por condutividade elétrica utilizado nesse trabalho apresentou um coeficiente de determinação significativo quando avaliada a sua relação com o ensaio de determinação da atividade pozolânica com hidróxido de cálcio aos 7 dias, possuindo uma tendência a linearidade. Deve ser ressaltado que o método possui limitações acerca de como íons presentes na pozolana afetam o ensaio, ou seja, a um questionamento se estes íons contribuiriam apenas para o aumento da condutividade ou interferem as medições de condutividade de outra forma. Observa-se, no entanto, que em ambos ensaios de determinação da atividade pozolânica as CLE600 e CLE700 foram as cinzas que apresentaram a maior pozolanicidade, sendo seguidas, respectivamente, pelas CLE800 e CLE900. Isso demonstra que existe uma consistência nos resultados e o método foi sensível a reatividade pozolânica das cinzas entre si. Portanto, essa técnica se torna uma forma mais rápida e simples de verificação da pozolanicidade das cinzas de lodo de esgoto.

Os resultados obtidos indicam que a calcinação do lodo de esgoto a uma temperatura de 600°C é adequado para a obtenção de material pozolânico para a utilização em argamassas e concretos de cimento Portland, promovendo a reciclagem de um resíduo de descarte complexo e contribuindo para a redução da quantidade de cimento utilizada nas construções.

5.1 SUGESTÕES PARA PESQUISAS FUTURAS

A partir do desenvolvimento deste trabalho, algumas questões relevantes para continuidade do tema podem ser sugeridas para projetos futuros, são estas:

- Caracterizar quimicamente, fisicamente e mineralogicamente o lodo de esgoto doméstico proveniente das principais estações de tratamento de esgoto da Região Metropolitana do

Recife, em diferentes períodos do ano, como forma de avaliar a variabilidade do lodo com a sazonalidade e o processo de tratamento;

- Avaliar do potencial pozolânico das cinzas de lodo de esgoto utilizando outros métodos normalizados e de condutividade elétrica além dos abordados nesta pesquisa;
- Avaliar o uso da caracterização microestrutural como análise auxiliar aos ensaios tradicionais para determinação da atividade pozolânica, devido as divergências de resultados entre os métodos indicados pelas normas brasileiras;
- Estudar dos efeitos da moagem na pozolanicidade das CLE;
- Verificar a influência dos íons liberados pelas cinzas na condutividade elétrica do sistema CLE-Ca(OH)₂;
- Estudar as proporções de material pozolânico/hidróxido de cálcio para definição das quantidades adequadas de material no método de Páya et al. (2001);
- Definir o método de condutividade elétrica mais adequado para avaliação da pozolanicidade das cinzas de lodo de esgoto;
- Determinar os parâmetros ótimos (temperatura de calcinação e finura) para produção das cinzas, obtendo os melhores resultados quanto à pozolanicidade;
- Estudar o uso das cinzas de lodo de esgoto como substituição parcial do cimento em argamassas;
- Verificar se há viabilidade econômica para produção comercial.

REFERÊNCIAS

- ALAMINO, R. C. **A utilização de lodo de esgoto como alternativa sustentável na recuperação de solos degradados**: Viabilidade, avaliação e biodisponibilidade de metais. 2010. 221 p. Tese (Doutorado em Geologia) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.
- ALLEMAN, J. E.; BERMAN, N. A. Constructive Sludge Management: Biobrick. **Journal of Environmental Engineering**, v. 110, n.2, p. 301-311, 1984.
- AL-SHARIF, M. M.; ATTOM, M. F. A geoenvironmental application of burned wastewater sludge ash in soil stabilization. **Environmental Earth Science**, v. 71, n. 5, p. 2453-2463, 2014.
- ANDREOLI, C. V.; PINTO, M. A. Introdução. In: **Resíduos sólidos do saneamento**: processamento, reciclagem e disposição final. Rio de Janeiro: RiMa, ABES, 282 p., 2001. ISBN: 85-86552-19-4.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8419**. Apresentação de projeto de aterros sanitários de resíduos sólidos urbanos. Rio de Janeiro: ABNT, 1992.
- _____. **NBR 10004**. Resíduos sólidos - Classificação. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.
- _____. **NBR 15895**: Materiais pozolânicos – Determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado - Método Chapelle modificado. Rio de Janeiro: ABNT, 2010.
- _____. **NBR 12653**. Materiais pozolânicos - Requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2014a.
- _____. **NBR 5752**. Materiais pozolânicos - Determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2014b.
- _____. **NBR 5751**. Materiais pozolânicos - Determinação da atividade pozolânica com cal aos sete dias. Rio de Janeiro: ABNT, 2015a.
- _____. **NBR 16372**. Cimento Portland e outros materiais em pó - Determinação da finura pelo método de permeabilidade ao ar (método de Blaine). Rio de Janeiro: ABNT, 2015b.
- _____. **NBR 5753**. Cimento Portland – Ensaio de pozolanicidade para cimento Portland pozolânico. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

