

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

**MUNIQUE FANTE**

**COMPORTAMENTO DE MISTURAS COMPOSTAS COM FÍLERES  
CARBONÁTICOS FRENTE À CARBONATAÇÃO**

**São Leopoldo**

**2020**

MUNIQUE FANTE

**COMPORTAMENTO DE MISTURAS COMPOSTAS COM FÍLERES  
CARBONÁTICOS FRENTE À CARBONATAÇÃO**

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

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

Co-orientador: Prof. Dr. Francisco Manoel Wohnrath Tognoli

São Leopoldo

2020

F216c Fante, Munique.  
Comportamento de misturas compostas com fíleres carbonáticos frente à carbonatação / por Munique Fante. – 2020.  
168 f. : il. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) — Universidade do Vale do Rio dos Sinos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, São Leopoldo, RS, 2020.

Orientadora: Dra. Marlova Piva Kulakowski.

Co-orientador: Dr. Francisco Manoel Wohnrath Tognoli.

1. Fíler calcário calcítico. 2. Carbonatação. 3. Carbonato de cálcio. 4. Polimorfos do carbonato de cálcio. I. Título.

CDU: 691.5



MUNIQUE FANTE

**COMPORTAMENTO DE MISTURAS COMPOSTAS COM FÍLERES  
CARBONÁTICOS FRENTE À CARBONATAÇÃO**

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

Aprovado em 27 de Março de 2020

BANCA EXAMINADORA

---

Claudio de Souza Kazmierczak – Unisinos

---

Oswaldo Cascudo - UFG



Aos meus pais, Neusa e Eduardo  
À minha irmã, Alessandra.





## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, Criador, que é a luz que me guia e me mostra o caminho a seguir.

A todas as linhagem da minha família, pois se eu estou aqui, agora, é por tudo que eles passaram e me proporcionaram para esse crescimento.

Aos meus pais, Neusa e Eduardo, por todo apoio e esforço, por acreditarem em mim e apoiarem os meus sonhos. À minha irmã, Alessandra, minha corretora e minha melhor amiga desde a infância.

À professora Marlova Piva Kulakowski, minha orientadora, pelo conhecimento, orientação e por acreditar em mim.

Ao professor Francisco Manoel Wohnrath Tognoli, por aceitar ser meu coorientador e pelo apoio no desenvolvimento da pesquisa.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação da Unisinos, por me darem base e conhecimento científico, estimulando a minha vontade de aprender.

À Lais Vieira de Souza, Mestre em geologia, pela sua disposição e paciência com o auxílio na utilização do espectrorradiômetro e todas as análises.

A Michele Goulart, laboratorista do Instituto de Micropaleontologia da Unisinos (itt FOSSIL). Gratidão pela sua dedicação e tempo despendido na realização dos ensaios e análises realizadas. Além de todos ensinamentos compartilhados.

A todos os bolsistas que me auxiliaram nos ensaios, Marina, Brenda e Arthur. Agradeço pelo auxílio e cuidado dedicado à minha pesquisa.

Aos laboratoristas, do Laboratório de Materiais de Construção Civil (LMC), pelo suporte na execução dos ensaios e pelos momentos de descontração.

As laboratoristas, do Laboratório de Valorização e Caracterização de Materiais (LCVMat), pelo apoio nos ensaios realizados e pela preocupação dedicada a pesquisa.

Ao laboratório VIZLab (Multidisciplinary Advanced Visualization Laboratory) que disponibilizou o espectrorradiômetro.

Aos meus colegas, Angelica, Barbara, David e Fernanda, pelas trocas de conhecimento e risadas. Pelo apoio pessoal e no mestrado, agradeço por estarem ao meu lado nessa caminhada, tenho muito carinho por eles.

Por fim, agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para esse estudo, obrigada!

“Somente a viagem está escrita, e não o destino.  
O futuro não está escrito numa pedra,  
ele muda constantemente com as escolhas que fazemos”  
(Vianna Stibal).

## RESUMO

O fíler calcário é utilizado como substituição parcial do clínquer em cimentos a fim de reduzir as emissões de gás carbônico e preencher os vazios da pasta de cimento. Observa-se que os teores de substituição permitidos têm sido incrementados. No Brasil, após revisão de norma, o teor máximo passou de 10%, em 1990, para 25%, em 2018. Dependendo da composição, as condições de durabilidade do concreto podem ser modificadas, verificando-se divergências na profundidade de carbonatação quando há utilização de fíler calcário comparado a cimentos sem adição. O objetivo geral deste trabalho é avaliar a influência das alterações físicas e químicas causadas pelo fíler calcário calcítico em pastas e argamassas frente à carbonatação. Empregou-se 3 teores de fíler calcário (15%, 25% e 35%), e relação água/cimento (a/c) iguais a 0,42; 0,50 e 0,58. Foram realizadas as caracterizações químicas, mineralógicas e físicas do cimento Portland CP V e do fíler calcário calcítico. Avaliou-se, em argamassas, a resistência mecânica e absorção de água de amostras não carbonatadas, bem como a profundidade de carbonatação, em amostras expostas à condições aceleradas, por aspersão de fenolftaleína. Os efeitos da carbonatação em pastas de cimento e fíler foram analisados por difratometria de raio X (DRX), termogravimetria (TG) e espectroscopia de reflectância. Os resultados de resistência e absorção de água indicaram que o teor de 25% de fíler calcário retornou o melhor desempenho. O coeficiente de carbonatação, obtido a partir dos resultados de profundidade carbonatação em argamassa, é influenciado principalmente pela relação a/c do que pelo teor de fíler. As análises por DRX e TG mostraram o consumo da portlandita e a formação da calcita pela carbonatação. Destaca-se a identificação, por DRX, de polimorfos de carbonato de cálcio em pastas a partir dos 28 dias de exposição à carbonatação acelerada, até então não relatados pela literatura em estudos de cimento Portland. Os resultados de espectroscopia de reflectância apontaram a presença de carbonato, indicando que é uma técnica promissora, mas que ainda exige um volume maior de análises para permitir uma melhor interpretação de resultados de pastas de cimento.

**Palavras-chave:** Fíler calcário calcítico, carbonatação, carbonato de cálcio, polimorfos do carbonato de cálcio

## ABSTRACT

Limestone filler is used as a substitute for clinker in cement mixtures in order to reduce carbon dioxide emissions in the environment and fill the voids of cement paste. Permissible substitution levels are increasing in Brazil, the maximum cement substitution content increased from 10% in 1990 to 25% in 2018. Depending on the mixture used, the durability of the concrete is modified. When the subject carbonation is approached, there are divergences in the depth of carbonation when using limestone compared to cements without addition. This work aims the use of different limestone filler contents in Portland cement mortars and pastes, with variation of the water/cement (w/c) ratio, aiming to evaluate the carbonation performance, relating to porosity and mechanical resistance. The chemical, mineralogical and physical characterizations of the materials used, Portland CP V cement and limestone were performed. Mechanical resistance and water absorption tests were carried out on non-carbonated samples and then the phenolphthalein, XRD, TG, petrographic analysis and reflectance spectroscopy tests on carbonated samples were performed. The limestone filler is suitable for use, presenting the minimum content of calcite present and particle size lower than cement. Resistance and absorption tests pointed out 25% limestone as ideal for better performance. Phenolphthalein spray test showed a higher carbonation ratio linked to w/c ratio than to the amount of filler presence. XRD and TG tests showed the consumption of portlandite and calcite formation, as well as the appearance of other calcium carbonate polymorphs in accelerated carbonation after 28 days. Petrographic analysis test did not allow the sharp carbonation front to be distinguished and the reflectance spectroscopy test points to the carbonate presence.

**Keywords:** limestone filler, carbonation, calcium carbonate, calcium carbonate polymorphs

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Média mensal global de CO <sub>2</sub> .....	15
Figura 2 - Produção de cimento no Brasil .....	16
Figura 3 - Imagens de MEV dos polimorfos do carbonato de cálcio.....	24
Figura 4 – Porcentagem de fíler calcário máxima permitida em diferentes países ...	25
Figura 5 - Efeito do fíler calcário como nucleador na carbonatação.....	28
Figura 6 - Porosidade final de pastas com fíler calcário .....	29
Figura 7 - Produtos de pastas com 15% de fíler calcário através do DRX .....	
Figura 8 - Produtos de pastas de composições distintas através do DRX.....	31
Figura 9 - Grau de saturação dos poros no concreto.....	37
Figura 10 – Produtos de pastas de composições distintas através do DRX .....	47
Figura 11 – DTG de polimorfos do carbonato de cálcio .....	49
Figura 12 - Análise petrográfica de amostra carbonatada.....	52
Figura 13 - Espectroscopia de reflectância de carbonatos.....	53
Figura 14 – Espectroscopia de reflectância diferenciando o material .....	54
Figura 15 - Fluxograma da caracterização dos materiais pulverulentos .....	58
Figura 16 – Curva granulométrica da areia .....	59
Figura 17 - Difractograma do fíler calcário .....	62
Figura 18 – Granulometria dos materiais pulverulentos utilizados no estudo; a) Histograma de distribuição granulométrica e b) Curva granulométrica .....	64
Figura 19 – Molde cubico para ensaio em pastas de cimento.....	66
Figura 20 - Embalagem para distribuição de umidade relativa.....	70
Figura 21 - Esquema ilustrativo do pré condicionamento.....	70
Figura 22 - Preparação das amostras para ensaio de absorção de água.....	71
Figura 23 - Método de absorção por capilaridade - Rilem TC 116 PCD.....	72
Figura 24 - Ensaio de absorção de água.....	72
Figura 25 - Câmara de carbonatação para ensaio acelerado.....	73
Figura 26 - Avaliação das zonas carbonatadas.....	74
Figura 27 - Delimitações da profundidade de carbonatação.....	75
Figura 28 - Gráfico de Abrams.....	79
Figura 29 - Resultado do ensaio de absorção de água a) a/c 0,58; b) a/c 0,50 e c) a/c 0,42.....	81
Figura 30 – Taxa de absorção x relação a/c .....	83

Figura 31 - Profundidade de absorção de água x tempo a) a/c 0,58; b) a/c 0,50; c) a/c 0,42.....	84
Figura 32 - Análise da profundidade de carbonatação com fenolftaleína aos 63 dias .....	87
Figura 33 - Análise da profundidade de carbonatação com fenolftaleína aos 91 dias .....	87
Figura 34 - Relação da profundidade de carbonatação com a relação a/c –a) 28 dias; b) 63 dias e c) 91 dias.....	889
Figura 35 - Coeficiente de carbonatação.....	90
Figura 36 - coeficiente de carbonatação x resistência à compressão.....	91
Figura 37 - DRX relação a/c 0,58.....	92
Figura 38 - DRX relação a/c 0,42.....	93
Figura 39 - Observação da portlandita pelo DRX.....	94
Figura 40 - Observação da calcita pelo DRX.....	94
Figura 41 - Observação dos polimorfos do carbonato de cálcio pelo DRX em amostra de CPV .....	95
Figura 42 - Observação dos polimorfos do carbonato de cálcio pelo DRX em amostra de 35%FC.....	96
Figura 43 - Observação do efeito da carbonatação pela DTG em amostra 58 /CPV .....	97
Figura 44 - Observação dos produtos de hidratação e carbonatação pela DTG .....	98
Figura 45 - Resultados do ensaio de espectroscopia de reflectância.....	100
Figura 46 - Observação do carbonato pela espectroscopia de reflectância.....	102
Figura 47 - Ensaio piloto da tinta emborrachada.....	113
Figura 48 - Verificação da carbonatação no período de sazonalidade das pastas.....	114
Figura 49 - Teste dos indicadores alizarina e fenolftaleína aos 7 dias .....	115
Figura 50 - Teor de aditivo pelo funil de Marsh.....	116
Figura 51 – mini cone de Kantro .....	117
Figura 52 – Teor de aditivo pelo mini cone de Kantro .....	117
Figura 53 – Curvas TG/DTG do cimento anidro para cálculo pela tangente.....	119
Figura 54 - Curva DTG do cimento anidro para cálculo pela área.....	120
Figura 55 – Absorção de água individual média de cada traço .....	124
Figura 56 – Gráfico para o coeficiente de carbonatação (k), onde: a) relação a/c 0,42; b) relação a/c 0,50 e c) relação a/c 0,58 .....	129



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação dos calcários pelo teor de MgO.....	21
Tabela 2 – Classificação de calcários pela relação Ca/Mg.....	22
Tabela 3 – Composição química do fíler calcário pela bibliografia .....	22
Tabela 4 – Porcentagem de carbonato de cálcio presente no fíler pela bibliografia.	23
Tabela 5 – Propriedades físicas do fíler calcário pela bibliografia. ....	23
Tabela 6 - Propriedades dos polimorfos do carbonato de cálcio.....	24
Tabela 7 – Concentração de gás carbônico em diferentes ambientes .....	36
Tabela 8 - Umidade relativa utilizada na bibliografia.....	38
Tabela 9 – Parâmetros que influenciam a carbonatação.....	44
Tabela 10 – Indicadores químicos utilizados por Thierry (2005).....	46
Tabela 11 - Revisão bibliográfica da temperatura de decomposição.....	49
Tabela 12 - Combinações de variáveis para o estudo.....	57
Tabela 13 - Composição granulométrica da areia.....	59
Tabela 14 - Composição química dos materiais.....	61
Tabela 15 - Caracterização física dos materiais.....	63
Tabela 16 - Resultados potenciais da resistência à compressão aos 28 dias .....	78
Tabela 17 - Dados da curva de Abrams.....	80
Tabela 18 - Taxa de absorção.....	82
Tabela 19 - ANOVA relação a/c.....	85
Tabela 20 – ANOVA porcentagem de fíler.....	85
Tabela 21 - Média da profundidade de carbonatação.....	88
Tabela 22 – Relação da profundidade de carbonatação com a relação a/c .....	89
Tabela 23 - Massa específica da areia.....	118
Tabela 24 - Resistência à compressão.....	121
Tabela 25 – Absorção de água individual média de cada traço.....	124
Tabela 26 – Profundidade de carbonatação com fenolftaleína.....	127
Tabela 27 – coeficiente de carbonatação .....	128



## LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
BET	Brunauer–Emmett–Teller
BSE	Backscattered-Electron
CCA	Carbonato de cálcio amorfo
CSI	Cement Sustainability Initiative
CP V- ARI	Cimento Portland de Alta Resistência Inicial
CP	Corpo de Prova
DRX	Difração de Raio X
DTG	Derivada da Termogravimetria
FRX	Fluorescência de Raio X
LCV	Laboratório de Caracterização e Valorização
LC3	Limestone Calcined Clay Cement
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Megapascal
NBR	Norma Brasileira Regulamentadora
NOAA	Nacional Oceanic and Atmospheric Administration
pH	Potencial de hidrogênio
PIM	Porosimetria por intrusão de mercúrio
RILEM	International union of laboratories and experts in construction materials, systems and structures
TG	Termogravimetria
UNISINOS	Universidade do Vale do Rio dos Sinos
UR	Umidade relativa
WBCSD	World Business Council for Sustainable Development
a/c	Água/cimento
cm	Centímetros
mm	Milímetros
kg	Quilograma



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>14</b>
<b>1.2 Justificativa</b> .....	<b>17</b>
<b>1.3 Objetivos</b> .....	<b>18</b>
1.3.1 Objetivo Geral .....	18
1.3.2 Objetivos Específicos .....	19
<b>1.4 Estrutura da Pesquisa</b> .....	<b>19</b>
<b>1.5 Delimitações do Trabalho</b> .....	<b>20</b>
<b>2 FÍLER CALCÁRIO</b> .....	<b>21</b>
<b>2.1 Fíler calcário como material cimentício suplementar</b> .....	<b>25</b>
<b>2.2 Efeito fíler</b> .....	<b>26</b>
<b>2.3 Efeito de nucleação</b> .....	<b>27</b>
<b>2.4 Efeito de diluição</b> .....	<b>28</b>
<b>2.5 Efeito químico</b> .....	<b>30</b>
<b>3 CARBONATAÇÃO</b> .....	<b>32</b>
<b>3.1 Mecanismos da carbonatação</b> .....	<b>32</b>
<b>3.2 Fatores que influenciam a carbonatação</b> .....	<b>34</b>
3.2.1 Concentração de gás carbônico .....	35
3.2.2 Umidade .....	36
3.2.3 Cimento e adições.....	39
3.2.4 Porosidade .....	41
<b>3.3 Métodos de avaliação da carbonatação</b> .....	<b>44</b>
3.3.1 Indicadores químicos.....	44
3.3.2 Análise termogravimétrica .....	46
3.3.3 Difração de raio X.....	50
3.3.4 Microscopia de varredura eletrônica .....	50
3.3.5 Análise Petrográfica .....	51
3.3.6 Espectroscopia de reflectância.....	52
3.3.7 Porosimetria por intrusão de mercúrio .....	55
<b>4 METODOLOGIA</b> .....	<b>56</b>
<b>4.1 Planejamento dos experimentos</b> .....	<b>56</b>
<b>4.2 Materiais</b> .....	<b>57</b>
4.2.1 Caracterização dos materiais .....	57

4.2.2	Caracterização química e mineralógica dos materiais.....	60
4.2.3	Caracterização física dos materiais .....	63
<b>4.3</b>	<b>Preparo, moldagem e armazenamento das pastas.....</b>	<b>64</b>
<b>4.4</b>	<b>Preparo, moldagem e armazenamento das argamassas .....</b>	<b>66</b>
<b>4.5</b>	<b>Sazonamento .....</b>	<b>67</b>
<b>4.6</b>	<b>Ensaio de resistência à compressão axial .....</b>	<b>71</b>
<b>4.7</b>	<b>Ensaio de absorção de água .....</b>	<b>71</b>
<b>4.8</b>	<b>Ensaio de carbonatação acelerada .....</b>	<b>73</b>
<b>4.9</b>	<b>Métodos de determinação da carbonatação .....</b>	<b>74</b>
4.9.1	Profundidade de carbonatação com fenolftaleína.....	74
4.9.2	Difração de Raio X.....	76
4.9.3	Análise termogravimétrica .....	76
4.9.4	Espectroscopia de reflectância .....	76
<b>5.</b>	<b>ANÁLISE DOS RESULTADOS.....</b>	<b>78</b>
<b>5.1</b>	<b>Ensaio de resistência à compressão axial .....</b>	<b>78</b>
<b>5.2</b>	<b>Ensaio de absorção de água .....</b>	<b>80</b>
<b>5.3</b>	<b>Determinação da carbonatação.....</b>	<b>86</b>
5.3.1	Profundidade de carbonatação com fenolftaleína.....	86
5.3.2	Difração de raio X.....	91
5.3.3	Análise termogravimétrica .....	96
5.3.4	Espectroscopia de reflectância .....	99
<b>6.</b>	<b>CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>	<b>103</b>
<b>6.1</b>	<b>Conclusões .....</b>	<b>103</b>
<b>6.2</b>	<b>Sugestões para trabalhos futuros.....</b>	<b>104</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>105</b>
	<b>APENDICE A – ENSAIO PILOTO.....</b>	<b>113</b>
	<b>APENDICE B - PONTO DE SATURAÇÃO DO ADITIVO .....</b>	<b>116</b>
	<b>APENDICE C – MASSA UNITÁRIA E MASSA ESPECÍFICA DA AREIA.....</b>	<b>118</b>
	<b>APENDICE D – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO PRESENTE NO CIMENTO ANIDRO.....</b>	<b>119</b>
	<b>APENDICE E - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO .....</b>	<b>121</b>
	<b>APENDICE F – ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA .....</b>	<b>124</b>
	<b>APENDICE G – MEDIDAS DE PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO .....</b>	<b>127</b>
	<b>APENDICE H - COEFICIENTE DE CARBONATAÇÃO.....</b>	<b>128</b>

<b>ANEXO A – ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE .....</b>	<b>130</b>
<b>ANEXO B – TINTA EMBORRACHADA .....</b>	<b>134</b>
<b>ANEXO C – FICHAS CATALOGRÁFICAS .....</b>	<b>136</b>
<b>A.I FICHA CRISTALOGRÁFICA DA ARAGONITA .....</b>	<b>136</b>
<b>A.II FICHA CRISTALOGRÁFICA DO C4AF.....</b>	<b>139</b>
<b>A.III FICHA CRISTALOGRÁFICA DA CALCITA .....</b>	<b>143</b>
<b>A.IV FICHA CRISTALOGRÁFICA DA DOLOMITA.....</b>	<b>145</b>
<b>A.V FICHA CRISTALOGRÁFICA DA ETRINGITA .....</b>	<b>147</b>
<b>A.VI FICHA CRISTALOGRÁFICA DO HEMICARBOALUMINATO DE CÁLCIO ..</b>	<b>152</b>
<b>A.VII FICHA CRISTALOGRÁFICA DA MONOCARBOALUMINATO DE CÁLCIO</b>	<b>156</b>
<b>A.VIII FICHA CRISTALOGRÁFICA DA PORTLANDITA .....</b>	<b>162</b>
<b>A.IX FICHA CRISTALOGRÁFICA DO QUARTZO .....</b>	<b>164</b>
<b>A.X FICHA CRISTALOGRÁFICA DA VATERITA.....</b>	<b>167</b>

## 1 INTRODUÇÃO

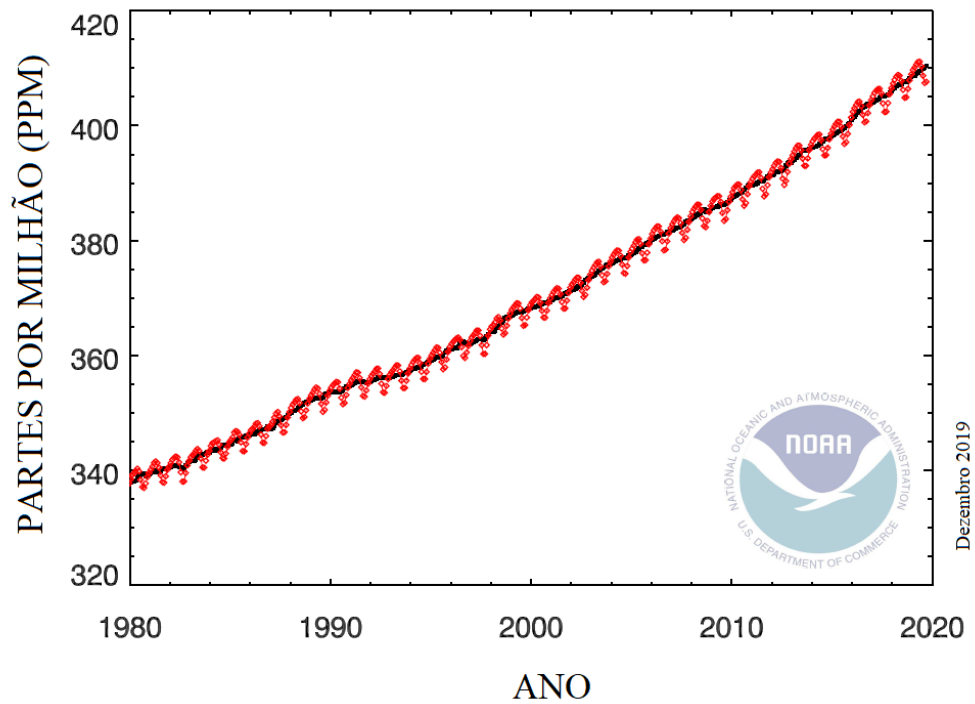
O concreto é o material mais utilizado no mundo, sendo mais acessível e menos nocivo ao meio ambiente, se comparado a outros materiais utilizados na construção civil. Contudo, em função do elevado fator clínquer<sup>1</sup> na sua composição, ainda existe uma quantidade considerável de emissões de gás carbônico devido a esse consumo. Com o intuito de minimizar esse impacto, o consumo de clínquer presente no cimento Portland está sendo alterado. A redução das emissões de gás carbônico pela redução do fator clínquer e substituição por materiais cimentícios suplementares em concretos vem sendo uma estratégia de sucesso (WRAY; SCRIVENER, 2011).