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

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente, Conselho Nacional do Meio Ambiente, CONAMA. **Resolução CONAMA N° 375**, de 29 de agosto de 2006. Brasília: CONAMA/MMA, 2006. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/port/conama/res/res06/res37506.pdf>>. Acesso em: 05 dez. 2017.

_____. Ministério das Cidades, Secretaria Nacional de Saneamento Ambiental, SNSA. **Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento: Diagnóstico dos Serviços de Água e Esgotos – 2015**. Brasília: SNSA/MCIDADES, 2017a. 212 p. Disponível em: <<http://www.snis.gov.br/diagnostico-agua-e-esgotos/diagnostico-ae-2015>>. Acesso em: 10 ago. 2017.

_____. **Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento: Diagnóstico dos serviços de água e esgotos – 2015 - Tabela completa de informações agregadas**. Brasília: SNSA/MCIDADES, 2017b. Disponível em: <<http://www.snis.gov.br/diagnostico-agua-e-esgotos/diagnostico-ae-2015>>. Acesso em: 10 ago. 2017.

_____. **Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento: Diagnóstico dos serviços de água e esgotos – 2015 - Tabela completa de indicadores agregados**. Brasília: SNSA/MCIDADES, 2017c. Disponível em: <<http://www.snis.gov.br/diagnostico-agua-e-esgotos/diagnostico-ae-2015>>. Acesso em: 10 ago. 2017.

CASTRO, A. L.; SILVA, R. O.; SCALIZE, P. S. Cenário da disposição do lodo de esgoto: uma revisão das publicações ocorridas no Brasil de 2004 a 2014. **Multi-Science Journal**, v. 1, n. 2, p. 66-73, 2015.

CHEESEMAN, C. R.; VIRDI, G. S. Properties and microstructure of lightweight aggregate produced from sintered sewage sludge ash. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 45, n.1, p. 18-30, 2005.

CHIN, S. C.; Ing, D. H., KUSBIANTORO, A.; WONG, Y. K.; AHMAD, S. W. Characterization of sewage sludge ash (SSA) in cement mortar. **ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences**, v. 11, n. 4, p. 2242-2247, 2016.

CHIOU, I.; WANG, K.; CHEN, C.; LIN, Y. Lightweight aggregate made from sewage sludge and incinerated ash. **Waste Management**, v. 26, n. 12, p. 1453-1461, 2006.

COMPESA. **Esgotamento Sanitário**. 2017. Disponível em: <<http://servicos.compesa.com.br/esgotamento-sanitario/>>. Acesso em: 10 ago. 2017.

CORDEIRO, L. N. **Análise da variação do índice de amorfismo da cinza de casca de arroz sobre a atividade pozolânica**. 2009. 82 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

COSTA, F. M. **Estudo da viabilidade da utilização de cinza de lodo de esgoto como adição em argamassa de cimento Portland**. 2014. 121 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2014.

COULOMB, I.; MYROPE, A. Incineration (Vitrification, Co-incineration). In: **Sludge treatment and Disposal: Management Approaches and Experiences**. Dinamarca: European Environmental Agency, 1998. ISBN 87-90402-05-7.

CPMTC. **Difração de Raios-X**. Belo Horizonte: Universidade Federal de Minas Gerais, 2015. Disponível em: <<http://www.cpmtc-igc-ufmg.org/laboratorios2.htm>>. Acesso em: 25 ago. 2017.

DEAK, B. Landfilling. In: **Sludge treatment and Disposal: Management Approaches and Experiences**. Dinamarca: European Environmental Agency, 1998. ISBN 87-90402-05-7.

DEMPSEY, C. R.; OPPELT, E. T. **Incineração de resíduos perigosos: uma revisão crítica**. São Paulo: A & WMA - Seção Brasil, 1999. 78 p.