O processo de fabricação do cimento Portland se baseia em duas principais fontes de liberação de CO<sub>2</sub>, que ocorrem simultaneamente. A calcinação do calcário e argila em um forno rotativo, em temperaturas na ordem de 1450°C a 1550°C, libera grande quantidade de dióxido de carbono por meio da queima de combustíveis fósseis. Por sua vez, a descarbonatação do calcário, ou carbonato de cálcio, é a principal fonte de liberação deste gás carbônico no processamento das matérias primas (MEHTA; MONTEIRO, 2015).

Estudos mais recentes realizados pelo *Global Monitoring Division of NOAA/Earth System Research Laboratory* (2020) mostram que a concentração de CO<sub>2</sub> no mundo vem aumentando (Figura 1). A média mensal global de gás carbônico passou de cerca de 340 ppm em 1980 para cerca de 410 ppm em 2019. Estes estudos baseiam-se na realização de duas amostragens por mês para gases responsáveis pelo efeito estufa em locais distribuídos pelo globo terrestre.

---

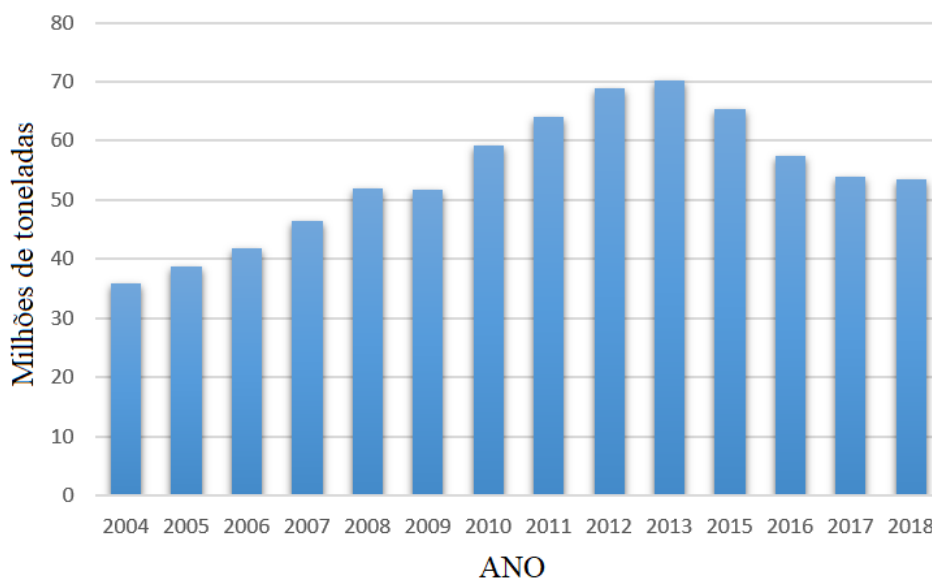
<sup>1</sup> quantidade de clínquer moído presente no cimento

Figura 1 – Média mensal global de CO<sub>2</sub>

Fonte: Global Monitoring Division of NOAA/Earth System Research Laboratory (2020)

A produção estimada de cimento mundial totalizou 4,1 bilhões de toneladas no ano de 2018, de acordo com a *U.S. Geological Survey* (2019). Mais da metade deste valor, 2,37 bilhões de toneladas, corresponde à produção chinesa. O Sindicato Nacional da Indústria do Cimento (SNIC) registrou que a produção de cimento no Brasil totalizou 54 milhões de toneladas no ano de 2017 e, no ano de 2018, a produção atingiu cerca de 53,5 milhões de toneladas (SNIC, 2019), sendo que em 2014 havia alcançado a marca de 71,3 milhões de toneladas. A Figura 2 demonstra a produção de cimento no Brasil desde o ano de 2004, de acordo com essa pesquisa.

Figura 2 - Produção de cimento no Brasil



Fonte: Elaborado pela autora

Devido aos impactos ambientais, principalmente relacionados à liberação de gás carbônico pela produção do cimento, materiais cimentícios suplementares estão sendo incorporados às misturas (JUENGER; SADDIQUE, 2015). O WBCSD (2018) prevê a redução do fator clínquer no cimento em 37% até o ano de 2050. Materiais cimentícios suplementares são adições minerais, que podem ser ativas, como pozolanas e escórias, ou fíleres, como o fíler calcário.

A utilização de fíler calcário como substituição do clínquer é verificada desde a década de 1980. García (2017) cita que o calcário ainda é pouco estudado, apesar de compor cerca de 4% da crosta terrestre. Ao incorporar o fíler calcário nas misturas, a redução da emissão de CO<sub>2</sub> é quase proporcional à porcentagem de substituição, visto que o fíler calcário não necessita de calcinação (JOHN et. al., 2017).

Com a adição de fíler calcário no cimento, as propriedades no estado fresco e o desempenho no estado endurecido podem ser melhoradas. Entretanto, deve-se ter cautela quanto à relação a/c (água/ cimento) utilizada, tendo em vista que o efeito de diluição do fíler possui grande influência no comportamento do concreto, principalmente nas propriedades mecânicas (JOHN et. al., 2017; GARCIA, 2017). García (2017) menciona que, mesmo com o conhecimento já adquirido, ainda



existem dúvidas a respeito dos aspectos relacionados à durabilidade de concretos compostos com adição de fíler calcário.

Uma das principais fontes de diminuição da durabilidade no concreto armado é a corrosão de armadura. O concreto, em função do caráter químico dos produtos de hidratação do cimento Portland, oferece uma proteção química ao aço, conferida pelo pH alcalino da solução dos poros, que permite a criação de uma camada passivadora na superfície do aço. Desse modo, proporciona equilíbrio químico e proteção contra a corrosão (KULAKOWSKI et. al., 2009). Um dos mecanismos que leva à perda dessa proteção e consequente despassivação do aço é a carbonatação.

A interação entre os compostos hidratados do cimento e o gás carbônico, que penetra no concreto, leva à formação de carbonato de cálcio. Como consequência, pode-se elencar: diminuição do pH da solução dos poros, devido ao consumo de portlandita, prioritariamente, mudanças na microestrutura, dissolução dos compostos e precipitação do  $\text{CaCO}_3$ , diminuindo a porosidade (BERTIN et. al., 2017).

## 1.2 Justificativa

A maioria dos cimentos utilizados em todo o mundo contém materiais cimentícios suplementares, a fim de melhorar as propriedades econômicas, ambientais e tecnológicas. No entanto, cabe mencionar que tais substituições interferem nas propriedades das misturas (JOHN et. al., 2017).

Quando materiais pozolânicos são inseridos no concreto, ocorre a redução da quantidade de portlandita, diminuindo o pH e tornando-o mais suscetível à carbonatação (PAPADAKIS, 2000). A diminuição da alcalinidade também é ressaltada por John et. al. (2017) como consequência da substituição do clínquer por outro tipo de adição, o fíler calcário.

Essa pequena redução de pH, juntamente com a diminuição da força iônica, eleva a resistência à corrosão, devido à formação de um filme de passivação de melhor qualidade (ORTOLAN, p.111, 2015). No entanto, quando há variação da força iônica e do pH, de 13 para 9, são verificados comportamentos distintos. Com o pH variando de 13 para 11, a resistência de polarização aumenta. Já na variação de 11 para 9 a resistência decresce (MANCIO et. al., 2009).

A ação de cloretos e a carbonatação são os dois maiores fatores de interferência na despassivação de armaduras. Isso acontece porque a redução da alcalinidade pelo fenômeno da carbonatação reduz o pH para valores próximos a 9, desestabilizando a camada passivadora e resultando em corrosão (SHAH et. al., 2018).

No ano de 2018, a norma brasileira, NBR 16697 (ABNT, 2018) que engloba a quantidade de emprego de filer como substituição do clínquer foi modificada. A porcentagem máxima permitida para cimento CP II - F passou de 10% para 25%. Em países da Europa, a porcentagem máxima permitida é de 35% desde o ano de 1992 (JOHN et. al., 2017). Desse modo, o alto fator de substituição de clínquer por filer calcário estimula a utilização de maiores porcentagens de fileres no cimento.

Os efeitos do filer no emprego como material cimentício suplementar podem ser químicos, de diluição, nucleação ou efeito filer. O seu uso permite um melhor preenchimento dos vazios, requerendo menos água de mistura. Portanto, ao se empregar filer calcário, a relação a/c é o parâmetro essencial para a utilização de altos teores de substituição. As propriedades mecânicas e durabilidade estão diretamente relacionadas a este parâmetro (PALM et. al., 2016). Apesar de haver estudos com o emprego de filer calcário, García (2017) aponta a necessidade de aprofundamento das propriedades do concreto com foco na durabilidade quando há presença de filer calcário.

### **1.3 Objetivos**

Os objetivos do trabalho são compostos por objetivo geral e objetivos específicos, descritos a seguir.

#### **1.3.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho é avaliar a influência das alterações físicas e químicas causadas pelo filer calcário calcítico em pastas e argamassas frente à carbonatação.

### 1.3.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos visam avaliar o efeito dos diferentes teores de fíler calcário calcítico e da relação a/c quanto:

- a) À profundidade de carbonatação em ensaio acelerado;
- b) À porosidade das matrizes cimentícias;
- c) À resistência à compressão;
- d) À relação entre coeficiente de carbonatação e resistência à compressão;
- e) Aos polimorfos do carbonato de cálcio formados através da carbonatação acelerada.

### 1.4 Estrutura da Pesquisa

O presente trabalho está dividido em oito capítulos:

Capítulo 1: Exibe a introdução ao conteúdo da dissertação, justificativa, como importância da pesquisa, assim como objetivo geral e objetivos específicos que são a finalidade do trabalho.

Capítulo 2: Abrange o material cimentício suplementar utilizado na pesquisa, fíler calcário calcítico. É realizada uma discussão sobre as propriedades do fíler calcário, englobando eleito fíler, efeito de nucleação, efeito de diluição e efeito químico.

Capítulo 3: Discute o mecanismo da carbonatação, pontuando os fatores que influenciam nessa reação e os principais métodos para a avaliação da carbonatação.

Capítulo 4: Retrata a metodologia utilizada para essa dissertação. Ensaio para caracterização dos materiais, preparo, moldagem e armazenamento dos corpos de prova utilizados no estudo. Além das especificações para cada ensaio realizado.

Capítulo 5: Aborda a análise dos resultados referente aos ensaios realizados. Ensaio de caracterização dos materiais e ensaios de determinação da carbonatação com indicador químico, DRX, TG, análise petrográfica e espectroscopia de reflectância.

Capítulo 6: Apresenta as conclusões da dissertação, frente aos resultados apresentados no capítulo anterior. Apresenta as considerações finais do trabalho e aponta sugestões para trabalhos futuros.

## 1.5 Delimitações do Trabalho

Dentre as delimitações do estudo, estão os fatores fixos determinados, que interferem diretamente nos resultados dos ensaios. O tipo de cimento utilizado no estudo foi CPV-ARI, por possuir menor teor de adição mineral entre os cimentos encontrados comercialmente. A substituição ocorreu somente por um material, fíler calcário calcítico, com a finalidade de estudar as características da mistura.

Para o ensaio de carbonatação acelerada, foram determinados os fatores de temperatura,  $20^{\circ}\text{C}\pm 5$ , umidade relativa,  $60\pm 5\%$ , e concentração de gás carbônico, 3%. A concentração de  $\text{CO}_2$  para ensaio acelerado é de 3%, pois, segundo Castellote et. al. (2009), resulta em microestrutura correspondente à carbonatação natural e, além disso, foi previamente determinado por Werle (2010) e Sartori (2013) em estudos anteriores.

A cura foi delimitada como cura submersa saturada com cal, pelo período de 28 dias. Pauletti (2009) indica que o tempo de cura é inversamente proporcional à profundidade de carbonatação e que amostras com pouco tempo de cura (7 dias), não são indicadas para estudo em carbonatação.

Os ensaios de análise termogravimétrica e difração de raio X foram realizados somente em número de combinações reduzido. Isso ocorreu devido às restrições dos laboratórios em que foram realizados os ensaios.

## 2 FÍLER CALCÁRIO

Não existe uma definição universal para o conceito de fíler, de acordo com John et. al. (2017). Esse material pode ser composto por partículas mais finas que o cimento, apresentando, assim, melhores propriedades físicas que o cimento. Os fíleres são considerados materiais inertes ou que apresentam pequena propriedade hidráulicas, como é o caso do fíler calcário (HEWLETT, 2004).

As rochas calcárias possuem impurezas como quartzo, argilas, etc. Porém são formadas principalmente por carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) (GUIMARÃES, 1997). Outros compostos são encontrados em menor quantidade, como: carbonato de magnésio ( $\text{MgCO}_3$ ), dolomita ( $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ ), quartzo ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de ferro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), gipsita ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), sulfetos, fluorita, argilominerais, etc. (CINCOTTO et. al., 2010)

O calcário pode apresentar, segundo Crnkovic e Polito (2004), duas formas distintas: calcário calcítico, formado predominantemente por  $\text{CaCO}_3$ , e o calcário dolomítico, composto por sal duplo de cálcio e magnésio ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ). Contudo, cabe mencionar que existe ainda o calcário magnesiano. A classificação do calcário, de acordo com a literatura, é variável Bigarella (1956 *apud* ABRAHÃO, 1983)<sup>1</sup> define os calcários pelo teor de magnésio (Tabela 1)

Tabela 1 – Classificação de calcários pelo teor de MgO

Classificação	MgO (%)
Calcário calcítico	0 – 1,1
Calcário magnesiano	1,1 – 4,3
Calcário dolomítico	4,3 – 10,5
Dolomito calcítico	10,5 – 19,1
Dolomito	19,1 - 22

Fonte: Bigarella (1956 *apud* ABRAHÃO, 1983).

No entanto, Bissel e Chilingar (1967) classificam em função da relação Ca/Mg, demonstrado na Tabela 2.

<sup>1</sup> BIGARELLA, J. J. Contribuição ao Estudo dos Calcários do Estado do Paraná. **Instituto de Biologia e Pesquisas Tecnológicas**. Curitiba, Paraná. Boletim nº 37,83 pg. 1956.

Tabela 2 – Classificação de calcários pela relação Ca/Mg

Classificação	Ca/Mg
Calcário altamente dolomítico	4,74-16
Calcário dolomítico	16-60
Calcário magnesiano	60-105
Calcário calcítico	>105

Fonte: Bissell e Chilingar (1967).

Em estudos vinculados à construção civil, o calcário mais empregado é o calcário denominado calcítico, finamente moído, havendo poucos estudos sobre o calcário dolomítico ou magnesiano.

O calcário calcítico é composto basicamente por cristais e fragmentos de esqueletos de organismos e pode ser classificado como calcita, aragonita, vaterita e carbonato de cálcio amorfo, de acordo com o seu polimorfismo (WANG et. al., 2018). A composição química do fíler calcário calcítico é apresentada por diversos autores por meio da representação pelo óxido mais estável (Tabela 3). Verifica-se que o teor de óxido de cálcio presente é superior a 50%, em todos os casos, e a perda ao fogo é o segundo maior teor deste material, indicando a presença de carbono orgânico e inorgânico (CO<sub>3</sub>). Ao comparar os fileres calcário utilizados nos estudos com a classificação citada por Bigarella (1956 *apud* ABRAHÃO, 1983), somente o fíler utilizado por Lothenbach et. al. (2008) não se enquadra na classificação de calcário calcítico. Mesmo assim, o calcário foi considerado calcítico pelo estudo.

Tabela 3 – Composição química do fíler calcário pela bibliografia

Óxidos (%)	Tsivilis et. al. (2003)	Voglis et. al. (2005)	Adu-Amankwah et. al. (2017)	Lothenbach et. al. (2008)
CaO	54,13	53,98	53,41	54,11
SiO <sub>2</sub>	0,56	0,56	2,01	0,79
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,40	0,36	0,80	0,30
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,17	0,12	0,32	0,30
MgO	1,03	1,21	0,64	1,77
L.O.I	43,66	43,74	42,53	42,70
outros óxidos	0,04	0,02	0,28	0,05
Soma	100,00	100,00	100,00	100,00

Fonte: Elaborado pela autora

Outros autores como Tu et. al. (2016) e Phung et. al. (2015), optam por indicar a composição mineralógica por meio da presença de carbonato de cálcio no fíler calcário (Tabela 4). Em todos os casos avaliados, a porcentagem de  $\text{CaCO}_3$  é superior a 95%.

Tabela 4 – Porcentagem de carbonato de cálcio presente no fíler pela bibliografia

	Ouyang et. al. (2018)	Tu et. al. (2016)	Phung et. al. (2015)	Tsivilis et. al. (2003)
$\text{CaCO}_3$	97,46	97,1	98,3	95,5

Fonte: Elaborado pela autora

Adu-Amankwah et. al. (2017) apresentam ainda uma composição mineralógica do calcário calcítico estudado, o qual contém 96,6% de calcita, 0,4% de quartzo, 1% de dolomita e 2% de carbonato de cálcio amorfo. A Tabela 5 apresenta características físicas do fíler calcário utilizado em estudos distintos.

Tabela 5 – Propriedades físicas do fíler calcário pela bibliografia

	Ouyang et. al. (2018)	Tu et. al. (2016)	Phung et. al. (2015)	Adu- Amankwah et. al. (2017)
Densidade ( $\text{g/cm}^3$ )	2,67	2,71	2,7	*
Área superficial ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )	7500	*	3500	3280
D10 ( $\mu\text{m}$ )	*	1,95	*	2
D50 ( $\mu\text{m}$ )	34,6	3,8	10,1	20
D90 ( $\mu\text{m}$ )	*	9,5	*	150

\*Dado não fornecido

Fonte: Elaborado pela autora

A densidade do fíler calcário normalmente é cerca de  $2,7 \text{ g/cm}^3$ . Já a finura foi escolhida de acordo com o propósito de cada trabalho e verifica-se uma grande divergência entre eles. Porém, na maioria dos casos, a finura do fíler é inferior à do cimento, para um melhor efeito do fíler.

O carbonato de cálcio pode apresentar polimorfismo, como já foi citado anteriormente. Tais polimorfos podem ser divididos em dois grupos: polimorfos cristalinos anidros – aragonita (com forma ortorrômbica), vaterita (com forma hexagonal) e calcita (com forma romboédrica) - e polimorfos metaestáveis -que se caracterizam principalmente pelo carbonato de cálcio amorfo (CCA) (FRANCISCO;

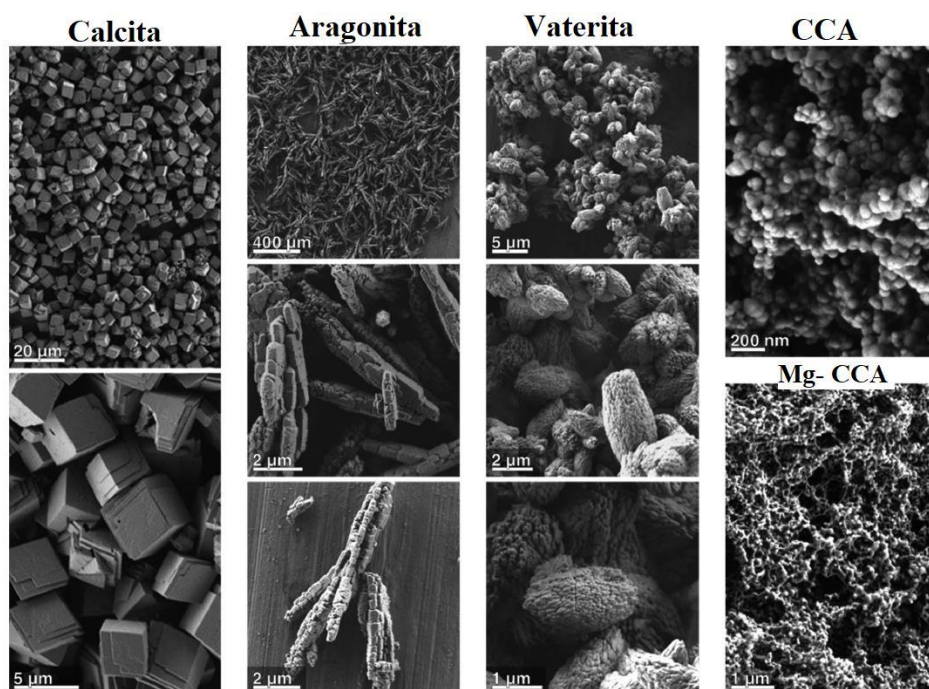
TEIXEIRA, 2008; MYSZKA et. al., 2019). Esses polimorfos estão caracterizados na Tabela 6. No ano de 2019, Zou et. al. (2019) descobriram que o carbonato de cálcio metaestável, além de ser caracterizado como monohidrocalcita ( $\text{CaCO}_3 \cdot 1\text{H}_2\text{O}$ ) e ikaita ( $\text{CaCO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), também pode ser caracterizado como carbonato de cálcio hemihidratado ( $\text{CaCO}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ), representando uma estrutura monoclinica. Uma das formas de diferenciação desses polimorfos é pelo ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Figura 3), no qual se pode verificar a forma característica de cada polimorfo.

Tabela 6 – Propriedades dos polimorfos do carbonato de cálcio

Mineral	Calcita	Aragonita	Vaterita
Densidade ( $\text{g/cm}^3$ )	2,71	2,93	2,54
Dureza (Mohs)	3	3,5 - 4	3
Sistema cristalino	Trigonal – Escalenoédrico hexagonal	Ortorrômbico - Dipiramidal	Hexagonal – Dihexagonal dipiramidal
Forma cristalina mais comum	Romboedros ou prismas	Prismas aciculares	Hexagonal

Fonte: Search Mineralogy Database (2020)

Figura 3 - Imagens de MEV dos polimorfos do carbonato de cálcio



Fonte: Myszka et. al. (2019)

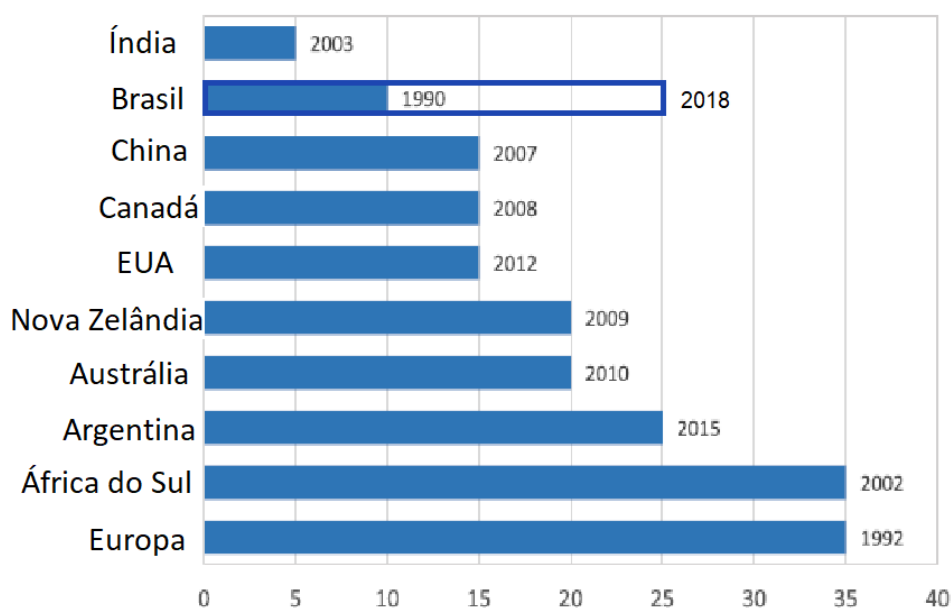


## 2.1 Fíler calcário como material cimentício suplementar

A NBR 16697 (ABNT, 2018) apresenta parâmetros brasileiros para a utilização de material carbonático na composição do cimento Portland. Com a atualização da norma, para o cimento CP II-F, cimento composto com material carbonático, é permitida a utilização de 11% a 25% deste material. Para os demais cimentos, é permitido até 15%, dependendo da sua especificação. Outro fator determinado pela norma é que a porcentagem de  $\text{CaCO}_3$  deve ser superior a 75%.

A quantidade máxima permitida de fíler calcário em cada país se dá em conformidade com as normas adotadas. John et. al. (2017) incorporaram as informações referentes à porcentagem de fíler empregada por cada país na Figura 4, citando o ano da publicação da norma relacionada. No ano de 2018, a norma brasileira foi modificada, permitindo até 25% de substituição do clínquer por fíler calcário.

Figura 4 – Porcentagem de fíler calcário máxima permitida em diferentes países



Fonte: Adaptado de John et. al. (2017)

O WBCSD (2018) estima que a utilização de cimentos que contenham fíler calcário representa de 25% a 30% da produção mundial de cimento. Complementa, indicando a estimativa de crescimento de 48% em cimentos com fíler calcário até o ano de 2050.

No que tange à hidratação do cimento Portland sem adições, as principais composições formadas por esse processo são os silicatos ( $C_2S$  e  $C_3S$ ), majoritários nesse processo; responsáveis pela resistência mecânica da matriz cimentícia, e os aluminatos ( $C_3A$  e  $C_4AF$ ), responsáveis pelo alto calor de hidratação inicial e pelo início da pega (MEHTA; MONTEIRO, p. 25, 2001).

Durante o processo de hidratação do cimento, os silicatos formam o hidróxido de cálcio (CH) e o silicato de cálcio hidratado (C-S-H), os quais compõem de 70% a 85% da pasta de cimento. Os aluminatos geram sulfoaluminatos de cálcio, representando de 15% a 20% do volume. Primeiramente, ocorre a formação de trissulfato de cálcio hidratado, mais conhecido como etringita, que possui forma de cristais prismáticos aciculares (forma de agulha). Posteriormente, a etringita se transforma em monossulfato hidratado ( $C_4ASH_{13}$ ), gerando cristais com placas hexagonais. O monossulfato hidratado torna o concreto vulnerável a ataques de sulfatos (MEHTA; MONTEIRO, p. 26, 2001).

A hidratação do cimento pode ocorrer por dois mecanismos distintos: dissolução-precipitação ou hidratação topoquímica. No primeiro mecanismo, ocorre a dissolução dos compostos presentes na pasta, formação dos hidratos e precipitação dos hidratos em solução. Na hidratação topoquímica, os compostos não entram em solução, pois as reações acontecem na superfície dos mesmos (MEHTA; MONTEIRO, p. 96, 2001).

A adição de filer calcário no cimento ajuda na redução de energia térmica do sistema e na diminuição da emissão de gás carbônico, além de reduzir a concentração de materiais reativos. Portanto, para John et. al. (2017), os fileres têm importância econômica, técnica e ambiental.

A substituição do clínquer por fileres reduz a reserva alcalina dos materiais cimentícios, que são dependentes da composição química e da quantidade de produtos de hidratação do cimento (JOHN et. al., 2017). O filer, como substituição do clínquer, pode apresentar quatro efeitos distintos: efeito filer, efeito de nucleação, efeito de diluição e efeito químico.

## **2.2 Efeito filer**

O efeito filer está diretamente relacionado com o tamanho das partículas e a quantidade presente na mistura. Se o diâmetro da partícula de filer calcário for

inferior ao do clínquer, o fíler preencherá os espaços vazios, permitirá uma melhor distribuição granulométrica e aumentará a densidade de empacotamento. Como consequências dessas mudanças, pode ocorrer que a quantidade de água requerida é inferior, a resistência mecânica e a durabilidade do concreto aumentam, mas, no entanto, a trabalhabilidade é reduzida (WANG et. al., 2018).

Senhadji et. al. (2014) compararam o tamanho dos poros de argamassas sem fíler calcário e com substituição de 10% por meio do método de porosimetria por intrusão de mercúrio (MIP). As argamassas foram ensaiadas com 12 meses e os autores concluíram que o diâmetro máximo dos poros para a argamassa sem adição foi de 60 nm, ao passo que, para a argamassa com 10% de fíler calcário, foi de 31 nm. Essa diminuição que se refere a quase metade do diâmetro dos poros da argamassa sem adição foi atribuída ao efeito fíler.

O fíler calcário apresenta influência diferente com relação à permeabilidade ao gás e à água. Tsivilis et. al. (2003) estudaram o efeito do fíler calcário na permeabilidade ao ar e à água, porosidade e absorção capilar. Concluíram que a permeabilidade ao gás está vinculada à porosidade da matriz, já a absorção e a permeabilidade à água são afetadas pelo tamanho e tipo dos poros. Quando há incorporação de fíler calcário, o tamanho dos poros é reduzido, devido ao efeito fíler e efeito de diluição do clínquer, diminuindo a permeabilidade à água.

### **2.3 Efeito de nucleação**

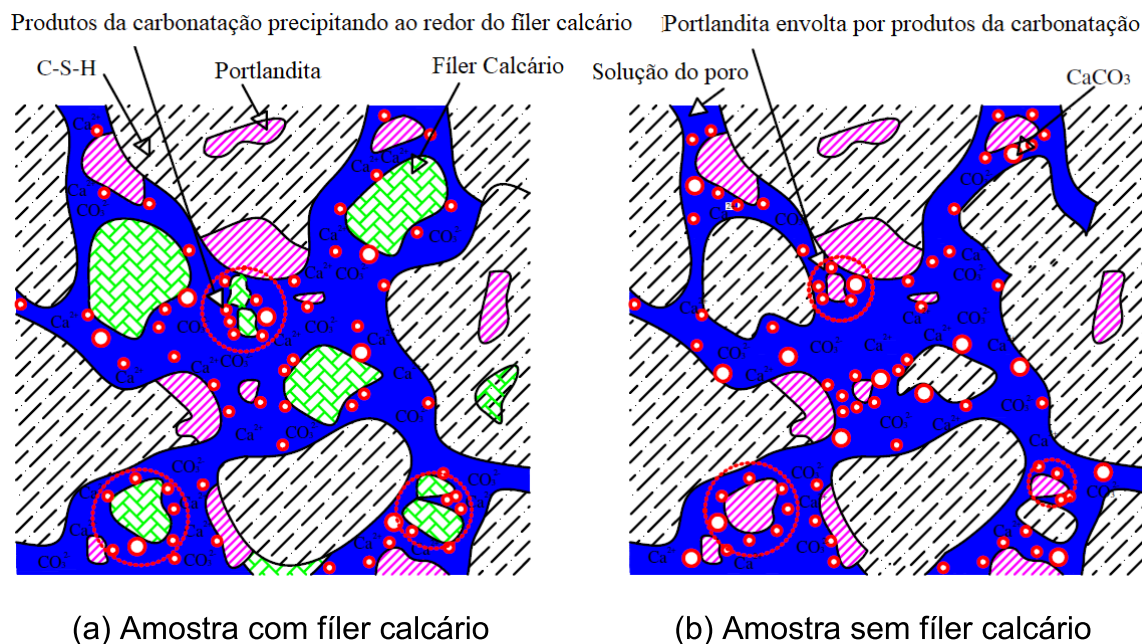
O fíler calcário, quando moído mais fino que o cimento, promove o efeito de nucleação, aumentando a rapidez da hidratação (PALM et. al., 2016). O mesmo é apontado por Wang et. al. (2018), que complementam argumentando que este fenômeno acelera a reação de hidratação, potencializa o grau de hidratação, promove a precipitação do C-S-H e, ainda, preenche os poros nas primeiras idades.

A quantidade de substituição, tamanho da partícula e estrutura superficial do fíler calcário interferem na nucleação. O aumento da substituição do clínquer resulta em mais locais de nucleação disponíveis e na possibilidade de formação de mais produtos de hidratação. No entanto, não é estabelecida uma ordem dominante de fatores com relação à nucleação (WANG et. al., 2018).

Phung et. al. (2015) observaram a reação do fíler calcário frente à carbonatação e concluíram que a acessibilidade do CO<sub>2</sub> aos poros, quando há fíler

calcário na mistura, é reduzida. Isso acontece porque o fíler calcário age como nucleador para a precipitação da calcita formada pela carbonatação da portlandita, e os produtos da carbonatação se precipitam ao redor do fíler calcário. Esse processo limita a quantidade de portlandita disponível, formando camadas protetoras ao redor das partículas de fíler calcário (Figura 5).

Figura 5 - Efeito do fíler calcário como nucleador na carbonatação



Fonte: Phung et. al. (2015)

## 2.4 Efeito de diluição

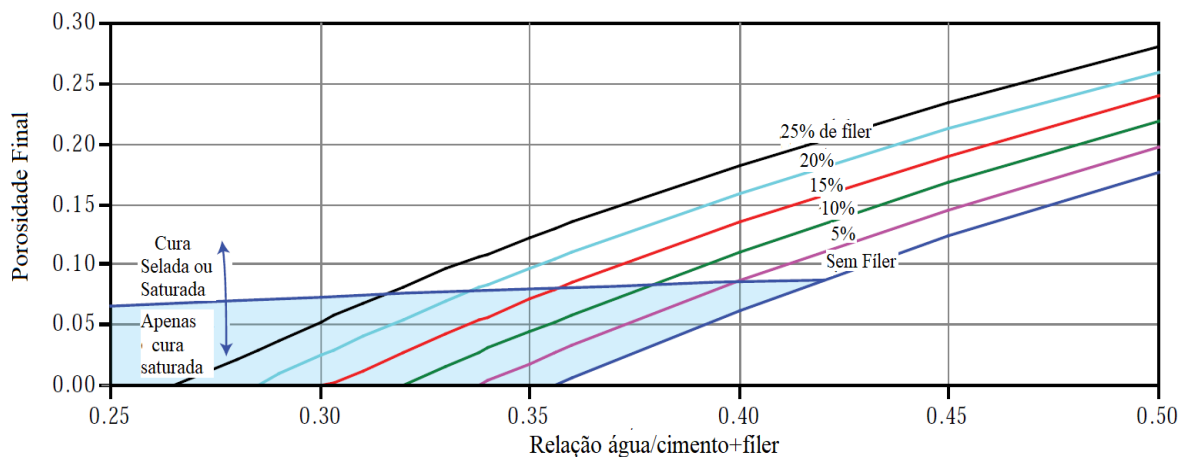
O fíler é considerado um material quase inerte e a substituição do mesmo em matrizes cimentícias tem como principal resultado o efeito físico da diluição da pasta. Essa diluição é atribuída à quantidade de fíler presente na matriz, visto que o fíler quase não apresenta características cimentantes ou pozolânicas. A substituição do clínquer por fíler aumenta a quantidade de água livre, se a relação água/ materiais finos for constante. Consequentemente, haverá um aumento na porosidade do sistema e redução da resistência mecânica. (JOHN et. al., 2017; WANG et. al., 2018).

Elgalhud et. al. (2016) indicam que a substituição superior a 20% - 30% de fíler calcário pode não apresentar uma mudança significativa na porosidade da pasta de cimento. No entanto, a porosidade pode aumentar linearmente com maior

porcentagem de substituição, devido ao efeito inerte do fíler. Palm et. al. (2016), baseando-se nesse mesmo conceito, concluíram que a relação a/c é decisiva para as propriedades mecânicas e a durabilidade de concretos com adição de fíler calcário.

Bentz et. al. (2009) utilizaram o modelo de Powers para avaliar a porosidade em pastas de cimento com substituição de fíler calcário. A Figura 6 apresenta a porosidade total final prevista para diferentes misturas, com relação água/ cimento mais fíler calcário variando de 0,25 a 0,50 e porcentagem de substituição de até 25% de fíler calcário. Os autores mencionam, de acordo com a Figura 6, a possibilidade de utilização de fíler calcário em porcentagens superiores a 5% quando há uma baixa relação água/ (cimento mais fíler).

Figura 6 - Porosidade final de pastas com fíler calcário



Fonte: Bentz et. al. (2009)

Bonavetti et. al. (2003) apresentam uma redução na resistência à compressão em concretos acima de 18,1% de substituição de cimento por fíler calcário de cerca de 8% a 12% aos 28 dias. Os autores sugerem que, para a obtenção de uma pasta com propriedades semelhantes à pasta de cimento, à medida que a substituição por fíler calcário aumenta, a relação água/materiais finos deve diminuir.

De acordo com John et. al. (2017), a diluição pode ser parcialmente compensada aumentando a finura e reduzindo a relação a/c. Contudo, a redução da relação a/c pode implicar em uma menor trabalhabilidade da mistura. Portanto, para os autores, a incorporação de altos teores de fíleres é facilitada quando há um bom

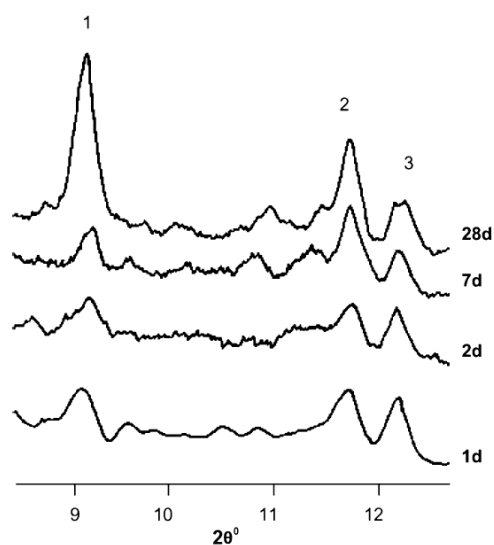
empacotamento de partículas e emprego de dispersante. A combinação desses fatores permite uma redução da quantidade de água de 30% a 50%.

## 2.5 Efeito químico

O fíler calcário reage especialmente com os aluminatos presentes na matriz cimentícia, produzindo carboaluminatos ao invés de sulfoaluminatos e estabilizando a etringita (LOTHENBACH et. al., 2008; JOHN et. al., 2017).

Voglis et. al. (2005) observaram pastas de cimento com 15% de adição de fíler calcário. As pastas foram avaliadas por meio do ensaio de difração de raio X, em diferentes idades (Figura 7). Os autores observaram o aumento dos picos de etringita e de monocarboaluminato hidratado ao longo dos 28 dias analisados, bem como a diminuição do pico de Ca-Al-Si hidratado. Observa-se que o pico referente ao monocarboaluminato encontra-se presente desde o primeiro dia da hidratação.

Figura 7 – Produtos de pastas com 15% de fíler calcário através do DRX

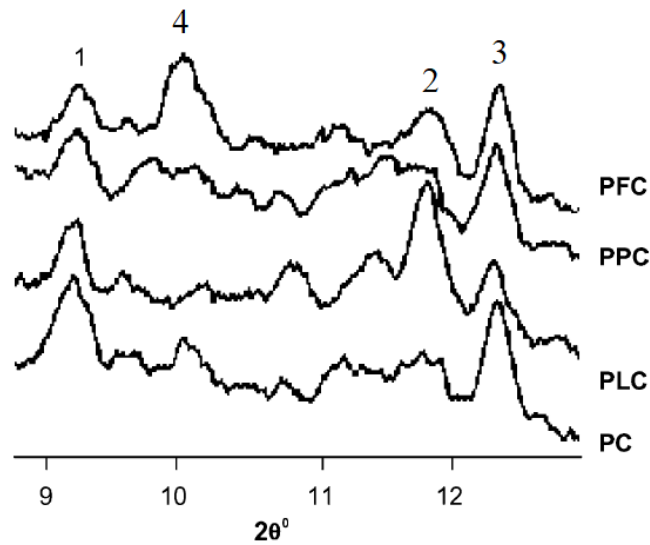


1: etringita 2: monocarboaluminato hidratado 3: Ca-Al-Si Hidratado

Fonte: Voglis et. al. (2005)

Os mesmos autores compararam pastas de cimento distintas, aos sete dias, com a mesma porcentagem de adição, mas adições diferentes -como fíler calcário (PLC), cinza volante(PFC), pozolana natural (PPC) e sem adição (PC). Foram registrados picos distintos no ensaio de DRX (Figura 8).

Figura 8 – Produtos de pastas de composições distintas através do DRX



1: etringita 2: monocarboaluminato hidratado 3: Ca-Si-Al Hidratado 4: monossulfato de cálcio hidratado

Fonte: Voglis et. al. (2005)

Pastas com ou sem adições de pozolanas apresentaram um pico maior de silico-aluminato de cálcio hidratado, enquanto que aquelas com adição de calcário apresentaram um pico de carboaluminatos de cálcio hidratado.

O efeito químico do calcário pode influenciar a alcalinidade, a umidade e a estabilidade de volume das matrizes cimentícias. Para o efeito químico, o tamanho da partícula é de suma importância. Com a diminuição do tamanho da partícula, ocorre maior dissolução do carbonato de cálcio e melhor reação com o aluminato. No entanto, apesar da quantidade de aluminatos presentes na mistura ser restrita, materiais cimentícios suplementares podem fornecer aluminatos adicionais, aumentando o efeito químico do fíler calcário (WANG et. al., 2018).

### 3 CARBONATAÇÃO

A durabilidade do concreto depende da capacidade de penetração de agentes agressivos externos e sua eficiência na proteção do aço. O transporte de agentes agressivos baseia-se na estrutura dos poros, condições de exposição e características de difusão (SAETTA; SCHREFLER; VITALIANI, 1993). A entrada desses agentes no concreto provoca a carbonatação, que reduz o pH de cerca de 13 para valores inferiores a 9. A diminuição do pH, por sua vez, acarreta na destruição do filme de proteção, despассивando da armadura (BARY; SELLIER, 2004). Em estágios mais avançados, a corrosão da armadura pode levar a estrutura ao colapso (WERLE; KAZMIERCZAK; KULAKOWSKI, 2011).

#### 3.1 Mecanismos da carbonatação

A carbonatação ocorre a partir da reação dos gases ácidos do ambiente com os produtos alcalinos do concreto. Os gases que comumente fazem parte da carbonatação são o gás carbônico ( $\text{CO}_2$ ), o mais abundante, o gás sulfídrico ( $\text{H}_2\text{S}$ ), dióxido de enxofre ( $\text{SO}_2$ ). Tal reação ocorre especialmente entre o composto alcalino hidróxido de cálcio ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) e o gás carbônico (KULAKOWSKI, 2002).

Os processos físico-químicos da carbonatação são apresentados por Papadakis, Vayenas e Fardis (1992) e Thiery et. al. (2007), e consistem primeiramente na reação de hidratação do cimento, na qual materiais carbonatáveis são formados. Posteriormente, há a dissolução do  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  na solução aquosa dos poros (Equação 1).

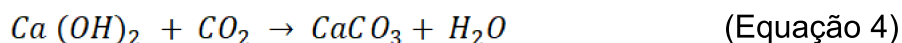


Em seguida, ocorre a penetração e difusão do gás carbônico nos poros do concreto. O  $\text{CO}_2$  gasoso se dissolve na solução aquosa dos poros, de acordo com a Equação (Equação 2). Assim, ocorre a formação de ácido carbônico que, em seguida, é dissolvido (Equação 3).





A reação do gás carbônico dissolvido com o hidróxido de cálcio dissolvido é responsável pela formação de carbonato de cálcio Equação (Equação 4). Por fim, ocorre a reação do gás carbônico com os demais materiais carbonatáveis presentes no concreto.



A carbonatação leva à diminuição da concentração de cálcio presente na solução aquosa. Primeiramente, essa diminuição é compensada com maior dissolução de portlandita. Quando a reserva de portlandita é esgotada, o cálcio é retirado de outros compostos da hidratação do cimento, como os aluminatos e o C-S-H (BARY; SELLIER, 2004). Constituintes em pequena quantidade na pasta de cimento, como KOH (hidróxido de potássio), NaOH (hidróxido de sódio) e Mg(OH)<sub>2</sub> (hidróxido de magnésio) também são suscetíveis à carbonatação (PETER et. al., 2008).

A carbonatação do C-S-H ocorre pela descalcificação do C-S-H, na qual o cálcio é consumido, resultando em um gel de sílica e polimorfos do carbonato de cálcio (SEVELSTED; SKIBSTED, 2015). A aragonita e a vaterita são formadas, em particular, a partir da carbonatação do C-S-H com baixa relação Ca/Si (WU e YE, 2017; THIERY et. al., 2007).

Glasser e Matschei (2007, *apud* WU; YE, 2017)<sup>2</sup> citam que de um ponto de vista termodinâmico, a carbonatação do CH é prioritária quando em comparação com a carbonatação do C-S-H. Peter et. al. (2008) justificam a simplificação da equação de carbonatação somente utilizando o hidróxido de cálcio devido à rapidez das reações. A reação do Ca(OH)<sub>2</sub> com o CO<sub>2</sub> ocorre três vezes mais depressa que a reação com o C-S-H, vinte vezes mais que a reação com C<sub>2</sub>S e cinquenta vezes mais que a reação com o C<sub>3</sub>S. (CHAUSSADENT, 1997 p. 75-86 *apud* PETER et. al., 2008)<sup>3</sup>

Com o processo de carbonatação, são verificadas modificações estruturais. O carbonato de cálcio é precipitado e possui volume superior aos elementos não carbonatados, portanto há uma diminuição nos poros e uma maior dificuldade de

<sup>2</sup> GLASSER, F.; MATSCHEI, T. Interactions between Portland cement and carbon dioxide. **Proceedings of the ICCI Conference**, 2007.