DHIR, R. K.; GHATAORA, G. S.; LYNN, C. J. **Sustainable Construction Materials: Sewage Sludge Ash**. Woodhead Publishing, 1 ed., 288 p., 2017. ISBN: 978-0-08-100989-5.

DIAS, J. **A análise sedimentar e conhecimento dos sistemas marinhos (Uma Introdução à Oceanografia Geológica)**. Faro: Universidade do Algarve, 2004. 90 p.

DONATELLO, S.; CHEESEMAN, C. Recycling and recovery routes for incinerated sewage sludge ash (ISSA): A review. **Waste Management**, v. 33, n. 11, p. 2328-2340, 2013.

DONATELLO, S.; TYRER, M.; CHEESEMAN, C. Comparison of test methods to assess pozzolanic activity. **Cement and Concrete Composites**, v. 32, n. 2, p. 121-127, 2010.

DURANTE INGUNZA, M.; PEREIRA, K.; SANTOS JUNIOR, O. Use of sludge ash as a stabilizing additive in soil-cement mixtures for use in road pavements. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 27, n. 7, 2014.

DYER, T. D.; HALLIDAY, J. E.; DHIR, R. K. Hydration chemistry of sewage sludge ash used as a cement component. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 23, n. 5, p. 648-655, 2011.

EUROPEAN ENVIRONMENT AGENCY. **Sludge treatment and Disposal: Management Approaches and Experiences**. Dinamarca: EEA, 1998. ISBN 87-90402-05-7.

FERNANDES, F.; LOPES, D. D.; ANDREOLI, C. V.; DA SILVA, S. M. Assessment of sludge treatment and disposal alternatives. In: **Sludge Treatment and Disposal**, v. 6, p. 149-161. London: IWA Publishing, 2007. ISBN 1-84339-166-X.

FONTES, C. M. **Potencialidades da cinza de lodo de estações de tratamento de esgotos como material suplementar para a produção de concretos com cimento Portland**. 2003. 120 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003.

FONTES, C. M.; BASBOSA, M. C.; TOLEDO FILHO, R. D.; GONÇALVES, J. P. Potentiality of sewage sludge ash as mineral additive in cement mortar and high performance concrete. In: INTERNATIONAL RILEM CONFERENCE ON USE OF RECYCLED MATERIALS IN BUILDINGS STRUCTURES. **Proceedings...** 2004. P. 797-806.

FONTES, C. M.; TOLEDO FILHO, R. D.; BARBOSA, M. C. Cinza de lodo de esgoto (CLE) em concretos de alto desempenho: caracterização e aplicação. **Revista Ibracon de Estruturas e Materiais**, v. 9, n. 6, p. 989-1006, 2016. ISSN 1983-4195.

FREIRE, D. **Especialistas discutem papel da indústria do cimento nas emissões de CO₂**. São Paulo: Agência FAPESP, 2016. Disponível em: <<http://www.ghgprotocolbrasil.com.br/especialistas-discutem-papel-da-industria-do-cimento-nas-emissoes-de-co2?locale=pt-br>>. Acesso em: 18 ago. 2017.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E.; DE ROJAS, M. I.; VALENCIA-MORALES, E. The effect that different pozzolanic activity methods has on the kinetic constants of the pozzolanic reaction in sugar cane straw-clay ash/lime systems: Application of a kinetic-diffusive model. **Cement and Concrete Research**, v. 35, n. 11, p. 2137-2142, 2005.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E. Characterization of sugar cane straw waste as pozzolanic material for construction: Calcining temperature and kinetic parameters. **Waste Management**, v. 27, n. 4, p. 533-538, 2007a.

FRÍAS, M.; VILLAR-COCIÑA, E. Influence of calcining temperature on the activation of sugar-cane bagasse: Kinetic parameters. **Advances in Cement Research**, v. 19, n. 3, p. 109-115, 2007b.

FRÍAS, M.; RODRÍGUEZ, O.; NEBREDA, B.; GARCÍA, R.; VILLAR-COCIÑA, E. Influence of activation temperature of kaolinite based clay wastes on pozzolanic activity and kinetic parameters. . **Advances in Cement Research**, v. 22, n. 3, p. 135-142, 2010.