<sup>3</sup> CHAUSSADENT, T. Analyse des mécanismes de carbonatation du béton. Durabilité des Betons "Méthodes recommandés pour la mesure des grandeurs associés à la durabilité". **INSA Génie Civil**, Toulouse, France, pp. 75-86, 1997.

difusão do gás carbônico (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1991; KULAKOWSKI, 2002; CRAEYE et. al., 2017). Essa diminuição na porosidade é verificada principalmente nos microporos, conforme citam Wu e Ye (2017).

A expansão depende do polimorfo formado. A formação da calcita é prioritária, porém a aragonita e vaterita estão relacionadas com a alta presença de C-S-H descalcificado com baixa concentração de Ca/Si e alta concentração de CO<sub>2</sub> (THIERY et. al., 2007, WU; YE, 2017)

O volume de variação em relação à portlandita é de 11,2% para a calcita, 2,9% para a aragonita e 18,7% para a vaterita (ARANDIGOYEN et. al., 2006). A aragonita é o polimorfo com o menor volume molar, em comparação com a vaterita e a calcita. Devido a esse fator, segundo Soja et. al. (2018), a precipitação de aragonita ocasiona uma maior porosidade e maior facilidade de ingresso de CO<sub>2</sub>. Mesmo que em pequena quantidade, é verificada a presença de aragonita e vaterita em condições de carbonatação natural pelo período de 12 meses (SOJA et. al., 2018).

O preenchimento dos poros influencia diretamente na velocidade do progresso da frente de carbonatação. Ao longo do tempo, surge uma barreira física para a carbonatação: a rede de poros colmatada devido à precipitação de carbonatos. Dessa forma, Neville (1997, p. 496), Phung et. al. (2015), Bertin et. al. (2017), Soja et. al. (2017) e Shah et. al. (2018) indicam que a velocidade da frente de carbonatação é decrescente, visto que o CO<sub>2</sub> tem que se difundir através do sistema de poros, inclusive na região carbonatada.

Apesar de o volume do carbonato ser superior ao da portlandita, existe uma divergência em que os autores Cascudo e Carasek (2011) citam, onde a carbonatação induz a retração no concreto. Esse fator pode ocorrer por dois mecanismos, sendo eles: a liberação das moléculas de água na reação da carbonatação e a redução do volume da pasta de cimento devido a dissolução da portlandita sob tensão e precipitação da calcita em zonas sem tensão. Esses mecanismos propiciam uma redistribuição e reorganização dos vazios.

### **3.2 Fatores que influenciam a carbonatação**

A carbonatação é diretamente influenciada por fatores relacionados ao meio em que se encontra a estrutura e os fatores intrínsecos da composição adotada.

Dentre essas condições, as mais citadas são a concentração de gás carbônico, a umidade relativa do ambiente e a umidade interna da mistura, o tipo de cimento adotado e as adições empregadas, a porosidade, ligada à relação a/c, e a cura (PAULETTI, 2004; CASTELLOTE et al., 2009; EKOLU, 2016; SARTORI et. al., 2017).

O aumento da profundidade de carbonatação é pouco influenciada pela temperatura, uma vez que é regido pela difusão de CO<sub>2</sub> que quase não tem interferência de temperatura (PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1992). O mesmo é apontado por Neville (1997, p.498) e Ekolu (2016), que ressaltam que uma variação de temperatura não interfere significativamente na carbonatação.

Variando a temperatura de 22°C para 30°C e para 42°C, e mantendo a umidade relativa em 65% e a concentração de CO<sub>2</sub> de 50%, Papadakis, Vayenas e Fardis (1992) constataram que não há uma variação significativa na profundidade de carbonatação. Loo et. al. (1994 apud KULAKOWSKI, 2002)<sup>4</sup> adotaram temperaturas de 20°C e 40°C para avaliar a carbonatação e concluíram que, para que ela ocorra, a temperatura não é tão relevante quanto a concentração de gás carbônico.

Na revisão deste trabalho serão focados os fatores: concentração de gás carbônico, umidade, cimento e adições, e porosidade.

### 3.2.1 Concentração de gás carbônico

A concentração de gás carbônico no meio externo varia de acordo com o ambiente. Os valores de concentração de gás carbônico em diferentes meios são para Saetta e Vitaliani (2004) elucidados na Tabela 7. Como sugerido anteriormente, eles mencionam que um dos parâmetros que mais afeta a carbonatação é a concentração de gás carbônico no ambiente. Helene (1993) cita que, para atmosferas rurais, a concentração de CO<sub>2</sub> varia entre 0,03% a 0,05%. Porém, em atmosferas urbanas onde há maior tráfego, a oscilação é de 0,1% a 1,2% e, em atmosferas viciadas, onde não ocorre troca de ar, (normalmente próximo a fábricas) a concentração é de 1,8%.

---

<sup>4</sup> LOO, Y. H. et. al. A carbonation precondition model for accelerated carbonation testing of concrete. **Magazine of Concrete Research**, v.46, n. 168, p. 191-200, Sep. 1994.

Tabela 7 – Concentração de gás carbônico em diferentes ambientes

Ambientes	Concentração de CO <sub>2</sub> (% vol.)
Campo aberto	0,015%
Centro da cidade	0,036%
Zona industrial	0,045%
Estábulo ventilado	0,046%
Exaustão de veículo motorizado	16,690%
Exalação humana	3,620%

Fonte: Saeta; Vitaliani (2004)

A difusão do gás carbônico na rede de poros ocorre em função da diferença de concentração do gás nos meios interno e externo (KULAKOWSKI, 2002). A carbonatação tende a ser lenta em meio natural, já que, além da baixa concentração de CO<sub>2</sub>, fatores como a condição hídrica do poro e, conseqüentemente, as condições ideais para o início da carbonatação não são controláveis. Portanto, o intuito de exercer um maior controle sobre as variáveis do estudo, aliado à disponibilidade de tempo para a realização do ensaio, levou os pesquisadores a optarem pela carbonatação acelerada em câmaras. Desse modo, puderam intensificar o percentual de CO<sub>2</sub>, antecipando a carbonatação (WERLE, 2010).

Nos estudos de carbonatação acelerada, os autores relatam diferentes concentrações utilizadas. Pauletti (2009) aponta que nem sempre o maior percentual de CO<sub>2</sub> apresenta maior carbonatação e sugere o emprego de concentrações inferiores a 20%, para que não haja uma mudança brusca na microestrutura.

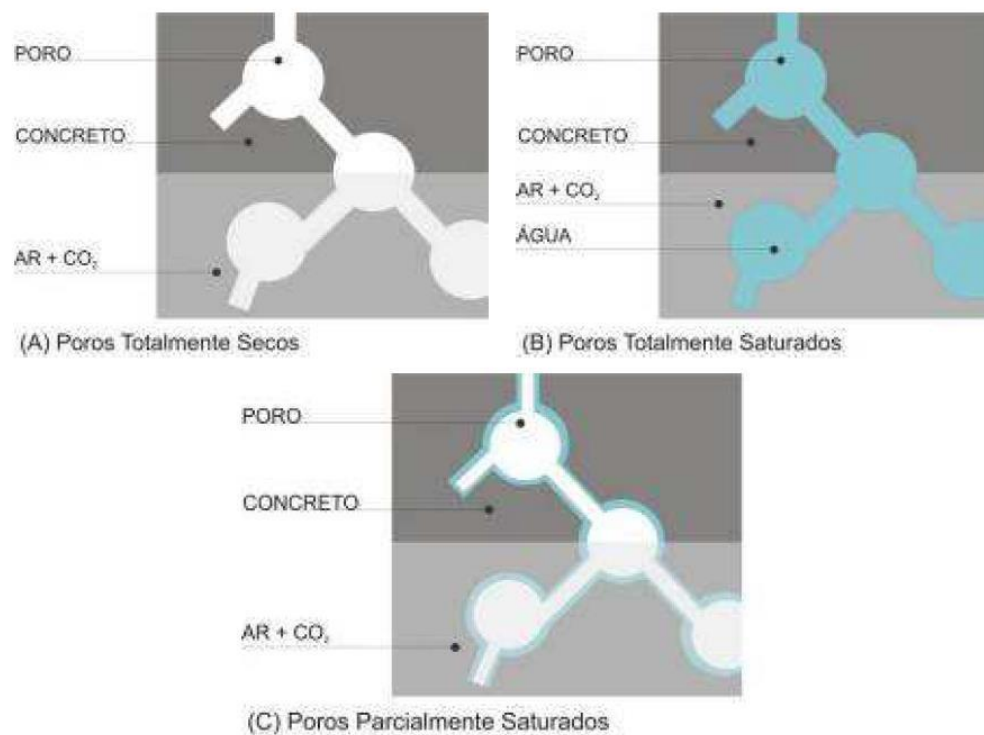
A concentração de 1% de gás carbônico foi citada como a porcentagem que permite a obtenção dos mesmos produtos de hidratação que em condições naturais de 0,03% de CO<sub>2</sub>. Assim, a alteração na microestrutura ocorre proporcionalmente a misturas expostas à carbonatação natural (LAUCH; DIERYCK; VANHAMME, 2017; PAULETTI, 2009). Em estudo posterior, Castellote et. al. (2009) compararam a carbonatação natural com porcentagens de 3%, 10% e 100% de CO<sub>2</sub> em carbonatação acelerada e indicam que 3% é a que apresenta a microestrutura mais aproximada da carbonatação natural.

### 3.2.2 Umidade

A profundidade de carbonatação depende da umidade relativa do ambiente externo, mas principalmente da umidade interna. Além disso, a velocidade de

carbonatação está relacionada com a condição de umidade dos poros. Em poros completamente secos, (A, Figura 9) o  $\text{CO}_2$  não é dissociado devido à falta de solução aquosa. Assim, não ocorre a associação com outros elementos dissolvidos para o fenômeno de carbonatação. Quando a situação é inversa, o poro encontra-se saturado (B, Figura 9) e há um bloqueio na entrada do gás, dificultando o fenômeno. Portanto, para que a carbonatação ocorra, é essencial uma concentração parcial de umidade (C, Figura 9) (SAETTA; SCHREFLER; VITALIANI, 1993; WERLE, 2010).

Figura 9 - Grau de saturação dos poros no concreto



Fonte: Werle (2010, Adaptada de Andrade 1992)

Apesar de não existir um consenso técnico para o valor de umidade relativa no estudo da carbonatação, a maioria dos autores atuais utilizam parâmetros entre 60% e 75% (

Tabela 8). Como Phung et al. (2015) citam, esse parâmetro é adotado para proporcionar uma condição ótima na ocorrência de carbonatação acelerada.

Tabela 8 – Umidade relativa utilizada na bibliografia

Pesquisador	Ano	UR (%)
Setta et. al.	1993	40-80
Papadakis	1999	61
Roy et. al.	1999	75
venquiaruto et. al.	2002	75±2
Thiery et. al.	2007	50-70
Kulakowski et. al.	2008	70±2
Castellote	2008	65
Pauletti	2009	70
Werle et. al.	2010	70±5
Neves Junior t. al.	2013	60
Liu et. al.	2014	60±5
Phung et. al.	2015	65
Van Bunderen et. al.	2016	60±10
Palm et. al.	2016	65±5
Sartori et. al.	2016	70
Craeye et. al.	2017	50-80
Bertin et. al.	2017	65
Lauch et. al.	2017	60±10
Soja et. al.	2017	70
Stefanoni et. al.	2017	65
Shah et. al.	2018	60±5

Fonte: Elaborado pela autora

Saetta et. al. (1993) utilizam a umidade relativa entre 40 e 80% como variável de estudo para que ocorra a carbonatação. Já em estudo avaliando parâmetros de influência na carbonatação (Tabela 9), Craeye et al., (2017) alegam que umidade relativa inferior a 50% e superior a 80% não são favoráveis ao estudo da carbonatação. Portanto, sugerem que sejam adotados valores entre 50 e 80% para que haja uma umidade interna mais favorável para tal.

Variando a umidade relativa, Roy et. al. (1999) verificam um significativo aumento na profundidade de carbonatação quando o nível de umidade varia de 52 para 75%. Posteriormente, aumentando a umidade relativa para 84%, ocorre um decréscimo na profundidade de carbonatação. Portanto, os autores concluem que 75% de umidade relativa constitui uma condição ótima para carbonatação. No entanto, Thiery et. al. (2007) reduzem essa faixa de umidade relativa para 50% a 70%. Para a confirmação da utilização dessa umidade relativa, Pauletti et. al. (2009) adotam  $UR \cong 70\%$  e identificam uma maior velocidade no avanço da frente de carbonatação.

### 3.2.3 Cimento e adições

Cimentos com adições normalmente reduzem a permeabilidade e a porosidade, e aumentam a resistência mecânica. No entanto, cabe ressaltar que também diminuem a reserva alcalina e a velocidade de carbonatação aumenta (HELENE, 1993 p.111). Helene (1993) sugere que quanto maior a concentração de hidróxido de cálcio presente no concreto, menos suscetível à carbonatação. A presença de  $\text{CO}_2$  primeiramente reduz o pH, para, posteriormente, reagir com todo o  $\text{Ca(OH)}_2$  e seguir penetrando. Essa reação reduz a velocidade de carbonatação.

Cimentos compostos apresentam menores teores de  $\text{Ca(OH)}_2$ , necessitando menor quantidade de  $\text{CO}_2$  para a produção de  $\text{CaCO}_3$  (NEVILLE, 1997 p. 501). No entanto, desta forma, ocorre a densificação da estrutura dos poros, reduzindo a difusividade do gás carbônico e retardando a carbonatação. Neville (1997) questiona: quais das duas ações se sobressai? Portanto, a composição química e a granulometria dos grãos de cimento interferem na carbonatação (WERLE, 2010).

Pauletti (2004) comparou cimento pozolânico, confeccionado em laboratório, e cimento Portland comum (CP I) com diferentes relações a/c. A profundidade de carbonatação foi agravada pela maior relação a/c e verificou-se superior para todas as relações a/c com o cimento pozolânico em comparação com o CP I. Comprovou, então, a redução da reserva alcalina ocasionada pelas adições e o aumento do coeficiente de carbonatação.

Concretos com substituição do cimento por sílica ativa (8%), cinza de casca de arroz e cinza volante (25 e 50%), com três relações a/ligante e duas finuras distintas foram estudados por Venquiaruto et. al. (2002). Para algumas misturas, a finura apresentou coeficientes de carbonatação superiores, porém o tipo de adição mineral, a porcentagem de substituição e a relação a/ligante apresentam interferência mais significativa do que a finura, com relação à carbonatação.

Liu et. al. (2017) avaliaram carbonatação e ataque de sulfatos em amostras de concreto com substituição de 0 a 30% de cinza volante. Os pesquisadores utilizaram parâmetros da norma chinesa (GBT 50082-2009) para a carbonatação. Por meio da medida de profundidade de carbonatação com fenolftaleína, observaram que amostras carbonatadas por 10 dias e relação a/ligante de 0,45 em espécimes de 0%, 10%, 20% e 30% de cinza volante, apresentaram 0,73 mm, 1,69 mm, 2,74 mm e 13,61mm de profundidade de carbonatação, respectivamente. O

estudo então mostra que a cinza volante mostrou uma aceleração na deterioração do concreto no ataque a sulfatos, causado pelo aumento da carbonatação.

Lauch et. al. (2017) avaliaram oito combinações de concreto com escória de alto forno, cinza volante e fíler calcário, e relações a/c de 0,45, 0,50 e 0,55 frente à carbonatação. Diminuindo a quantidade de clínquer presente na mistura, a carbonatação aumenta, tanto pela substituição de adições ativas, quanto de fíler calcário. De acordo com os autores, isso é justificado pela diminuição de álcalis presentes na mistura.

Palm et. al. (2016) utilizaram substituição do clínquer por fíler calcário com diferentes relações a/c em concretos. A profundidade de carbonatação aumentou com o acréscimo de fíler calcário. No entanto, os autores ressaltam que a carbonatação é dependente da relação a/c, que interfere diretamente na porosidade, conforme demonstrado no item 2.4. Os autores indicam que, para que a substituição de uma quantidade superior a 50% de fíler calcário ocorra, é necessário que a relação a/c seja cerca de 0,35, para que suas propriedades mecânicas e durabilidade sejam equivalentes a cimentos comuns. Os autores enfatizam que a utilização de cimentos ricos em calcário podem reduzir em até 25% as emissões de CO<sub>2</sub> geradas pela produção de cimento.

Tu et al. (2016) investigaram a incorporação de fíler calcário calcítico em pastas submetidas à cura com CO<sub>2</sub> e relação água/materiais finos de 0,18. Os autores observaram que, com o aumento de adição de 0% para 20%, houve um aumento no grau de cura de CO<sub>2</sub>, de 17,5% para 30,2%. Esse aumento é justificado principalmente pelos efeitos físicos, como o efeito de diluição, que provoca uma maior distribuição das partículas de cimento, permitindo maior acesso do gás carbônico às partículas de cimento.

Soja et. al. (2018) estudaram misturas de pastas de cimento com fíler calcário calcítico e fíler calcário mais xisto betuminoso queimado submetidas à carbonatação. As pastas foram realizadas com relação água/materiais finos de 0,4 e expostas à carbonatação natural. Nas misturas, verificou-se que o consumo de portlandita e a formação de calcita são mais rápidos na pasta com adições. Uma pequena formação de vaterita e aragonita foi observada após um ano de exposição. Dessa forma, os autores concluíram que pastas com adições são menos resistentes à carbonatação, devido à menor quantidade de portlandita presente.



A utilização de diferentes cimentos ou adições e suas finuras interfere diretamente na porosidade da matriz cimentícia estudada, assim como outros fatores citados a baixo.

### 3.2.4 Porosidade

As relações água/cimento ( $a/c$ ) e água/ligante ( $a/lig$ ) estão diretamente conectadas com a profundidade de carbonatação e com a porosidade. Diversos autores (CRAEYE et. al., 2017; SARTORI et. al., 2017; PALM et. al., 2016; WERLE et. al., 2011; VENQUIARUTO, ISAIA; GASTALDINI, 2011; LOO; LE, 2002) citam que, quanto maior a relação  $a/c$  e a quantidade de adições minerais, maior será a profundidade de carbonatação. Papadakis, Vayenas e Fardis (1992) justificam o avanço na carbonatação com o aumento da relação  $a/c$  devido a uma maior difusividade.

Kulakowski (2002) analisou argamassas e concretos submetidos à carbonatação com diferentes relações  $a/ligante$  e constatou que a essa relação interfere consideravelmente na profundidade de carbonatação. Concretos com  $a/ligante$  superior a 0,7 apresentaram maior profundidade de carbonatação. Entretanto, para o estudo de argamassas, a autora relata que a relação  $a/ligante$  de 0,45 não apresenta carbonatação.

Lauch et. al. (2017) sugerem a diminuição da profundidade de carbonatação em concretos com adições de até 55% de cinza volante ou sílica combinados com fíler calcário. Para isso, é indicada a relação  $a/c$  de 0,45, acompanhada de um bom cobrimento e consumo mínimo de cimento de  $340\text{kg/m}^3$ .

A profundidade de carbonatação somente em função da relação  $a/c$  é verificada em estudo com concreto realizado por Liu et. al. (2017). Quando essa relação é de 0,35, a carbonatação é medida com 0,2 mm, aumentando para 0,73 mm com relação  $a/c$  de 0,45 e para 4,02 mm para relação  $a/c$  de 0,55. Portanto, com o aumento de 0,2 na relação  $a/c$ , a profundidade de carbonatação aumenta em mais de 20 vezes. Esse aumento no coeficiente de carbonatação deve-se ao aumento da porosidade quando a relação  $a/c$  aumenta.

Outro fator que está diretamente ligado à porosidade é a cura. A ausência de cura ou cura inadequada é um dos fatores que agrava a carbonatação, de acordo com Helene (1993). O autor complementa apontando que a cura afeta as condições

de hidratação dos primeiros milímetros superficiais. Assim, uma boa cura úmida pode minimizar a desvantagem alcalina dos cimentos com adições, bem como diminuir a porosidade do concreto.

Além da melhor hidratação proporcionada por uma boa cura, Werle (2010) cita uma menor fissuração e uma interferência na porosidade final do concreto. Com o aumento do tempo de cura, pode-se verificar, devido ao maior grau de hidratação do cimento, redução das retrações por secagem, retração plástica (PAULETTI, 2009).

A cura submersa em torno de 90 dias é adotada, em alguns estudos, em virtude da garantia da completa hidratação para posterior exposição à carbonatação (LAUCH, 2017; PAPADAKIS; VAYENAS; FARDIS, 1992). Papadakis, Vayenas e Fardis (1992) submetem as amostras à cura submersa saturada de  $\text{Ca(OH)}_2$ , visando evitar a difusão do  $\text{Ca(OH)}_2$  produzido pela hidratação, por meio dos poros para a superfície.

Lo e Lee (2001) compararam a cura úmida e a cura ao ar por 28 dias. Após um e três meses na câmara de carbonatação acelerada, a profundidade de carbonatação foi de 3 mm e 10 mm para concreto curado ao ar e 1,5 mm e 8,5 mm para o curado em água, respectivamente. Os autores concluíram que a cura em água apresentou 72% menos carbonatação que a cura ao ar. Os mesmos associam essa diferença à velocidade de hidratação nas diferentes curas. Com o aumento da hidratação do cimento, o volume capilar dos poros é reduzido, dificultando o processo de difusão do gás carbônico, e, conseqüentemente, diminuindo a carbonatação.

A penetração de agentes agressivos é determinada pela estrutura dos poros do material utilizado e pela quantidade de água que preenche os poros (SAETTA; SCHREFLER; VITALIANI, 1993). O aumento da porosidade do concreto aumenta o fenômeno de carbonatação, de acordo com Helene (1993). O autor complementa enfatizando que a relação *a/c* tem interferência direta na profundidade de carbonatação, visto que esse parâmetro determina a porosidade e permeabilidade da mistura.

Neville (1997 p. 483) diferencia permeabilidade e porosidade, explicando que apenas alguns poros são responsáveis pela permeabilidade do concreto. Somente poros interligados participam do deslocamento dos fluídos, e, portanto, alta porosidade não significa alta permeabilidade.

Papadakis (2000) acorda que a taxa de difusão de transporte de íons ou moléculas é dependente do tamanho e da conectividade dos poros. Para relação a/c inferior a 0,45 em concretos devidamente curados, o sistema de poros será desconectado, levando a uma taxa muito baixa de transporte. O autor também acrescenta que, com adição de materiais cimentício suplementares, pode haver maior desconexão de poros.

A mudança da porosidade ocasionada pela carbonatação é influenciada por diversos fatores, como, por exemplo, o tipo de cimento, a profundidade de carbonatação e as propriedades dos produtos formados pela carbonatação (SHAH et. al., 2018). O aumento do volume interno ocorre devido ao consumo de  $\text{Ca(OH)}_2$  e à formação do  $\text{CaCO}_3$ , e leva à redução da porosidade, auxiliando na desaceleração da carbonatação (PHUNG et. al., 2015; BERTIN et. al., 2017; SOJA et. al., 2017; SHAH et. al., 2018). O volume do cristal de  $\text{CaCO}_3$  formado é de 11% a 14% superior ao do CH, dependendo do polimorfo precipitado.

Shah et. al. (2018) citam que, para cimentos compostos, a quantidade limitada de CH e a alta quantidade de C-S-H induzem uma menor mudança na porosidade, devido ao volume do C-S-H ser mais próximo ao volume do  $\text{CaCO}_3$  do que o volume do CH. Com o processo de carbonatação, ocorre uma alteração na estrutura do poro do gel que se dá pela carbonatação do C-S-H (BERTIN et. al., 2017). Quando ocorre a formação de gel de sílica amorfa, a reação é acompanhada por redução do volume, maior porosidade e fissuração (SHAH et. al., 2018).

Elgalhud, Dhir e Ghataora (2016) avaliaram o efeito da adição de calcário na porosidade em combinação com o cimento Portland em diversos estudos. Embora as propriedades estruturais da porosidade não tenham apresentado mudanças notáveis, o aumento da finura acarreta na redução da porosidade do produto final. Os autores enfatizam que as condições estruturais do poro são aperfeiçoadas com a idade, principalmente nos primeiros sete dias. Outro fator relevante é que, para possível comparação de porosidade com o cimento Portland puro aos 28 dias, a relação a/c deve ser de 0,45 a 0,5 e a substituição limitada ao valor máximo de 25%.

Em resumo, relação a/c, tipo de cimento, utilização de adições e grau de hidratação estão diretamente ligados à porosidade. O aumento da porosidade eleva também a velocidade inicial de carbonatação, em função de que a alta porosidade permitirá uma maior taxa de difusão do gás carbônico (ROY, et. al., 1999).

O conjunto dos parâmetros que influenciam a carbonatação é resumido por Craeye et. al. (2017) e demonstrado na Tabela 9. Em geral é de acordo com a Tabela 9 que a carbonatação acontece, quando ocorre a combinação de variáveis, o resultado pode oscilar.

Tabela 9 – Parâmetros que influenciam a carbonatação

Parâmetros	Mudança	Carbonatação
Relação água/cimento	↑	↑
Teor de cimento	↑	↓
Uso de adições	↑	↑
Resistência à compressão	↑	↓
Permeabilidade	↑	↑
Presença de fissuras	↑	↑
Grau de hidratação	↑	↓
Regime de cura	↑	↓
Temperatura	↑	↑
Umidade relativa	↑	0-50% ↓ 50-80% ↑ 80-100% ↓
Concentração de CO <sub>2</sub>	↑	↑

Fonte: Adaptado de Craeye et. al. (2017)

### 3.3 Métodos de avaliação da carbonatação

A carbonatação pode ser avaliada por meio de diferentes ensaios, porém o mais utilizado em estudos é a aspensão de fenolftaleína, um indicador químico que muda de cor de acordo com o pH da amostra. Com o intuito de quantificar a profundidade de carbonatação, o estudo com lâminas petrográficas foi empregado. A termogravimetria, assim como o DRX e o MEV (com a utilização de outros equipamentos) podem ser empregados para a caracterização de produtos da hidratação e carbonato de cálcio. Além disso, podem ser utilizados para verificação das mudanças na microestrutura. Com a pretensão de caracterizar os poros da mistura, usualmente se utiliza a porosimetria por intrusão de mercúrio.

#### 3.3.1 Indicadores químicos

A solução de fenolftaleína possibilita verificar o pH do concreto por meio de diferentes tonalidades: assume coloração vermelho-carmim quando apresenta valores acima de 9 em concreto não carbonatado, ou permanece sem coloração,

indicando carbonatação e pH inferior a 9 (VENQUIARUTO; ISAIA; GASTALDINI, 2011; SARTORI et. al., 2017; BERTIN et. al., 2017). Vagelis, Papadakis e Fardis (1992) utilizaram a fenolftaleína como indicador químico para a carbonatação e seguiram as especificações propostas pela RILEM CPC-18. Os autores compararam um modelo matemático com testes de fenolftaleína e termogravimetria e concluíram que a concordância entre ambos é boa.

No entanto, Chang e Chen (2006) realizaram estudo com análises termogravimétricas, DRX, e FTIR em comparação com a profundidade de carbonatação determinada pela mudança de cor com a aspersão de fenolftaleína. Concluíram que a mudança de cor da fenolftaleína ocorre com pH igual a 9, porém complementam que neste pH a taxa de carbonatação é de apenas 50%. Os autores indicam que 100% de carbonatação é representado pelo pH de 7,5 e zonas parcialmente carbonatadas apresentam pH de 9 a 11,5. Phung et. al. (2015) advertem para a utilização de fenolftaleína, pois esse indicador químico apenas aponta o pH e não detecta a carbonatação em locais com pH superior a 9. Portanto, pontuam que a profundidade de carbonatação é subestimada quando se utiliza fenolftaleína e sugerem a utilização concomitante de outros ensaios.

Kazmierczak e Lindenmeyer (1996) compararam dois indicadores químicos, fenolftaleína e timolftaleína, com imagens do microscópio petrográfico. Para as amostras avaliadas, a frente de carbonatação mostrou-se superior com a utilização do indicador timolftaleína, comparando indicadores. No entanto, as imagens petrográficas apresentaram uma frente de carbonatação superior aos dois indicadores, visto que permite a visualização total da região carbonatada, enquanto que os indicadores químicos apenas delimitam a variação do pH.

Em estudo mais recente, Scrivener et. al. (2018) utilizaram o indicador químico timolftaleína e justificaram a substituição da fenolftaleína pelo fato de esta ser considerada cancerígena. Do mesmo modo que a fenolftaleína, a timolftaleína muda a coloração de acordo com o pH da amostra. Sua transição de cor ocorre com pH em torno de 9,3 a 10,5, variando os tons de incolor para a cor azul.

Outros indicadores químicos foram testados por Thiery (2005) (Tabela 10). No entanto, a diferença na profundidade de carbonatação entre os indicadores químicos evidencia imprecisões. Portanto, o autor optou pela utilização da fenolftaleína.

Tabela 10 – Indicadores químicos utilizados por Thiery (2005)

Indicadores	Cores	Ponto de viragem
Vermelho de cresol	Amarelo Vermelho	7,2 - 8,8
Fenolftaleína	Incolor Rosa	8,0 - 9,9
Timolftaleína	Incolor Azul	9,3 - 10,5
Azul de Nil	Azul Vermelho	10,1 - 11,1

Fonte: Adaptado de Thiery (2005)

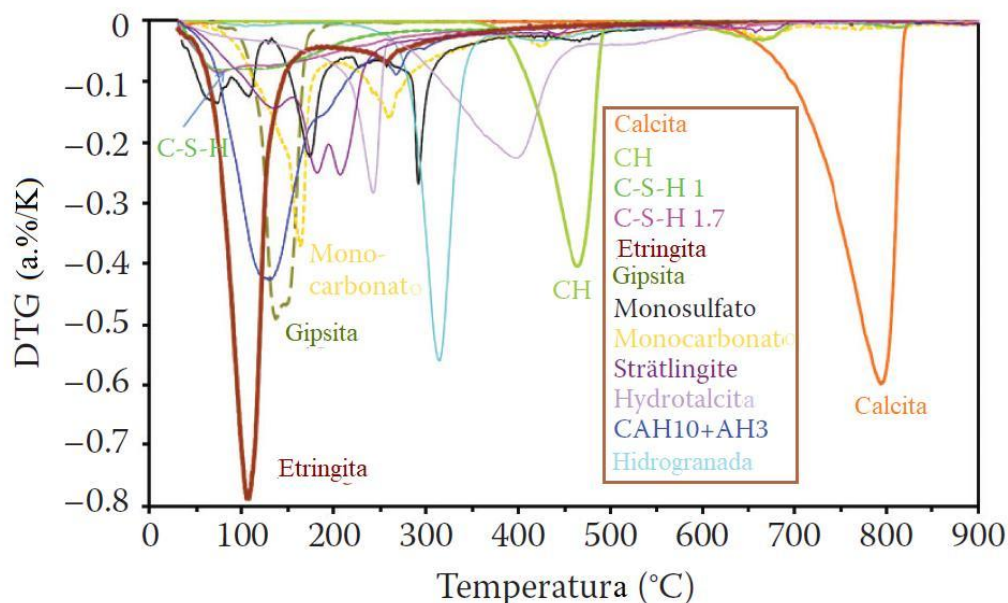
Na área da geologia, o indicador químico alizarina é utilizado para detectar a presença de carbonato de cálcio, o produto da carbonatação. A alizarina indica a presença de calcita, aragonita e vaterita pela coloração vermelha, enquanto que, na presença de magnésio, como é o caso da dolomita, o indicador não apresenta coloração (AYAN, 1965).

Juntamente com a utilização do indicador químico fenolftaleína, Kulakowski (2002), Werle et. al. (2011) e Sartori et. al. (2017) avaliaram amostras fotografadas através de um software. Werle et. al. (2011) determinaram o contorno da área de interesse e traçaram linhas paralelas e equidistantes somando 36 medidas de profundidade de carbonatação por corpo de prova. Sartori et. al. (2017) recomendaram a remoção da parte superior e inferior do corpo de prova, devido ao risco de diferença de porosidade causada pela exsudação durante a moldagem.

### 3.3.2 Análise termogravimétrica

A partir da termogravimetria (TG), obtém-se a DTG, que é a curva derivada da TG, de onde é possível verificar os picos de perda de massa e quantificar os elementos. A medida da perda de massa pela decomposição em temperaturas específicas permite calcular a quantidade de portlandita e calcita presentes, além dos outros produtos de hidratação do cimento, como o C-S-H, AFm e AFt (CASTELLOTE et. al., 2008; PHUNG et. al., 2015; SHAH et. al. 2018). Lothenbach et. al.(2016) apresentam os picos característicos das matrizes cimentícias na Figura 10. Neles, pode-se verificar, também, a temperatura de decomposição de cada elemento presente.

Figura 10 – Produtos de pastas de composições distintas através do DRX



Fonte: Lothenbach et. al. (2016)

Phung et. al. (2015) utilizaram o método do cálculo pela tangente para determinar as quantidades de CH e  $\text{CaCO}_3$  presentes nas pastas com fíler calcário estudadas. Adotaram picos de temperatura de 180 a 300°C para a decomposição do C-S-H, 400 a 500°C para a portlandita e 560 a 756°C na decomposição da calcita. Os resultados obtidos demonstraram que o hidróxido de cálcio ainda está presente nas zonas parcialmente carbonatadas. No entanto, apresentou diminuição do CH e acréscimo da calcita ao longo da profundidade da amostra, indicando uma frente de carbonatação sem nitidez.

Castellote et. al. (2008) avaliaram diferentes concentrações de gás carbônico e apontaram aumento na perda de massa com o aumento da concentração de  $\text{CO}_2$ . Ao mesmo tempo, a análise termogravimétrica aponta 60% a mais de perda de massa de carbonato nos últimos estágios da carbonatação do que o disponível pela reação entre CH e  $\text{CO}_2$ , evidenciando a contribuição de outros produtos hidratados na carbonatação.

Shah et. al. (2018) compararam a perda de massa de pastas não carbonatadas, submetidas à carbonatação acelerada e à carbonatação natural. Quando avaliada a decomposição do carbonato de cálcio, os autores ressaltam que não há uma temperatura exata para a descarbonatação. Contudo, podem indicar a presença de carbonato de cálcio amorfo ou pouco cristalino se decompondo a

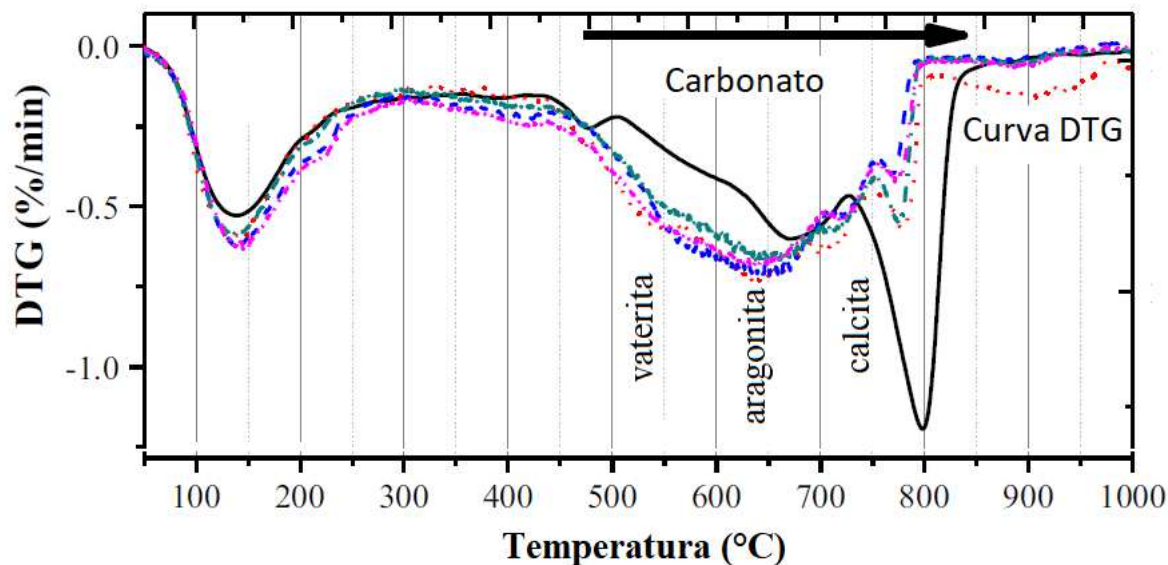
baixas temperaturas. Em função da menor estabilidade dinâmica, a vaterita e a aragonita se decompõem a temperaturas inferiores à calcita. No entanto, os autores sugerem uma dificuldade no cálculo de perda de massa dos polimorfos pela ausência de picos acentuados.

Com o intuito de avaliar o efeito da adição de filer calcário em pastas cimentícias submetidas à cura de CO<sub>2</sub>, Tu et. al. (2016) utilizaram o ensaio de TG para quantificar o carbonato de cálcio presente. Os autores apontam que a temperatura de decomposição do CaCO<sub>3</sub> ainda é um debate, mas delimitam a variação de 520°C a 950°C como adequada. O intervalo de 520 a 720°C é apontado como referente ao carbonato de cálcio pouco cristalino, relacionado à aragonita e à vaterita e 720 a 950°C relacionado ao carbonato de cálcio mais cristalino, calcita. O estudo sugere, ainda, que a incorporação de filer calcário não apenas estimula a formação de mais carbonato de cálcio, mas também melhora a estabilidade termodinâmica da calcita formada.

Wu e Ye (2017) utilizaram da termogravimetria para analisar a microestrutura em amostras carbonatadas de pasta de cimento com MCS. Os autores indicam que os picos entre 40°C e 400°C são normalmente relacionados à desidratação do C-S-H, carboaluminatos, AFm, AFt e água combinada. O monocarbonato é indicado em pico cerca de 180°C, a portlandita aparece entre 450 e 550°C e o carbonato de cálcio de 600 a 900°C de acordo com a bibliografia citada. Ao analisarem o carbonato de cálcio, os autores indicam a presença de aragonita na amostra, como sendo demonstrada pelo pico anterior a da calcita (Figura 11). Os autores pontuam que o início da liberação de CO<sub>2</sub> ocorre na mesma temperatura que a descarbonatação da portlandita e isso ocorre devido a presença de carbonato de cálcio amorfo. Além do pico da aragonita e da calcita, é citado um pico em temperatura inferior a ambos, referente à vaterita, porém esse pico não é óbvio.



Figura 11 – DTG de polímeros do carbonato de cálcio



Fonte: Adaptado de Wu e Ye (2017)

Como podemos verificar na Tabela 11, os autores elencam temperaturas de decomposições para a descarbonatação do calcário, que variam de 500°C a 950°C, e de decomposição da portlandita, de 380°C a 500°C. Todos apresentam a mesma taxa de aquecimento para o ensaio, de 10°C/min.

Tabela 11 – Revisão Bibliográfica da temperatura de decomposição

Autores	Ano	Temperatura de decomposição			Taxa de aquecimento
		CaCO <sub>3</sub>	Ca(OH) <sub>2</sub>	C-S-H, Afm e Aft	
Neves et. al.	2014	500°C - 750°C	380°C - 450°C	50°C - 200°C*	10°C/ min
Phung et. al.	2015	560°C - 765°C	400°C - 500°C	180°C - 300°C	10°C/ min
Tu et. al.	2016	520°C - 950°C	-	-	10°C/ min
Wu e Ye	2017	500°C - 825°C	450°C - 550°C	40°C - 400°C	10°C/ min
Shah et. al.	2018	700°C - 800°C	400°C - 500°C	30°C - 300°C	10°C/ min

\* referente a Aft

Fonte: Elaborado pela autora

Esses valores apresentam uma variação muito grande entre os autores, principalmente na descarbonatação das fases C-S-H, Afm e Aft. Referente ao carbonato de cálcio, a variação chega a aproximadamente 200°C, que é de grande relevância para os estudos. Portanto, verifica-se que não existe uma consolidação geral desses parâmetros para a análise dos ensaios.

### 3.3.3 Difração de raio X

A difração de raio X (DRX) é utilizada para verificar alterações na composição química e suas fases cristalinas em amostras carbonatadas e não carbonatadas. Com a utilização do refinamento de Rietveld, é realizada a quantificação dessas fases cristalinas e do conteúdo amorfo (PHUNG et. al., 2015; SHAH et. al., 2018).

Variando os estudos, percebemos que o pico relacionado a cada elemento também é modificado. Jang e Lee (2016) apresentam  $34,1^\circ$ , que se refere ao hidróxido de cálcio, e  $39,4^\circ$  para o carbonato de cálcio e Tu et. al. (2016) citam  $18^\circ$  e  $29,4^\circ$  para portlandita e calcita respectivamente. Phung et. al. (2015) confirmam um pico de calcita que foi formada durante a carbonatação em  $29,4^\circ$  e também relacionam esse pico mais acentuado com a substituição de 10% de calcário. Assim, o CH evidencia dois picos distintos,  $17,9^\circ$  e  $34,2^\circ$ .

Castellote et. al. (2008) assinalaram a presença de portlandita em amostras não carbonatadas ou submetidas à carbonatação natural e indicaram o pico em torno de  $34^\circ$ . Apontaram também um aumento na quantidade de calcita, com o acréscimo da concentração de  $\text{CO}_2$  e o desaparecimento da etringita, quando submetida às concentrações 10% e 100% de gás carbônico.

Soja et. al. (2017) observam uma diminuição na quantidade de CH maior para cimentos com adições do que puros. Após um mês de carbonatação, verificam 5% de diminuição para cimentos puros e quase 40% para cimentos com adições. Consequentemente, o oposto é observado para a quantidade de carbonato de cálcio presente e evidenciam que, nesse estágio, apenas o polimorfo calcita é formado.

A formação de vaterita é favorável quando o sistema apresenta baixa relação de  $\text{Ca}^{2+}/\text{CO}_3^{2-}$ , o que ocorre durante a carbonatação. Além disso, cristais de vaterita são formados pela carbonatação da etringita. (PHUNG et. al., 2015).

### 3.3.4 Microscopia de varredura eletrônica

A microscopia de varredura eletrônica (MEV) é utilizada para caracterizar as mudanças na microestrutura e permite a comparação da microestrutura de referência e a submetida a carbonatação (PHUNG et. al., 2015). O MEV pode estar ligado a outros equipamentos, como o BSE (Backscattered-Electron), conhecido com elétron retro espalhado. Utilizado nos estudos realizados por Phung et. al.

(2015) e Shah et. al. (2018), o BSE auxilia na distinção dos elementos presentes na mistura através dos níveis de cinza. A portlandita, C-S-H, carbonato de cálcio, poros e cimento anidro podem ser detectados.

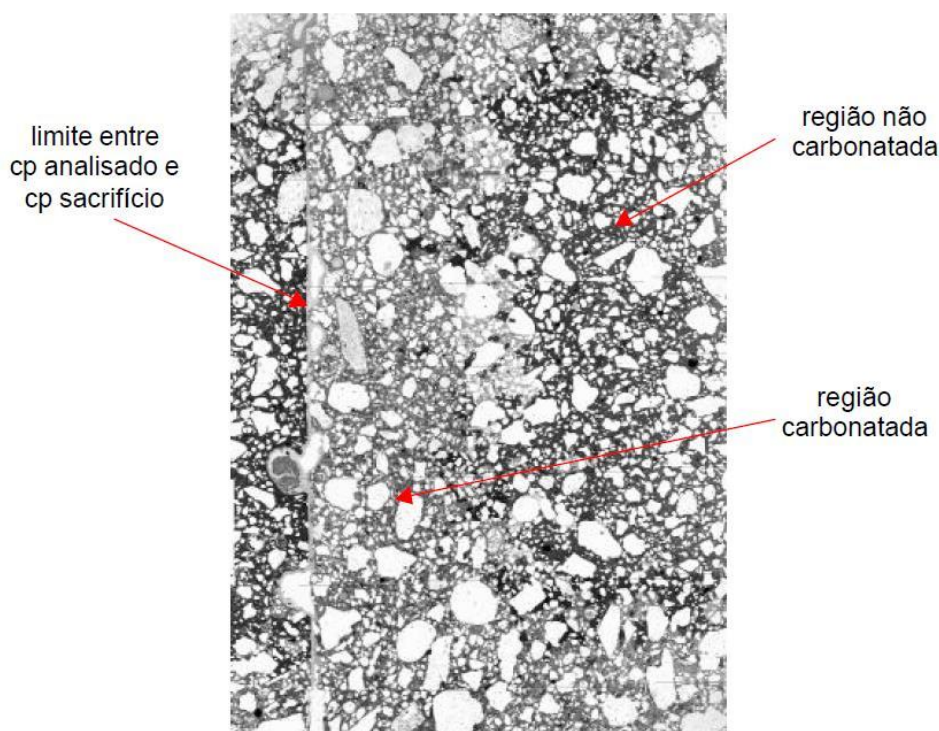
### 3.3.5 Análise Petrográfica

Em estudos de minerais e rochas, a utilização da petrografia é frequentemente utilizada para a caracterização microscópica de minerais, rochas e materiais diversos, por meio de suas propriedades óticas. Essa análise permite polarizar feixes de luz e avaliar a amostra de duas maneiras: luz refletida e luz transmitida. A petrografia com luz refletida é realizada em materiais opacos, já que recebe a luz e reflete. Na análise com luz transmitida, o material deve ser transparente e não-amorfo, deixando a luz atravessar. Para tal, ocorre a preparação de lâminas muito finas, de cerca de  $0,03\mu\text{m}$  (KULAKOWSKI, 2002).

O contraste da cor dos elementos presentes na pasta de cimento e do carbonato de cálcio permite sua distinção. Os elementos da pasta de cimento apresentam coloração escura sob a luz polarizada, por serem de estrutura cristalina opticamente isotrópica ou apresentarem amorfismo. No entanto, o carbonato de cálcio mantém a cor natural, pela sua configuração cristalina anisotrópica (KAZMIERCZAK; LINDENMEYER, 1996).

Kulakowski (2002) analisou amostras de argamassas carbonatadas por análise petrográfica. Utilizou lâminas com espessura final de  $10\mu\text{m}$  e gerou imagens com aumento de 6,52 vezes. Realizou uma composição de 34 imagens para gerar a Figura 12, na qual a região mais clara é referente à presença de carbonato e a mais escura à região não carbonatada. Utilizou um “corpo de prova de sacrifício” em virtude da etapa de desbastamento e polimento, na qual as bordas da amostra podem ser afetadas, sofrendo desgastes e alterações.