GAVA, G. P.; PRUDENCIO, L. R. Pozzolanic activity tests as a measure of pozzolans' performance. Part 1. **Magazine of Concrete Research**, v. 59, n. 10, p. 729–734, 2007.

GEYER, A. L. **Contribuição ao estudo da disposição final e aproveitamento da cinza de lodo de estações de tratamento de esgotos sanitários como adição ao concreto**. 2001. 238 p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2001.

GODOY, L. C. A logística na destinação do lodo de esgoto. **Revista Científica On-line - Tecnologia, Gestão e Humanismo**, Revista da Faculdade de Tecnologia de Guaratinguetá, Guaratinguetá, v. 2, n. 1, p. 79-90, nov. 2013. ISSN 2238-5819.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. Brasil em síntese: Pernambuco – Recife. IBGE: 2017. Disponível em: <<https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pe/recife/pesquisa/23/25207?tipo=ranking>>. Acesso em: 24 nov. 2017.

INSTITUTO TRATA BRASIL. Ranking do saneamento Instituto Trata Brasil 2017. São Paulo: GO Associados, 2017. Disponível em: <<http://www.tratabrasil.org.br/datafiles/estudos/ranking/2017/relatorio-completo.pdf>>. Acesso em: 24 nov. 2017.

INTERGOVERNMENTAL PANEL ON CLIMATE CHANGE. **Carbon Dioxide Capture and Storage**. UK: Cambridge University Press, p. 431, 2005.

JORDÃO, E. P.; PESSÔA, C. A. **Tratamento de esgotos domésticos**. Rio de Janeiro: ABES, 6 ed., 2011.

LARA, A. I.; ANDREOLI, C. V.; PEGORINI, E. S. Environmental impact assessment and monitoring of final sludge disposal. In: **Sludge Treatment and Disposal**, v. 6, p. 207-225. London: IWA Publishing, 2007. ISBN 1-84339-166-X.

LESSA, G. T. **Contribuição ao estudo da viabilidade da utilização do lodo de estação de tratamento biológico de esgoto misto na construção civil**. 2005. 135 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Mestrado Profissionalizante em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2005.

LIMA, J. F. **Avaliação da incorporação de cinzas de lodo de esgoto como adição mineral em concretos de cimento Portland**. 2013. 77 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2013.

LUDUVICE, M.; FERNANDES, F. Sludge transformation and disposal methods. In: **Sludge Treatment and Disposal**, v. 6, p. 207-225. London: IWA Publishing, 2007. ISBN 1-84339-166-X.

LUXÁN, N.P.; XADRUGA, F.; SAAVEDRA, J. Rapid evaluation of pozzolanic activity of natural products by conductivity measurement. **Cement and Concrete Research**, v.19, p. 63-68, 1989.

LYNN, C. J.; DHIR, R. K.; GHATAORA, G. S.; WEST, R. P. Sewage sludge ash characteristics and potential for use in concrete. **Construction and Building Materials**, v. 98, p. 767-779, 2015.

MALVERN INSTRUMENTS. **Sample dispersion and refractive index guide**: Mastersizer 2000 – Reference Manual 0396. Worcestershire: Malvern, 2007.

_____. **Difração laser**: Distribuição de tamanho de partículas desde nanômetros até milímetros. 2017. Disponível em: <<https://www.malvern.com/br/products/technology/laser-diffraction>>. Acesso em: 24 ago. 2017.

MARA, D. D. **Domestic wastewater treatment in developing countries**. London/Sterling: Earthscan, 2003. ISBN 1-84407-019-0.

MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 15, n. 4, p. 185-214, 1993.

_____. Pozzolana and pozzolanic cements. In: **Lea's chemistry of cement and concrete**, p. 471-635. Elsevier Science & Technology Books, 4 ed., 1998. ISBN 0-75066-256-5.

MAXIMILIEN, J. P.; CHABANNET, M. Study of the reactivity of clinkers. **Cement and Concrete Research**, v. 27, n. 1, p. 63-73, 1997.

MINISTÉRIO DAS CIDADES. **Transversal: lodo gerado durante o tratamento de água e esgoto: guia do profissional em treinamento: nível 2.** Brasília: Ministério das cidades, 2008, 90 p.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Política Nacional dos Resíduos Sólidos.** Brasil: s.d. Disponível em: <<http://www.mma.gov.br/pol%C3%ADtica-de-res%C3%ADduos-s%C3%B3lidos>>. Acesso em: 02 set. 2017.