Figura 12 - Análise petrográfica de amostra carbonatada



Fonte: Kulakowski (2002)

### 3.3.6 Espectroscopia de reflectância

A espectroscopia de reflectância é uma técnica amplamente utilizada, com aplicações, por exemplo na caracterização de rochas, minerais, solos e vegetação. Porém as pesquisas desta técnica aplicada à construção civil ainda são superficiais. Os espectrorradiômetros podem medir a reflectância de materiais cristalinos e amorfos, detectando ondas espectrais do visível ao infravermelho. É uma técnica que avalia as feições de absorção através do comprimento de onda refletida pelas posições das bandas. Com isso é possível reconhecer diferentes composições químicas e até mesmo variações de concentração (GAFFEY, 1986; CLARK, 1999).

Clark (1999), aponta as ondas VNIR (do visível ao infravermelho) correspondentes ao intervalo de 0,4 a 1,0  $\mu\text{m}$ , indicando a presença de íon férrico, associado a óxidos e hidróxidos. Já o infravermelho de ondas curtas, caracterizado como SWIR, corresponde ao intervalo de 1,0 a 2,5  $\mu\text{m}$ , indicando feições das hidroxilas e carbonatos.

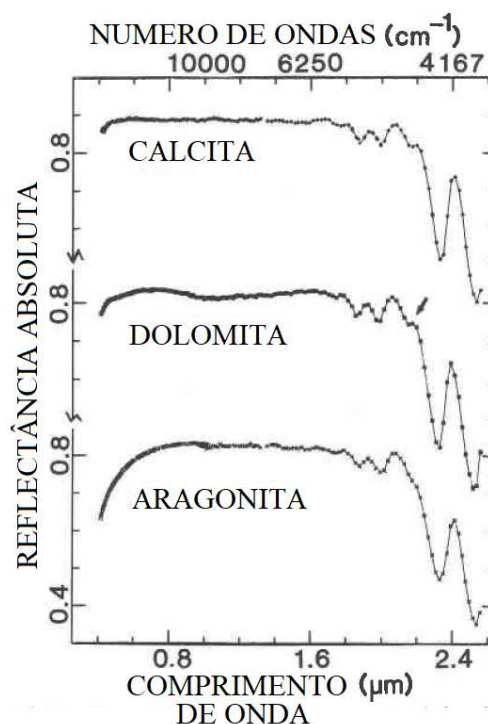
Ao avaliar-se um espectro, cada posição de banda representa um elemento característico. A presença de água é característica das bandas 1,4 e 1,9  $\mu\text{m}$

(SRIDHAR et. al., 2008; SCNEIDER DOS SANTOS et. al., 2015; VENQUIARUTO et. al., 2018). Os carbonatos apresentam suas particularidades próximas à banda 2,3 $\mu\text{m}$  (SRIDHAR et. al., 2008; SCHNEIDER DOS SANTOS et. al., 2015; VENQUIARUTO et. al., 2018; KOTTHAUS et. al., 2014), e a caulinita pode ser verificada através de uma absorção dupla na banda referente ao comprimento de onda de 2,2  $\mu\text{m}$  (CLARK, 1995). A presença de areia na amostra somente aumenta a reflectância total da curva, pois a presença de quartzo não modifica o comportamento espectral na região do VNIR e do SWIR (CLARK, 1995).

Gaffey (1986) diferencia a calcita, a aragonita e a dolomita por meio desse ensaio. O autor propõe a presença de pelo menos sete características de absorção na região entre 1,6 e 2,55  $\mu\text{m}$ , devido a processos vibracionais dos carbonatos. A posição e largura dessas bandas podem ser utilizadas para caracterizar cada material, como demonstrado na Figura 13.

Com relação ao ferro, existe uma divergência entre os autores, podendo ter picos entre 0,6 e 1,1  $\mu\text{m}$  e centrada aos 0,85  $\mu\text{m}$  (SRIDHAR, et. al., 2008) ou apresentar absorção entre 0,54 e 0,84  $\mu\text{m}$ , (BROOK; BEN-DOR, 2011). Essa diferença pode ocorrer devido a diferentes ions férricos analisados (FANTE, et. al., 2019).

Figura 13 - Espectroscopia de reflectância de carbonatos



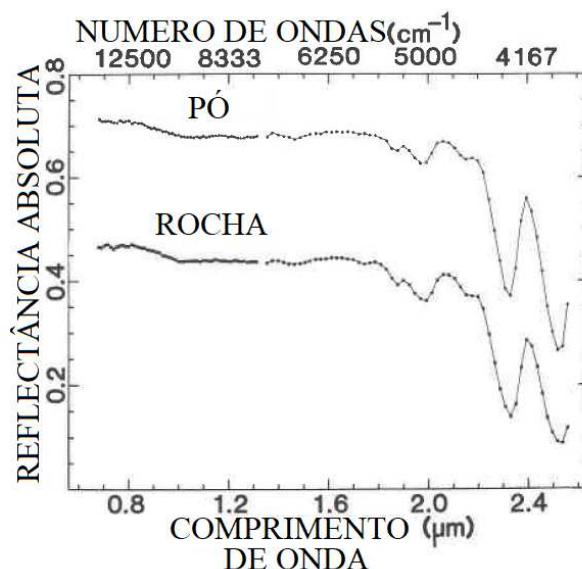
Fonte: Gaffey (1986)

Em estudos na área da engenharia civil, Zahiri et. al. (2018) classificaram concretos de acordo com a relação a/c para prever sua densidade através do método da espectroscopia. Schneider dos Santos et. al. (2015) utilizaram as bandas espectrais para diferenciar a resistência à compressão de materiais cimentícios. Por sua vez, Sridhar et. al. (2008) investigaram as características espectrais de concretos sob o efeito de diferentes tratamentos e curas. Ambos estudos foram satisfatórios e apontam a possibilidade da utilização do espectrorradiômetro em materiais cimentícios, com a finalidade de caracterização e controle dos materiais.

As modificações características de reflectância encontradas por esses autores são nas bandas 0,45, 1,38 e 1,85  $\mu\text{m}$  (SRIDHAR et. al., 2008). Com relação à hidratação do cimento, os autores observaram variação nas bandas entre 1,4 a 1,5  $\mu\text{m}$  e 1,85 a 2,15  $\mu\text{m}$ .

Os espectros podem ser obtidos através de amostras de qualquer forma, como: pós, superfícies rochosas quebradas, serradas ou polidas e areias. No entanto, quando a amostra é em pó, a reflectância é maior, como podemos verificar na Figura 14, que representa uma amostra de dolomita analisada por espectroscopia em pó e rocha.

Figura 14 – Espectroscopia de reflectância diferenciando o material



Fonte: Gaffey (1986)

### 3.3.7 Porosimetria por intrusão de mercúrio

O método mais utilizado para avaliar a porosidade nos estudos analisados é a porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM). Palm et. al. (2016) explicam que, apesar da porosidade não possibilitar muitas informações sobre as propriedades de transporte e microestrutura, é um parâmetro importante para propriedades mecânicas e elásticas do concreto. Os autores citam a existência de uma relação direta entre resistência à compressão e porosidade total do concreto. Além disso, relacionam a porosidade com a quantidade de água evaporada na mistura, indicando que uma redução do excesso de água acarreta uma menor porosidade e maior resistência mecânica.

Por não existir uma norma específica para estudo de carbonatação, há uma grande diversidade nas variáveis de estudo. Pauletti (2004) menciona que existem grandes lacunas e distinções nas variáveis adotadas para estudos de carbonatação e aponta a necessidade de padronização, com o intuito de possível comparação entre elas. O programa experimental foi proposto de acordo com os experimentos desenvolvidos por autores citados anteriormente.

## 4 METODOLOGIA

O presente capítulo detalha o programa experimental e ensaios seguidos para atingir os objetivos propostos no trabalho. Destacam-se os tópicos: planejamento dos experimentos, ensaios para caracterização de materiais, preparo, moldagem e armazenamento das amostras, assim como os ensaios realizados. Previamente. Foi desenvolvido ensaio piloto, que encontra-se no APENDICE A.

### 4.1 Planejamento dos experimentos

Para este estudo, foram empregues valores de **relação a/c** de 0,42, 0,50 e 0,58. Esses parâmetros visam uma melhor variação do excesso de água com relação à formação dos poros na matriz cimentícia sem que haja segregação ou exsudação. A relação a/c e não a/ligante foi adotada para uma melhor verificação do efeito inerte do fíler. John et. al. (2017) citam que se a relação a/ligante for constante, há um aumento na porosidade e redução na resistência mecânica com a incorporação de fíler calcário, assim, o efeito de diluição pode ser compensado reduzindo a relação a/c.

O **teor de substituição** foi adotado de acordo com o teor máximo de fíler calcário permitido por alguns países e calculado em massa. Foram utilizados: 15%, relacionado à China, Canadá e EUA, 25%, referente ao Brasil e à Argentina, e 35%, permitido na Europa e África do Sul (JOHN et. al., 2017; ABNT NBR16697:2018). Essa substituição do cimento pelo calcário foi realizada pela diferença do teor de calcita presente no cimento CP V. O cálculo do teor de calcita no cimento foi realizado pela análise térmica e resultou em 7,27%. Verificar APENDICE D para melhor esclarecimento do cálculo.

Combinando as variáveis de estudo referentes aos fatores selecionados, foram estabelecidas 12 misturas distintas. A Tabela 12 demonstra a combinação de variáveis e as nomenclaturas utilizadas.



Tabela 12 – Combinações de variáveis para o estudo

	REF	15%FC	25%FC	35%FC
0,42	42/R	42/15	42/25	42/35
0,50	50/R	50/15	50/25	50/35
0,58	58/R	58/15	58/25	58/35

Fonte: Elaborado pela autora

## 4.2 Materiais

Os materiais selecionados para esse estudo foram o cimento CP V, fíler calcário calcítico, aditivo superplastificante e areia. Esses materiais foram caracterizados fisicamente, mineralógica e quimicamente.

O cimento CP V-ARI foi definido, pois, segundo a NBR 16697 (ABNT, 2018), esse cimento possui de 0 a 10% de material carbonático, não contendo nenhum tipo de material pozolânico na sua composição. Portanto, o estudo não sofreu interferência de materiais distintos e foi centralizado na ação do fíler calcário no que tange à carbonatação.

O fíler calcário calcítico doado é oriundo de mineradora localizada na região Jacuí Centro, cidade de Vila Nova do Sul, Rio Grande do Sul. De acordo com o fornecedor, sua granulometria é inferior a 325 Mesh e seu fornecimento é em sacos de rafia.

O aditivo superplastificante de terceira geração, especificações no ANEXO A, foi utilizado para ajuste de consistência. O teor de utilização foi adotado de tal forma que a fração líquida empregada não alterasse a relação a/c da mistura. Além de estar de acordo com o ensaio de ponto de saturação do aditivo, especificado no APENDICE B.

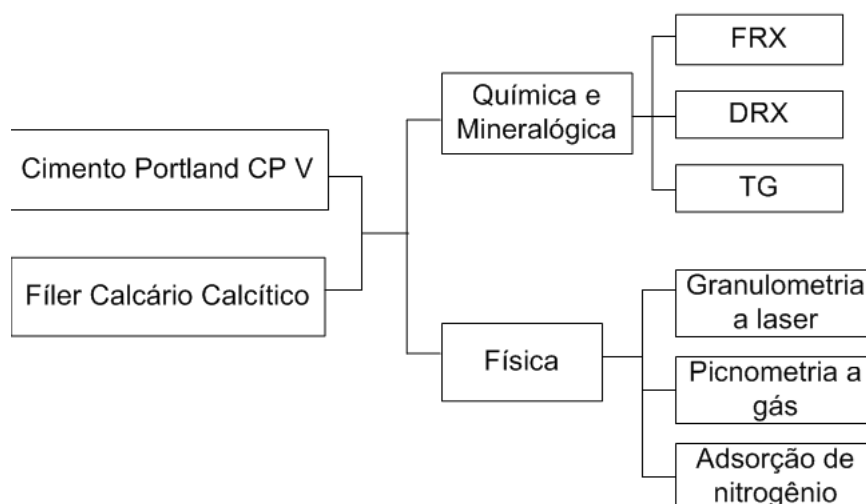
A areia utilizada para a produção das argamassas é quartzosa e proveniente do rio Jacuí. A água utilizada para os ensaios foi oriunda da rede pública de abastecimento de água do município de São Leopoldo- RS.

### 4.2.1 Caracterização dos materiais

A caracterização dos materiais foi dividida em materiais pulverulentos, cimento e fíler calcário, que tiveram a caracterização conforme Figura 15 e material

granular, areia. A caracterização da areia ocorreu através dos ensaios de massa específica, massa unitária e granulometria.

Figura 15 - Fluxograma da caracterização dos materiais pulverulentos



Fonte: Elaborado pela autora

A caracterização da areia ocorreu primeiramente com a determinação da granulometria para posterior composição da areia utilizada no estudo. Foram utilizadas duas areias médias para concluir uma composição adequada. O ensaio se deu conforme NBR NM 248 (ABNT, 2003). Outros ensaios realizados para a caracterização da areia foram os ensaios de massa específica (NBR NM 52, ABNT 2009) e massa unitária (NBR NM 45, ABNT 2006).

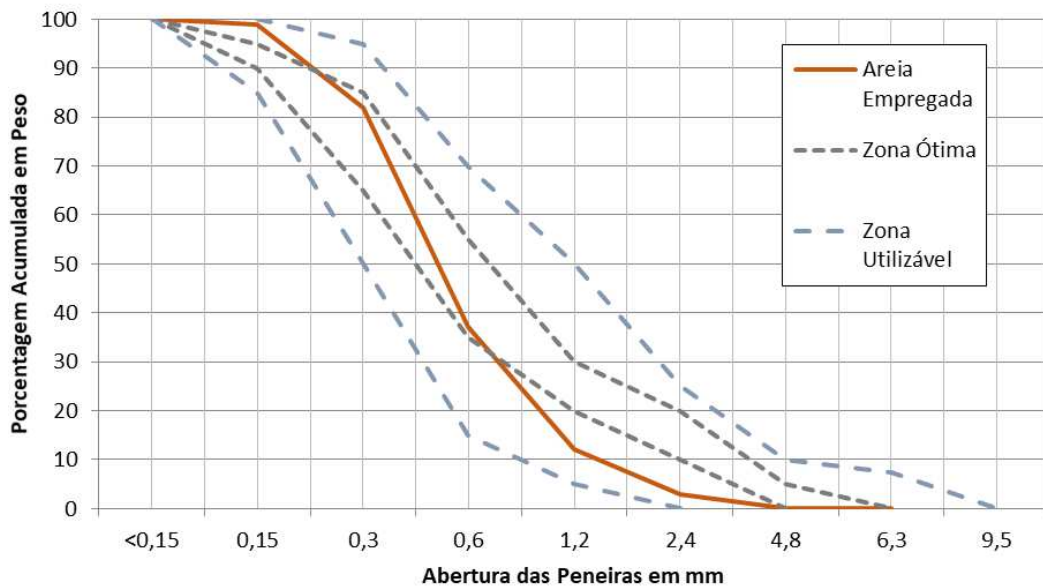
O ensaio de granulometria da areia resultou em módulos de finura de 2,59 e 2,18, portanto a areia composta ficou com módulo de finura intermediário, de 2,33, especificado na Tabela 13 e a curva granulométrica conforme Figura 16 onde verifica-se que a areia pertence a zona utilizável. De acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019), a areia composta é denominada como fina, por conter  $(97\pm 3)\%$  de porcentagem retida, em massa, na abertura nominal de malha 0,15.

Tabela 13 – Composição granulométrica da areia

Peneira	Areia Média 1			Areia Média 2			Areia Composta		
	Ret (g)	% Ret	Acum.	Ret (g)	% Ret	Acum.	Ret (g)	% Ret	Acum.
6,3	2,26	0,5%	0,5%	0,00	0,0%	0,0%	0,00	0,0%	0,0%
4,8	2,91	0,6%	1,0%	0,20	0,0%	0,0%	0,00	0,0%	0,0%
2,4	22,68	4,5%	5,6%	6,25	1,3%	1,3%	15,00	3,0%	3,0%
1,2	60,55	12,1%	17,7%	39,00	7,8%	9,1%	45,00	9,0%	12,0%
0,6	128,82	25,8%	43,4%	106,70	21,3%	30,4%	125,00	25,0%	37,0%
0,3	236,70	47,3%	90,8%	238,40	47,7%	78,1%	225,00	45,0%	82,0%
0,15	46,70	9,3%	100,1%	104,60	20,9%	99,0%	85,00	17,0%	99,0%
Fundo	1,64	0,3%	100,5%	4,85	1,0%	100,0%	5,00	1,0%	100,0%
soma	500,00	100,0%	359,1%	500,00	100,0%	318,0%	500,00	100,0%	333,0%
MF	2,59			2,18			2,33		
Dmáx	4,8			2,4			2,4		

Fonte: Elaborado pela autora

Figura 16 – Curva granulométrica da areia



Fonte: Elaborado pela autora

A massa unitária da areia foi obtida pelo cálculo citado na norma NBR NM 45 (ABNT, 2006), onde as variáveis resultaram em uma massa unitária de  $1,63 \text{ g/cm}^3$  de areia. E a massa específica da areia foi calculada através do ensaio realizado seguindo a norma NBR NM 52 (ABNT, 2009), resultando no valor de  $2,61 \text{ g/cm}^3$ . Ambos cálculos estão especificados no APENDICE B.

#### 4.2.2 Caracterização química e mineralógica dos materiais

Foi executado o ensaio de fluorescência de raio X (FRX), por dispersão de energia, com análise qualitativa e quantitativa. Identificando os elementos químicos dos materiais e estabelecida a concentração presente de cada elemento. Também foi realizado ensaio de perda ao fogo, de acordo com os parâmetros da NBR NM 18 (ABNT, 2012).

Para a análise do cimento, o ensaio foi realizado no laboratório de Caracterização e Valorização dos Materiais (LCVMat) da Unisinos. O equipamento utilizado na universidade para o ensaio de FRX é o modelo EDX 720 HS, marca Shimadzu.

O fíler calcário utilizado foi previamente caracterizado em estudo realizado por Fröhlich (2019). Foi analisado no Laboratório de Análises de Mineiras e Rochas (LAMIR) da UFPR, em equipamento Espectômetro PANalytical Axios Max, em pastilha fundida.

Fröhlich (2019) cita que houve a necessidade de diferentes preparações e técnicas de análise para as amostras avaliadas, cimento e fíler calcário, justificando assim, a utilização de diferentes laboratórios para cada material.

A quantidade de material carbonático presente no cimento interfere nos parâmetros de estudo. Portanto, com a finalidade de uma melhor caracterização do cimento, e ajuste do teor de carbonato de cálcio na mistura cimentícia estudada, foi realizado o ensaio de análise termogravimétrica (TG). A perda de massa devido à descarbonatação do carbonato de cálcio demonstrado na curva termográfica permitiu a quantificação.

Posteriormente, a quantidade de carbonato de cálcio presente nas pastas de cimento foram determinadas através da análise térmica. Utilizou-se a termobalança PerkinElmer, modelo STA 8000, e cadinhos de alumina, preenchidos por aproximadamente 20 mg de material. Empregou-se uma faixa de temperatura de 25 a 1020 °C e taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera de N<sub>2</sub>. Esse ensaio foi realizado no LCVMat – Laboratório de Caracterização e Valorização de Materiais – da Unisinos.

O ensaio de difração de raio X (DRX), foi realizado com a finalidade de determinar os compostos mineralógicos do cimento, complementando o FRX. Posteriormente utilizado em pastas de cimento, para a identificação dos compostos

formados pela hidratação do cimento e carbonatação. A preparação do material consistiu na moagem em gral de ágata, até que o material virasse um pó muito fino. O local de análise foi o IIT Fóssil - Instituto Tecnológico de Micropaleontologia da Unisinos- e o equipamento foi o difratômetro da marca PANalytical modelo Empyrean.

Como resultados dos ensaios para a caracterização química dos materiais, realizada pelo ensaio de FRX, está representada na Tabela 14, através dos óxidos mais estáveis.

Tabela 14 – Composição química dos materiais

Composto químico	Teores (%)	
	CPV	FC
Na <sub>2</sub> O	1,20	0,49
MgO	1,86	1,09
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,55	3,59
SiO <sub>2</sub>	16,51	12,67
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,92	0,12
SO <sub>3</sub>	2,10	ND
K <sub>2</sub> O	1,56	0,60
CaO	60,42	44,13
TiO <sub>2</sub>	0,51	0,24
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01	ND
MnO	0,15	0,06
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,21	1,70
ZnO	0,04	ND
SrO	0,36	0,12
L.O.I	7,59	35,18

Fonte: Elaborado pela autora

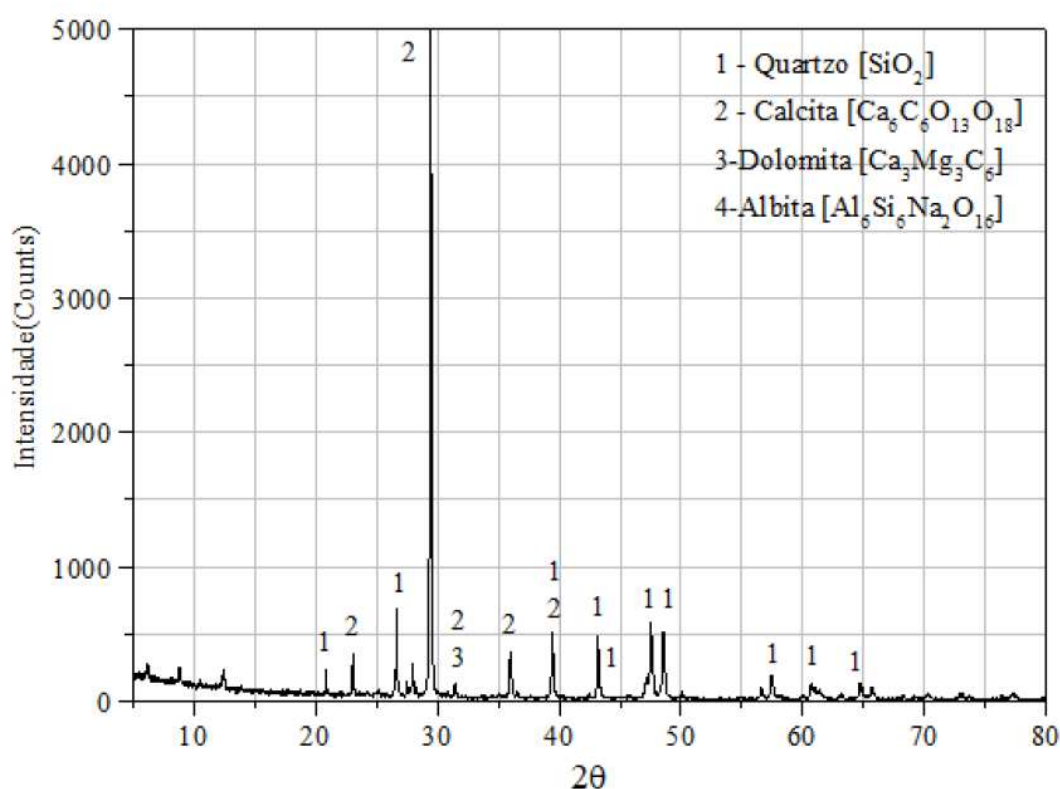
O óxido predominante no calcário, é o CaO, com 44,13%, que pode estar relacionado à presença de CaCO<sub>3</sub>. A perda ao fogo representou 35,18%, podendo representar a descarbonatação do calcário durante o ensaio. O fíler calcário utilizado é proveniente de estudo realizado por Fröhlich (2019), conforme já citado anteriormente. De acordo com a classificação de Bigarella (1956), foi caracterizado como calcário calcítico por apresentar teor de MgO < 1,1%.

Fröhlich (2019) estima a quantidade de carbonato de cálcio na amostra de fíler calcário pelo cálculo estequiométrico a partir da quantidade de CaO e pelo teor de calcita determinado no ensaio de TG. Como resultados, o cálculo apresentou 78,8% de CaCO<sub>3</sub> e a curva da análise térmica apontou 77,33%. Ambos resultados

apontaram valores superiores a 75% de carbonato de cálcio, estabelecido pela norma NBR 16697 (ABNT, 2018).

A Figura 17 apresenta o difratograma do filer calcário, identificando picos cristalinos de calcita e quartzo, apresentando coerência com os resultados do ensaio de FRX (Tabela 14) e TG, de acordo com Fröhlich (2019). A sílica presente nos calcários é comum e pode estar representada pela calcedônia ou quartzo microcristalino (ABRAHÃO, 1983).

Figura 17 - Difratograma do filer calcário



Fonte: Fröhlich (2019)

O cimento CP V utilizado no estudo apresentou 7,59% de perda ao fogo, valor superior a 6,5%, o máximo permitido pela NBR 16697 (ABNT, 2018), não atendendo a norma. Para os parâmetros de MgO e  $\text{SO}_3$ , o cimento atendeu a norma, indicando valores inferiores a 6,5 e 4,5, respectivamente. A quantidade de carbonato de cálcio presente no cimento foi de 7,27%, conforme detalhado no APENDICE C.

#### 4.2.3 Caracterização física dos materiais

Foi realizada a caracterização física dos materiais através das análises da área superficial, massa específica e dimensão das partículas. Todos os ensaios de caracterização física foram realizados na Unisinos, no Laboratório de Caracterização de Valorização de Materiais (LCVMat). A picnometria à gás hélio foi empregada para a determinação da massa específica. O picnômetro modelo Accupyc II 1340 da Micromeritics® foi utilizado.

O dimensionamento das partículas foi realizado pelo ensaio de granulometria por difração a laser. É de suma importância o preparo da amostra para esse ensaio. O solvente utilizado para a análise do cimento foi o álcool isopropílico, pois quando em contato com a água, o cimento inicia o processo de hidratação. A amostra de cimento foi submetida a ultrassom externo a 100W por 2 minutos. Não há a necessidade de nova agitação em ultrassom interno (FERNANDES, 2018). O equipamento para a realização desse ensaio é o Microtac modelo S3500.

Referente à área superficial, foi adotado o ensaio de superfície específica por adsorção de nitrogênio (BET), que permite a obtenção do valor da área superficial em  $m^2/g$ . O BET foi realizado com o equipamento TriStar II Plus da marca Micromeritics®.

Os resultados dos ensaios de caracterização física do cimento e o fíler calcário das análises da área superficial, massa específica e dimensão das partículas estão compilados na Tabela 15. Inicialmente, o fíler calcário possuía dois picos na análise granulométrica, indicando assim a necessidade de moagem. Após a moagem, realizada conforme Fröhlich (2019), foram obtidos os resultados finais de caracterização física.

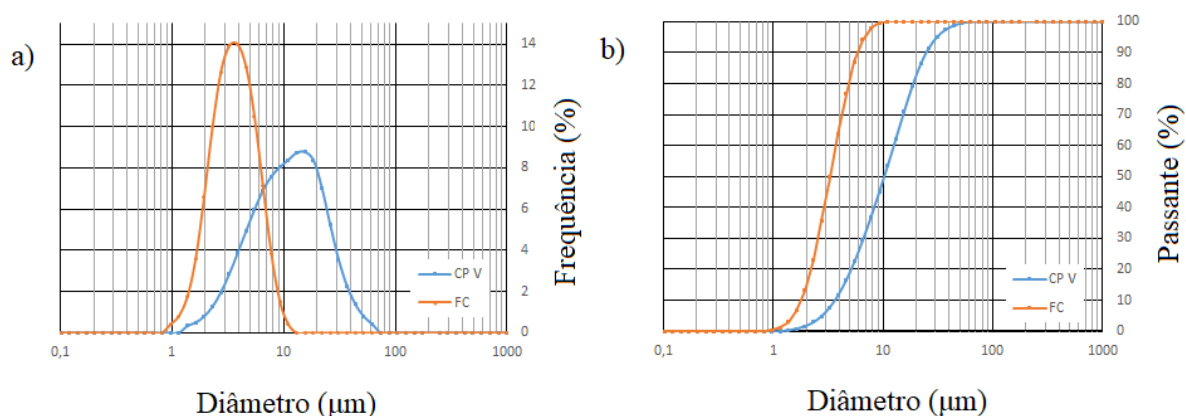
Tabela 15 – Caracterização física dos materiais

	CP V	FC
Área Superficial ( $cm^2/g$ )	16.464	33.491
Massa Específica ( $g/cm^3$ )	2,95	2,65
D10 ( $\mu m$ )	3,64	1,809
Análise granulométrica D50 ( $\mu m$ )	10,26	3,28
D90 ( $\mu m$ )	24,66	5,85
Dmédio ( $\mu m$ )	11,82	3,51

Fonte: Elaborado pela autora

Os efeitos do fíler, principalmente relacionados ao efeito de nucleação e efeito fíler, são mais eficientes quando o tamanho de partícula é inferior à do cimento, conforme citado no item 2. Portanto, seguiu-se o estudo de Fröhlich (2019), onde se dá uma grande importância para que os diâmetros dos materiais estudados fossem menores que o do cimento, resultando assim em uma curva granulométrica deslocada a esquerda da curva do cimento. Pode-se verificar esse deslocamento da curva do fíler calcário, para o presente estudo, na Figura 18.

Figura 18 – Granulometria dos materiais pulverulentos utilizados no estudo; a) Histograma de distribuição granulométrica e b) Curva granulométrica



Fonte: Elaborado pela autora

Ao observar-se o  $d_{50}$  do cimento, verifica-se que é um valor baixo, cerca de 10  $\mu\text{m}$ . Esse valor é característico de cimentos CPV, pois o aumento da finura eleva a reatividade a curto prazo.

#### 4.3 Preparo, moldagem e armazenamento das pastas

O fíler calcário passou pelo processo de cominuição, sua moagem se deu de acordo com estudo de Fröhlich (2019), para uma melhor curva granulométrica. Após a moagem, o fíler foi armazenado em embalagens plásticas.

Com o intuito de quantificar o carbonato de cálcio proveniente do fíler calcário e o carbonato de cálcio originário da carbonatação além de avaliar os produtos da hidratação e carbonatação, foram realizadas pastas para análises. Essas pastas foram determinadas para ensaios como TG, DRX e espectroscopia de reflectância. O preparo para ambas as pastas foi equivalente, embora as pastas para o ensaio de



espectroscopia de reflectância abrangeram menos variáveis de estudo, a fim de observar somente a carbonatação e não relacionar a mesma com a porosidade.

A mistura dos materiais secos utilizados, cimento e fíler calcário, ocorreu em embalagens plásticas, com a homogeneização manual por 40 segundos após a pesagem dos mesmos. A preparação das pastas ocorreu em sala climatizada, temperatura de  $21^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e umidade relativa de  $60\% \pm 10\%$ , localizada no Laboratório de Materiais de Construção (LMC) da Unisinos.

A mistura das pastas foi realizada em um mixer adaptado de uma Tupia Modelo RT 0700c marca Makita, com hélice tipo “Cowles” de 35mm de diâmetro, haste e copo metálico. A velocidade da mistura foi de 10.000 rpm, correspondente a menor velocidade do equipamento. Utilizando o mesmo processo descrito por Fröhlich (2019), onde cita que a escolha desse processo ocorreu para melhorar as condições de mistura da pasta e uma maior velocidade pode proporcionar a quebra de partículas aglomeradas e dispersão do cimento, visto que esse processo é inibido pela falta de areia na mistura.

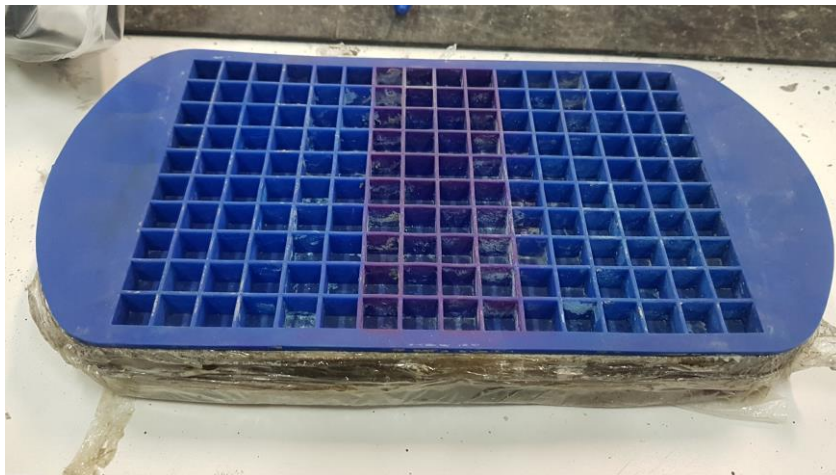
O processo de mistura realizou-se com 200 g de material seco através das etapas. Iniciou-se pesando a água e o aditivo e introduzindo-os no copo metálico. O cronômetro foi iniciado com a inserção do cimento no copo. Pelo período de 30 segundos houve a homogeneização manual com a utilização da haste metálica. Nos próximos 20 segundos ocorreu a raspagem lateral do material no copo para então haver o encaixe no mixer e acionamento do equipamento, até completar 120 segundos de processo de mistura. Finalizando com 2 minutos de mistura total.

As pastas para ensaio de TG e DRX foram ajustadas de acordo com o espalhamento da pasta de referência com maior relação a/c, com a incorporação de aditivo superplastificante e limite de espalhamento de  $\pm 10\text{mm}$  (FERNANDES, 2018). O miniabatimento de tronco de cone de Kantro foi utilizado para determinação da consistência e conseqüentemente, o teor de aditivo utilizado. O ensaio é realizado através do preenchimento do cone com a pasta de cimento, sobre uma placa de vidro com papel milimetrado. Com a retirada do cone, a pasta apresenta um espalhamento específico, que é medido em três diâmetros, obtendo-se a média do diâmetro.

O molde utilizado para os ensaios de TG e DRX foram uma bandeja de gelo de silicone, com suporte de madeira para evitar maiores movimentações e disformidades. Os corpos de prova foram delimitados como cúbicos, de aresta igual

a 1 cm (Figura 19). O adensamento ocorreu através de 10 batidas nas laterais da forma, para a remoção das bolhas de ar.

Figura 19 – Molde cubico para ensaio em pastas de cimento



Fonte: Elaborado pela autora

As amostras para o ensaio de espectroscopia de reflectância passaram pelo mesmo processo de mistura. No entanto não foi utilizado aditivo superplastificante, devido ao desconhecimento da sua reflectância. Os parâmetros foram fixados, com relação a/c de 0,48 e realizado, além das misturas com fíler calcário, utilizou-se clínquer puro e hidróxido de cálcio P.A. Os moldes utilizados para esse ensaio foram delimitados pelo diâmetro de leitura do equipamento. Portanto, utilizou-se tubos de PVC de diâmetro de 25,4mm, ou uma polegada, e altura de 5 cm, vedados no fundo com um disco de borracha de 3,5mm de espessura e com corte longitudinal para permitir o desmolde, selados com fita. A moldagem foi em camada única com adensamento durante 15 segundos em potência baixa do agitador de peneiras da marca Bertel, máquina 1204 e série 9704, para a retirada das bolhas de ar.

Ambas as amostras permaneceram em cura úmida por 24 horas, até o desmolde. Após foram armazenadas em cura saturada, devidamente identificadas até completar o período de 28 dias.

#### **4.4 Preparo, moldagem e armazenamento das argamassas**

O preparo das argamassas baseou-se, primeiramente na composição granulométrica da areia. Foi delimitada uma granulometria de areia, retirada de uma areia existente, como base para todas as argamassas. Portanto, a areia foi separada

e composta novamente, a fim de assegurar que todas as argamassas possuíssem a mesma distribuição granulométrica.

A mistura mecânica das argamassas ocorreu de acordo com a norma técnica, NBR 7215 (2019) com o acréscimo de tempo de mistura de três minutos, sendo eles, 30 segundos de mistura a mão, seguidos de 60 segundos de mistura rápida, 30 segundos de mistura a mão novamente e 60 segundos de mistura rápida. Isso ocorreu para que o aditivo apresentasse mais ação com relação a argamassa.

O índice de consistência de cada argamassa foi medido de acordo com a NBR 7215 (2019) e ajustado com auxílio do aditivo superplastificante de acordo com a referência da argamassa com maior relação a/c. Em casos onde a consistência não se deu conforme necessário, utilizou-se o teor máximo de aditivo permitido, conforme calculado no APENDICE A.

Os moldes para o ensaio de resistência à compressão baseiam-se na NBR 7215 (ABNT, 2019), com diâmetro de 50mm e altura de 100mm. A mistura foi composta de uma parte de materiais finos (cimento e filer calcário) para duas partes de areia, em massa (NBR 7215, ABNT, 2019).

Segundo Kulakowski (2002), corpos de prova cilíndricos podem distorcer a profundidade de carbonatação real, visto que a penetração do gás carbônico ocorre no sentido do diâmetro e em CPs cilíndricos os vetores podem se somar. Portanto, para o ensaio de carbonatação, os corpos de prova (CP) tiveram como base o estudo de Kulakowski (2002), que recomenda corpos de prova prismáticos de 40 x 40 x 160mm, propiciando obter-se fatias. A mistura ocorreu correspondentemente aos corpos de prova utilizados para o ensaio mecânico, com o ajuste de consistência já realizado.

Ambos corpos de prova permaneceram em cura úmida por 24 horas até a desforma. Posteriormente foram direcionados para cura saturada com cal pelo período de 28 dias.

#### **4.5 Sazonamento**

A fim de obter-se a mesma umidade relativa em todos os corpos de prova, para o ensaio de carbonatação acelerada, cada corpo de prova passou pela etapa de sazonalamento.

Para as argamassas, o sazonalamento foi baseado no método da Rilem TC 116-PCD (1999), onde primeiramente foi estabelecido um parâmetro de perda de umidade total em cada combinação. Um corpo de prova de cada mistura foi acondicionado em estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , até constância de massa. Com base nesse resultado, estimou-se a perda de massa necessária para que a umidade relativa interna do CP seja de  $60 \pm 5\%$  (WERLE, 2010; SARTORI, 2013).

O cálculo para a obtenção do total de água evaporável deu-se da seguinte forma:

- I. Aos 28 dias de cura, um traço de cada foi seco superficialmente com pano e registrado a sua massa;
- II. Os corpos de prova foram postos em uma estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  e realizou-se pesagens em intervalos de 24 horas;
- III. Foram comparadas as pesagens nos intervalos de 24 horas;
- IV. A pesagem foi interrompida quando as leituras consecutivas apresentaram diferença inferior a 0,5g no intervalo de 24 horas;

A quantidade total de água evaporável então pode ser calculada através da equação (Equação 5).

$$We = m_0 - m_d \quad (\text{Equação 5})$$

Onde:

$We$  = quantidade de água evaporável (g);

$m_0$  = massa do corpo de prova ao final da cura (g);

$m_d$  = massa do corpo de prova após a secagem (g).

- V. A concentração de água evaporável foi calculada com a Equação 6.

$$we = \frac{We}{m_d} \quad (\text{Equação 6})$$

Onde:

$we$  = teor de água evaporável (%);

- VI. Calculou-se a perda de água, em gramas, de cada corpo de prova. A fim de atingir umidade de 60%, através da Equação 7.

$$Ws = 0,4 * we * m_0 \quad (\text{Equação 7})$$

Onde:

$Ws$  = quantidade de água a ser perdida para cada corpo de prova (g);

Após o processo de cura, os corpos de prova que foram submetidos à carbonatação acelerada passaram pela etapa de pré-secagem, que consiste no ajuste da umidade interna. Para que a perda de umidade interna seja referente a 40%, os corpos de prova foram acondicionados em estufa a 50°C, até atingirem a perda de massa relacionada a umidade interna de 60% ou quando a perda foi superior, houve a aspersão de água para que atinja o valor conforme Equação 8 (RILEM TC 116-PCD, 1999).

$$m_s = m_0 - W_s \quad (\text{Equação 8})$$

Onde:

$m_s$  = massa equivalente à perda de 40% de umidade (g);

$m_0$  = massa do corpo de prova ao final da cura (g);

$W_s$  = quantidade de água a ser perdida (g).

Devido à perda de massa proporcionada pela estufa ocorrer somente na com maior intensidade na superfície, os corpos de prova foram selados em embalagem impermeável para distribuição da umidade interna, a fim de não haver troca de umidade com o ambiente (Figura 20). As embalagens permaneceram em sala climatizada, com temperatura e umidade constante por 35 dias. A Figura 21 ilustra as etapas descritas a cima.

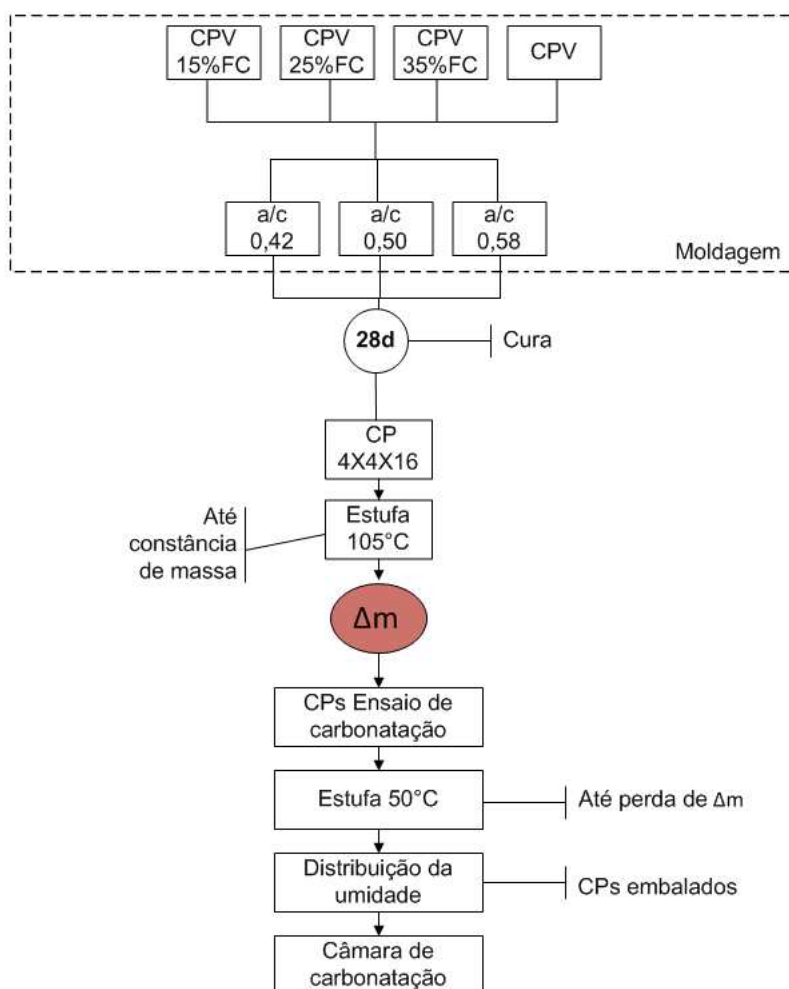
O sazonalamento das pastas ocorreu de tal forma que as amostras ficaram expostas a ambiente climatizado, com temperatura e umidade controladas ( $T = 21^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  e  $\text{UR} = 60\% \pm 10\%$ ) no qual a pesagem das mesmas ocorria a cada 24 horas. As amostras permaneceram pelo tempo suficiente para que a umidade da amostra equivalesse à umidade do ambiente, não excedendo o período de 14 dias.

Figura 20 - Embalagem para distribuição de umidade relativa



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 21 – Esquema ilustrativo do pré condicionamento



Fonte: Elaborado pela autora

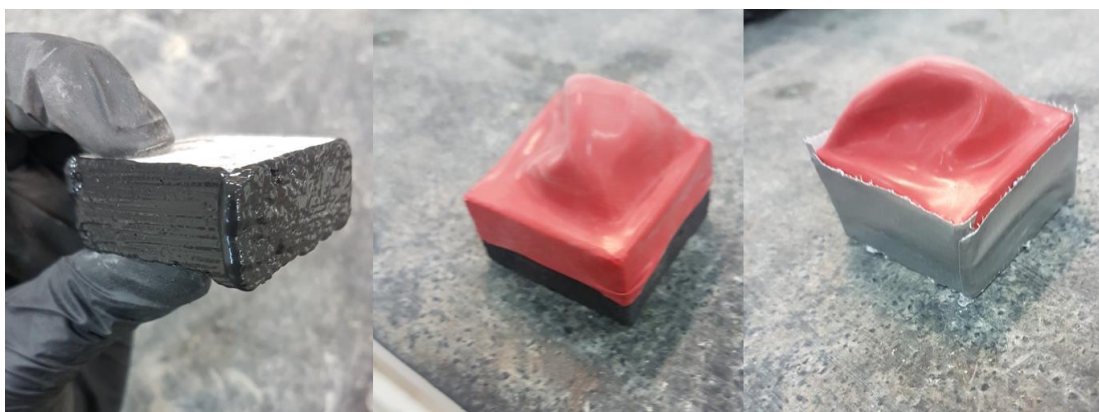
#### 4.6 Ensaio de resistência à compressão axial

O ensaio de compressão axial ocorreu conforme NBR 7215 (ABNT, 2019), com corpos de prova de diâmetro 50mm e altura 100mm. Foram medidos os corpos de prova, capeados e rompidos aos 28 dias na prensa Emic modelo PCE 100. Foram realizadas seis amostras para cada traço em moldagem aleatória.

#### 4.7 Ensaio de absorção de água

O ensaio de absorção de água por capilaridade baseou-se na norma Rilem TC 116-PCD (1999) e foi executado em sala climatizada. Os corpos de prova utilizados foram de 40 x 40 x 20 mm, três unidades por traço, retirados dos corpos de prova de 40 x 40 x 160, eliminando das extremidades. Todas as amostras foram mantidas em estufa a 50°C até estabilização de massa. Após foram acondicionados em dessecador, sem contato com a umidade, para a estabilização da temperatura. Utilizou-se tinta emborrachada para pintar as laterais dos corpos de prova, assim como a fita “silver tape” e colocado um balão na parte superior, para que não houvesse interferência da umidade externa (Figura 22). Werle (2009) cita que a maleabilidade do látex do balão propicia espaço para a expulsão do ar através da absorção de água na amostra.