MEDEIROS, M. H.; FILHO, J. H.; GOBBI, A.; PEREIRA, E. Pozolanas de elevada reatividade: uma avaliação crítica do ensaio de Índice de Atividade Pozolânica (IAP) com cal usando Difração de Raios X. **Ambiente Construído**, v. 15, n. 3, p. 19-29, 2015. ISSN 1678-8621

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. **Concrete: Microstructure, Properties and Materials.** McGraw-Hill Education, 2006. 3 ed. 659 p. ISBN 0-07-158919-8.

MONZÓ, J.; PAYÁ, J.; BORRACHERO, M.V.; PERIS-MORA, E. Mechanical behavior of mortars containing sewage sludge ash (SSA) and Portland cements with different tricalcium aluminate content. **Cement and Concrete Research**, v. 29, p. 87-94, 1999.

MORALES, G. Aproveitamento do lodo de esgoto sanitário como matéria prima para a produção de pozolana. Semina: **Ciências Exatas e Tecnológicas**, v. 18/20, n. 4, p. 39-45, 1999.

MUSSE, C. L. **Avaliação das potencialidades da cinza de lodo de esgoto da ETE Goiânia como adição mineral na produção de argamassa de cimento Portland.** 2007. 131 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia do Meio Ambiente) – Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2007.

NAAMANE, S.; RAIS, Z.; TALEB, M. The effectiveness of the incineration of sewage sludge on the evolution of physicochemical and mechanical properties of Portland cement. **Construction and Building Materials**, v. 112, p. 783-789, 2016.

NAKANISHI, E. Y. **Cinza residual da queima de biomassa do capim elefante (*Pennisetum purpureum*) como material pozolânico substituto do cimento Portland.** 2013. 112 p. Dissertação (Mestrado em Zootecnia) – Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, Pirassununga, 2013.

NAKANISHI, E. Y.; VILLAR-COCIÑA, E.; SANTOS, S. F.; RODRIGUES, M. S.; PINTO, P. S.; SAVASTANO JR., H. Tratamentos térmico e químico para remoção de óxidos alcalinos de cinzas de capim elefante. **Química Nova**, v. 37, n. 5, p. 766-769, 2014.

OKUNO, N.; TAKAHASHI, S. Full scale application of manufacturing bricks from sewage. **Water science and technology**, v. 36, n. 11, p. 243-250, 1997.

OLIVEIRA, E. A. **Confiabilidade metrológica na determinação de espécies químicas em materiais siderúrgicos por espectrometria de fluorescência de raios-X**. 2011. 115 p. Dissertação (Mestrado em Metrologia) – Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: <https://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/18799/18799_6.PDF>. Acesso em: 24 ago. 2017.

ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. **Planejamento da segurança do saneamento: Manual para uso e eliminação segura de águas residuais, águas cinzentas e dejetos**. Lisboa: Entidade Reguladora de Águas e Resíduos, 2016.

PAN, S.; TSENG, D.; LEE, C.; LEE, C. Influence of the fineness of sewage sludge ash on mortar properties. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 11, p. 1749-1754, 2003.

PARREIRA, P. S. Metodologia de EDXRF e aplicações com sistema portátil. In: **LFNATEC – Publicação Técnica do Laboratório de física Nuclear aplicada**. Londrina: Universidade Estadual de Londrina, 2006. 1 ed., v. 10, n. 1, p. 2. ISSN 2178-4507. Disponível em: <<http://www.uel.br/grupos/gfna/metodoedxrf.pdf>>. Acesso em: 24 ago. 2017.

PAYÁ, J.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PERIS-MORA, E.; AMAHJOUR, F. Enhanced conductivity measurement techniques for evaluation of fly ash pozzolanic activity. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 1, p. 41-49, 2001.

PEDROZA, M. M.; VIEIRA, G. E.; SOUSA, J. F.; PICKLER, A. C.; LEAL, E. R.; MILHOMEN, C. C. Produção e tratamento de esgoto – Uma revisão. **Revista Liberato**, v. 11, n. 16, p. 149-160, jul/dez. 2010.

POUEY, M. T. **Beneficiamentos da cinza de casca de arroz residual com vistas à produção de cimento composto e/ou pozolânico**. 2006. 345p. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

POURKHORSHIDI, A. R.; NAJIMI, M.; PARHIZKAR, T.; HILLEMEIER, B.; HERR, R. A comparative study of the evaluation methods for pozzolans. **Advances in Cement Research**, v. 22, n. 3, p. 157-164, 2010.

QUARCIONI, V. A.; CHOTOLI, F. F.; COELHO, A. C.; CINCOTTO, M. A. **Indirect and direct Chapelle's methods for the determination of lime consumption in pozzolanic materials**. Revista Ibracon de Estruturas e Materiais, v. 8, n. 1, p. 1-7, 2015. ISSN 1983-4195.

RAASK, E.; BHASKAR, M. C. Pozolanic activity of pulverized fuel ash. **Cement and Concrete Research**, v. 5, n. 4, p. 363-375, 1975.

RÊGO, J. H. **As cinzas de casca de arroz (CCAs) amorfa e cristalina como adição mineral ao cimento** – Aspectos da microestrutura das pastas. 2004. 274 p. Tese (Doutorado em Estruturas e Construção Civil) – Universidade de Brasília, Brasília, 2004.

RIGAKU. **Elemental analysis products**. 2017a. Disponível em: <<https://www.rigaku.com/en/products/xrf>>. Acesso em: 24 ago. 2017.

RIGAKU. **Espectrômetro de fluorescência de raio X dispersivo de comprimento de onda com tubo superior - ZSX Primus II**. 2017b. Disponível em: <<https://www.rigaku.com/pt-br/products/xrf/primus2>>. Acesso em: 24 ago. 2017.

SAABYE, A. Agricultural Use. In: **Sludge treatment and Disposal: Management Approaches and Experiences**. Dinamarca: European Environmental Agency, 1998. ISBN 87-90402-05-7.

SILVA, K. K. **Avaliação do desempenho de sistemas de tratamento aeróbio e anaeróbio e das características do lodo de esgoto doméstico**. 2004. 132 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2004.

SILVA, R. J. **Caracterização do esgoto tratado na ETE Mangueira e viabilidade de seu uso em mudas de eucalipto**. 2011. 61 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.

SINTHAWORN, S.; NIMITYONGSKUL, P. Quick monitoring of pozzolanic reactivity of waste ashes. **Waste management**, v. 29, n. 5, p. 1526-1531, 2009.

_____. Effects of temperature and alkaline solution on electrical conductivity measurements of pozzolanic activity. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n. 5, p. 622-627, 2011.

SMOL, M.; KULCZYCKA, J.; HENCLIK, A.; GORAZDA, K.; WZOREK, Z. The possible use of sewage sludge ash (SSA) in the construction industry as a way towards a circular economy. **Journal of Cleaner Production**, n. 95, p. 45-54, 2015.

SWAMY, R. N. Fly ash and slag: standards and specifications – help or hindrance? **Materials and Structures**, v. 26, p. 600-613, 1993.

TANTAWY, M. A.; EL-ROUDI, A. M.; ABDALLA, E. M.; ABDELZAHER, M. A. Evaluation of the pozzolanic activity of sewage sludge ash. **ISRN Chemical Engineering**, 8 p., 2012

TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; MONZÓ, J.; BORRACHERO, M. V.; AKASAKI, J. L.; PAYÁ, J. New method to assess the pozzolanic reactivity of mineral admixtures by means of pH and electrical conductivity measurements in lime:pozzolan suspensions. **Materiales de Construcción**, v. 64, n. 316, 2014.

TAY, J. Bricks manufactured from sludge. **Journal of Environmental Engineering**, v. 113, n. 2, p. 278-284, 1987.

TRAUNER, E. J. Sludge ash bricks fired to above and below ash-vitrifying temperature. **Journal of Environmental Engineering**, v. 119, n. 3, p. 506-519, 1993.

UTVIK, A.; MATTER, B. New technologies (Gasification, Wet Oxidation). In: **Sludge treatment and Disposal: Management Approaches and Experiences**. Dinamarca: European Environmental Agency, 1998. ISBN 87-90402-05-7.

VELÁZQUEZ, S.; MONZÓ, J. M.; BORRACHERO, M. V.; PAYÁ, J. Assessment of Pozzolanic Activity Using Methods Based on the Measurement of Electrical Conductivity of Suspensions of Portland Cement and Pozzolan. **Materials**, v. 7, n. 11, p.7533-7547, 2014.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E.; GONZÁLEZ-RODRÍGUEZ, R.; HERNÁNDEZ-RUÍZ, J. Kinetics of the pozzolanic reaction between lime and sugar cane straw ash by electrical conductivity measurement: A kinetic–diffusive model. **Cement and Concrete Research**, v. 33, n. 4, p. 517-524, 2003.

VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E.; HERNÁNDEZ-RUÍZ, J.; VEGALEYVA, J. The characterization of sugar industry solid waste as pozzolanic materials: A study and modeling of the reaction kinetics. **Journal of Solid Waste technology and Management**, v. 30, n. 2, p. 100-111, 2004.

-
- VILLAR-COCIÑA, E.; ROJAS, M. F.; VALENCIA-MORALES, E.; DE ROJAS, M. I. Validation of a kinetic-diffusive model to characterize pozzolanic reaction kinetics in sugar cane straw-clay ash/lime systems. **Materiales de Construcción**, v. 55, n. 278, p. 29-40, 2005.
- VILLAR-COCIÑA, E.; FRÍAS, M.; VALENCIA-MORALES, E.; DE ROJAS, M. I. An evaluation of different kinetic models for determining the kinetic coefficients in sugar cane straw - Clay ash/lime system. **Advances in Cement Research**, v. 18, n. 1, p. 17-26, 2006.
- VILLAR-COCIÑA, E.; ROJAS, M. F.; VALENCIA-MORALES, E. Sugar cane wastes as pozzolanic materials: Application of mathematical model. **ACI Materials Journal**, v. 105, n. 3, p. 258-264, 2008.
- VILLAR-COCIÑA, E.; ROJAS, M. F.; VALENCIA-MORALES, E.; SAVASTANO JR., H. Study of the pozzolanic reaction kinetics in sugar cane bagasse-clay ash/calcium hydroxide system: Kinetic parameters and pozzolanic activity. **Advances in Cement Research**, v. 21, n. 1, p. 23-30, 2009.
- VILLAR-COCIÑA, E.; VALENCIA-MORALES, E.; SANTOS, S. F.; SAVASTANO JR., H.; FRÍAS, M. Pozzolanic behavior of bamboo leaf ash: Characterization and determination of the kinetic parameters. **Cement and Concrete Composites**, v. 33, n. 1, p. 68-73, 2011.
- VILLAR COCIÑA, E.; SAVASTANO JR., H.; RODIER, L.; LEFRAN, M.; FRÍAS, M. Pozzolanic Characterization of Cuban Bamboo Leaf Ash: Calcining Temperature and Kinetic Parameters. **Waste and Biomass Valorization**, p. 1-9, 2016.
- VON SPERLING, M. **Wastewater Characteristics, Treatment and Disposal**. London: IWA Publishing, v. 1, 2007. ISBN 1-84339-161-9.
- VOUK, D.; NAKIC, D.; STIRMER, N. Reuse of sewage sludge – Problems and possibilities. In: INDUSTRIAL WASTE, WASTEWATER TREATMENT AND VALORIZATION, MOUSTAKAS, KONSTATINOS (ED.). **Proceedings...** Atenas: National Technical University of Athens, 2015. p. 1-21.
- VOUK, D.; NAKIC, D.; STIRMER, N.; CHEESEMAN, C. Use of sludge ash in cementitious materials. **Reviews on Advanced Materials Science**, v. 49, n. 2, p. 158-170, 2017.
- WALDEMAR, C. C. **Avaliação do potencial de utilização do lodo das estações de tratamento de esgotos – Relatório 1**. DMAE: PMPA, 1992.
- WEBER, S. L. **Metodologia para obtenção de sílica de elevada reatividade para uso em concreto de alto desempenho a partir do processamento de cinza de casca de arroz**.

2001. 98 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

WORLD BUSSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT. **The cement sustainability initiative**: our agenda for action. Suíça: The Cement Sustainability Initiative, 2002. Disponível em: <<https://www.wbcdcement.org/pdf/agenda.pdf>>. Acesso em: 18 ago. 2017.

WORLD BUSSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT. **Cement Industry Energy and CO₂ Performance: Getting the Numbers Right (GNR)**. The Cement Sustainability Initiative: 2016.

ZAMPIERI, V. **Cimento Portland aditivado com pozolanas de argilas calcinadas**: fabricação, hidratação e desempenho mecânico. 1993. Tese (Doutorado em Mineralogia e Petrologia) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 1993.