Figura 22 – Preparação das amostras para ensaio de absorção de água

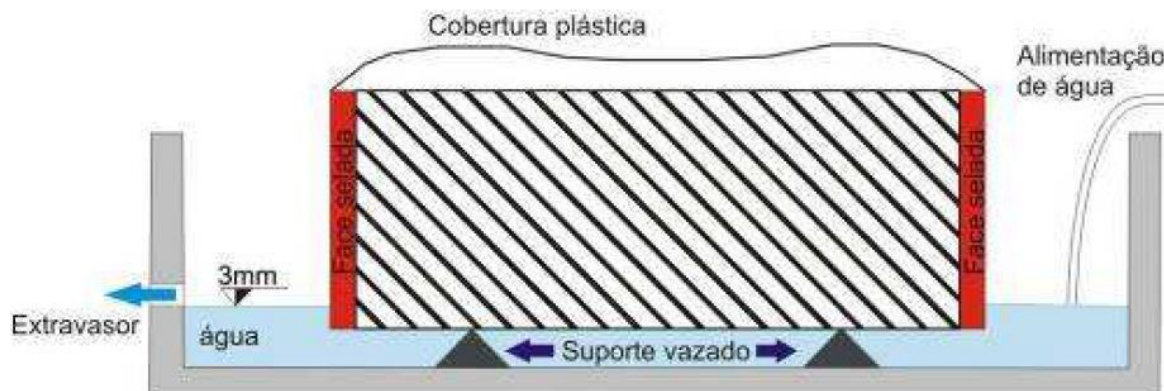


Fonte: Elaborado pela autora

Para o ensaio utilizou-se uma bandeja devidamente preparada com um extravasor lateral e suporte vazado para que a amostra absorvesse água e permanecesse em constante contato com uma lâmina de 3mm de água. Essa lamina foi alimentada

através de um tonel de água, com uma torneira para regulação, conforme demonstrado na Figura 23 e Figura 24.

Figura 23 – Método de absorção por capilaridade - Rilem TC 116 PCD



Fonte: Werle, 2009

Figura 24 – Ensaio de absorção de água



Fonte: Elaborado pela autora

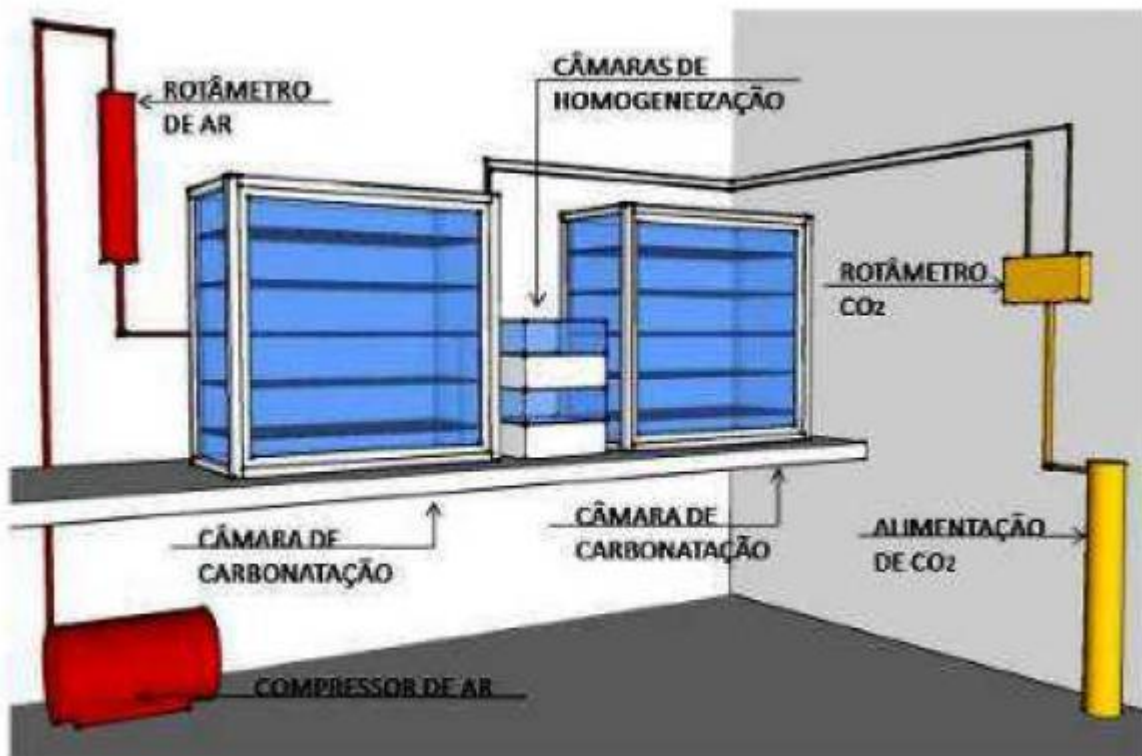
As pesagens das amostras ocorreram nos seguintes intervalos: seco, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 30 e 60 minutos, 2, 3, 4, 5, 6, 24, 48, 72 e 96 horas (WERLE, 2009). Para essa pesagem, as amostras eram retiradas da água, secas superficialmente com um pano úmido, somente para a remoção do excesso de água.



#### 4.8 Ensaio de carbonatação acelerada

O ensaio de carbonatação acelerada ocorreu após a etapa de sazonalização e foi realizado em câmara de carbonatação, localizada no Laboratório de Materiais da Unisinos, ilustrada na Figura 25. Os ensaios de carbonatação acelerada não apresentam parâmetros fixos, portanto, esse estudo baseou-se em Sartori (2013). Como parâmetros fixos, foram utilizados 3% de  $\text{CO}_2$ , umidade relativa de  $60\pm 5\%$  e temperatura de  $(20\pm 5)^\circ\text{C}$ . A câmara de carbonatação é abastecida por ar capturado do meio externo e gás carbônico proveniente de cilindros.

Figura 25 – Câmara de carbonatação para ensaio acelerado



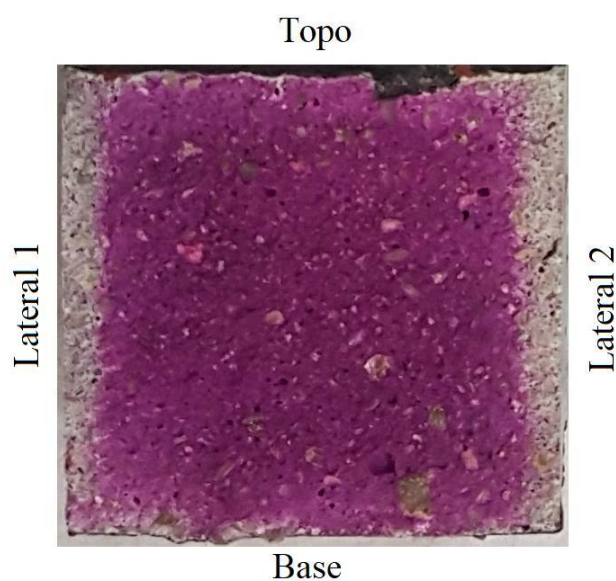
Fonte: Werle (2010)

Referente ao tempo de exposição ao  $\text{CO}_2$  na câmara de carbonatação, foram considerados 7, 28, 63 e 91 dias, equivalente a 1, 4, 9 e 13 semanas (WERLE, 2010). As amostras foram isoladas no topo e na base, assim como na frente e atrás da amostra, a fim de que o gás carbônico penetre somente nas laterais. Foi utilizada tinta emborrachada para esse selamento.

Para cada mistura, um corpo de prova foi rompido em prensa manual, nas idades definidas. Ocorreu a aspersão com o indicador químico fenolftaleína, 1%,

para a determinação do pH da amostra, conseqüentemente indicando as zonas carbonatadas. Foram observadas e avaliadas duas frentes de carbonatação para cada traço, sendo uma em cada lado da amostra, conforme mostra a Figura 26. Para caracterizar a frente de carbonatação, foram realizadas 3 medidas individuais em cada face.

Figura 26 – Avaliação das zonas carbonatadas



Amostra - a/c 0,58 35%FC  
28 dias de carbonatação acelerada

Fonte: Elaborado pela autora

#### 4.9 Métodos de determinação da carbonatação

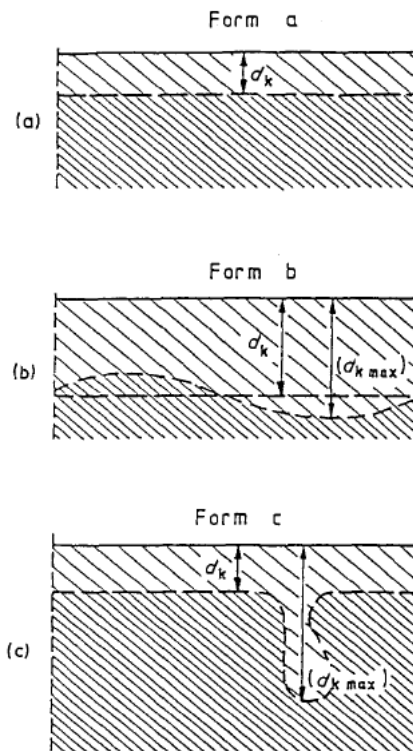
Neste estudo, a carbonatação foi avaliada através de diferentes métodos de ensaio, como análise com fenolftaleína, DRX, TG, espectroscopia de reflectância e análise petrográfica.

##### 4.9.1 Profundidade de carbonatação com fenolftaleína

A medida de profundidade de carbonatação foi baseada na norma proposta pela Rilem CPC-18 (1988), que utiliza a fenolftaleína como indicador de pH. A solução de 1% de fenolftaleína dissolvida em 70% de álcool etílico foi utilizada e, quando aspergida, modifica a coloração da área com pH acima de 9.

A referida norma recomenda a medição da profundidade de carbonatação após 24 horas de aspersão. No entanto, foi realizada após a secagem ou em no máximo uma hora, já que a coloração perde a intensidade no período de 24 horas, dificultando a medição. As medidas foram baseadas nas definições de profundidade de carbonatação da norma, de acordo com a Figura 27. Na maior parte dos casos foi utilizada a delimitação conforme figura (b) e realizada a média dos valores.

Figura 27 - Delimitações da profundidade de carbonatação



Fonte: Rilem CPC-18 (1988)

Para o cálculo do coeficiente de carbonatação foi utilizada a Equação 9.

$$ec = k\sqrt{t} \quad (\text{Equação 9})$$

Onde:

$ec$  = profundidade carbonatada;

$t$  = tempo de exposição;

$k$  = constante

#### 4.9.2 Difração de Raio X

O DRX foi utilizado para identificar a presença de portlandita e carbonato de cálcio, bem como quantificar as fases cristalinas em composições carbonatadas e não carbonatadas. Foram analisadas pastas com relação a/c de 0,42 e 0,58, com todas as combinações propostas. O equipamento utilizado foi o difratômetro da marca Panalytical, modelo Empyrean do itt Fossil, Unisinos. Os parâmetros de ensaio utilizados consistiram em utilização de uma fonte de cobre, com um intervalo angular com variação de 5 a 80°, tensão de operação de 40kV e corrente de 40mA, passo de 0,0131° e tempo de 157,845s em cada passo.

#### 4.9.3 Análise termogravimétrica

A análise termogravimétrica (TG) permite verificar o hidróxido de cálcio e o carbonato de cálcio em misturas carbonatadas e não carbonatadas, assim como a verificação da formação dos polimorfos formados. O ensaio de TG foi realizado para amostras não carbonatadas e submetidas a carbonatação acelerada com relação a/c de 0,42 e 0,58.

Após o período pré-determinado de cura e/ou carbonatação, as pastas foram moídas em gral de ágata, sem outros processos, pois a avaliação é somente qualitativa

A taxa de aquecimento utilizada foi de 10°C/min, com intervalo de 25 a 1020°C, com a utilização de cadinho de alumina em ambiente de nitrogênio.

#### 4.9.4 Espectroscopia de reflectância

O equipamento utilizado para esta análise é o espectrorradiômetro spectral evolution SM-3500, disponível no laboratório de sensoriamento remoto e cartografia digital (LASERCA) da Unisinos. Esse equipamento é portátil, de bancada, com suporte para leituras com amostras inteiras ou pulverizadas. Sendo assim, o material avaliado fica em contato direto com o equipamento.

Anteriormente a cada leitura de amostra, realiza-se a leitura de uma amostra de referência, com 100% de reflectância. O espectrorradiômetro fornece leituras

rápidas, levando aproximadamente 2 segundos para obter a medida de cada mistura. São detectados 1024 bandas espectrais na faixa de 0,35  $\mu\text{m}$  a 2,5  $\mu\text{m}$ .

As pastas avaliadas tiveram a relação a/c fixada em 0,48, foram medidas em intervalos equivalentes aos outros ensaios e a carbonatação acelerada se deu com 3% e 100% de  $\text{CO}_2$ . Houve essa variação na concentração de gás carbônico para a possível identificação de produtos diferentes de carbonatação.

## 5. ANÁLISE DOS RESULTADOS

O presente capítulo apresenta os resultados dos ensaios propostos, assim como as discussões sobre eles.

### 5.1 Ensaio de resistência à compressão axial

Os valores médios de resistência à compressão foram tratados de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019) e estão compilados no APENDICE D, juntamente com desvio padrão, e desvio relativo. O desvio relativo máximo foi considerado de 6%, sendo recalculado quando ultrapassasse esse valor, seguindo a norma. Os valores potenciais estão apresentados na Tabela 16.

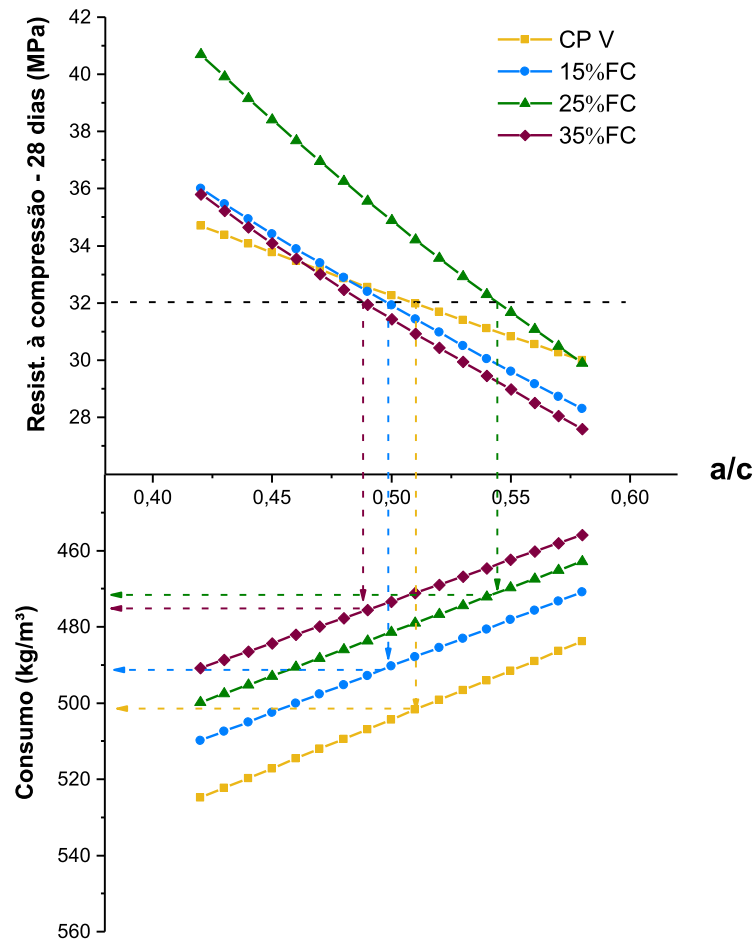
Tabela 16 – Resultados potenciais da resistência à compressão aos 28 dias

a/c	CPV	15% FC	25% FC	35% FC
0,42	34,7	37,6	40,7	35,7
0,50	33,3	33,6	32,5	28,8
0,58	30,0	28,3	29,9	27,6

Fonte: Elaborado pela autora

A Figura 28 apresenta o gráfico da relação a/c em comparação com o consumo de cimento e o valor potencial de resistência. Visto que o material incorporado ao cimento é um material cimentício suplementar conhecido, foi adotado o valor potencial, retirando-se os valores fora do desvio relativo.

Figura 28 – Gráfico de Abrams



Fonte: Elaborado pela autora

Ao ser analisado o gráfico de Abrams, observa-se que quando há uma substituição de 25% de cimento por fíler calcário, a resistência apresenta-se superior às outras misturas, independente da relação a/c. Outro fator observado é que para uma mesma resistência, com substituição de 25% há uma redução do consumo de cimento de 6% com relação ao referênciã, CPV, mostrando-se adequado para utilização.

Na comparação das misturas para 32 MPa, verifica-se que o consumo de cimento é maior quando não há fíler calcário além do presente no cimento. Os 15% de fíler calcário apresentaram uma menor relação a/c, menor porosidade para uma mesma resistência. E quando se tem 25% de calcário na mistura, há um menor consumo de cimento, para a resistência de 32 MPa.

A partir do estudo pela modelagem de acordo com Abrams, foi determinada a equação da curva de Abrams para cada teor de fíler calcário, bem como o R<sup>2</sup>,

através do  $f_c$  calculado e o  $f_c$  observado. Como resultado, para porcentagens de 25% de fíler calcário, ou inferiores, o modelo consegue explicar valores com ajuste matemático superior a 93%. E quando há 35% de fíler calcário na mistura, o  $R^2$  apresenta um resultado de 88%. Todos esses dados estão englobados na Tabela 17.

Tabela 17 – Dados da curva de Abrams

Teor	a/c	fc pot. (MPa)	equação da curva de Abrams	$R^2$
CPV	0,42	34,69	LOG(fc)= 1,71 - 0,40 * a/c	0,9387
	0,50	33,28		
	0,58	30,02		
15%	0,42	37,63	LOG(fc)= 1,83 - 0,65 * a/c	0,9394
	0,50	33,56		
	0,58	28,25		
25%	0,42	40,72	LOG(fc)= 1,96 - 0,84 * a/c	0,9405
	0,50	32,54		
	0,58	29,94		
35%	0,42	35,77	LOG(fc)= 1,85 - 0,71 * a/c	0,8823
	0,50	28,77		
	0,58	27,59		

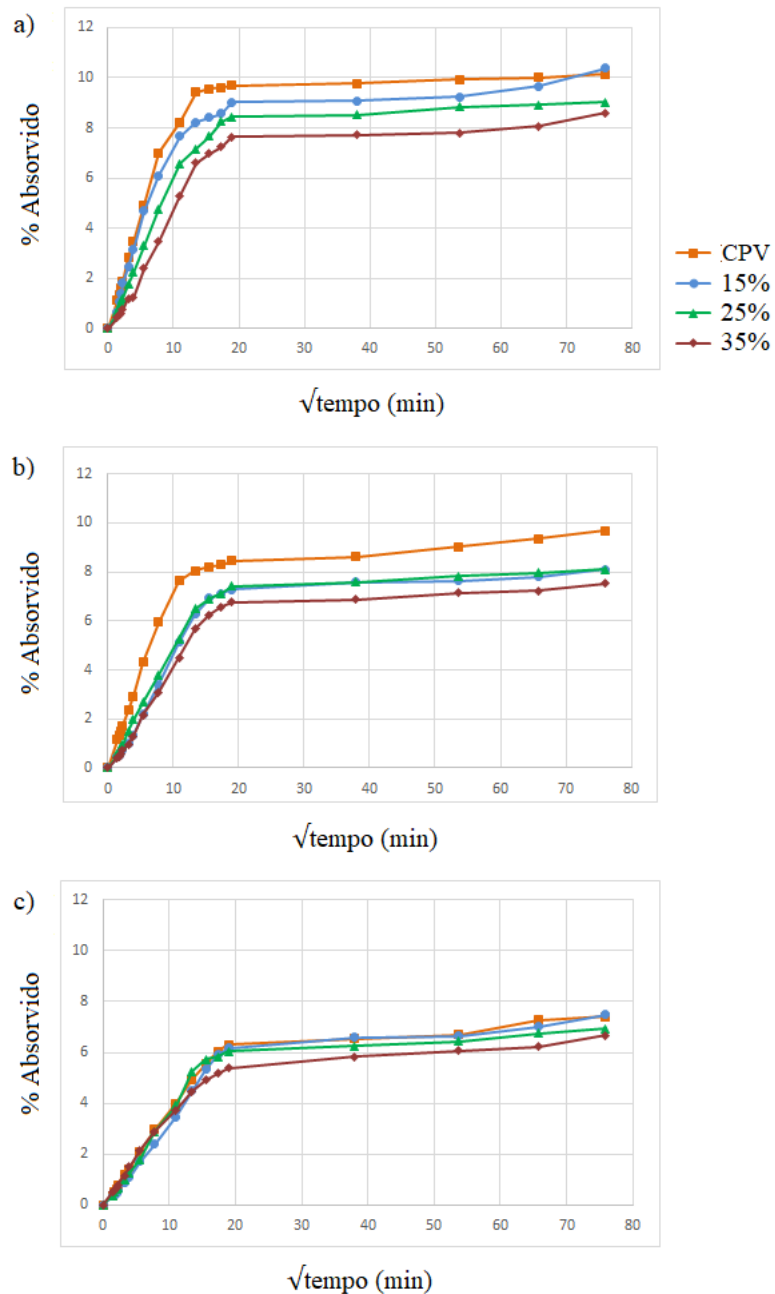
Fonte: Elaborado pela autora

## 5.2 Ensaio de absorção de água

Verifica-se que quando a relação a/c é alta, a porosidade da matriz é gradual, de acordo com a porcentagem de substituição, apresentando mais porosidade com menos substituição. Isso está de acordo com o que Tsivilis et. al. (2003) citam, abordado no Ítem 2.2, que quando há incorporação de fíler calcário, o tamanho dos poros é reduzido. Pode-se observar essa constatação na Figura 29.



Figura 29 – Resultado do ensaio de absorção de água a) a/c 0,58; b) a/c 0,50 e c) a/c 0,42



Fonte: Elaborado pela autora

Da mesma forma, conforme a relação a/c diminui, observa-se que as curvas de absorção de água em relação ao tempo vão se aproximando, como evidenciado na amostra com relação a/c de 0,42, não demonstrando grande variabilidade com relação à absorção de água para diferentes teores de filler. Os valores de absorção

também baixam conforme a relação a/c diminui. As curvas de absorção individuais médias encontram-se no APÊNDICE E, assim como as porosidades total e efetiva para cada traço.

Em relação à taxa de absorção (S), é verificado o mesmo padrão de comportamento, evidenciando uma coerência entre os valores (Tabela 18). Conforme aumenta a relação a/c, aumenta a taxa de absorção e à medida que a porcentagem de fíler calcário aumenta na mistura, na maior parte dos casos, diminui a taxa de absorção.

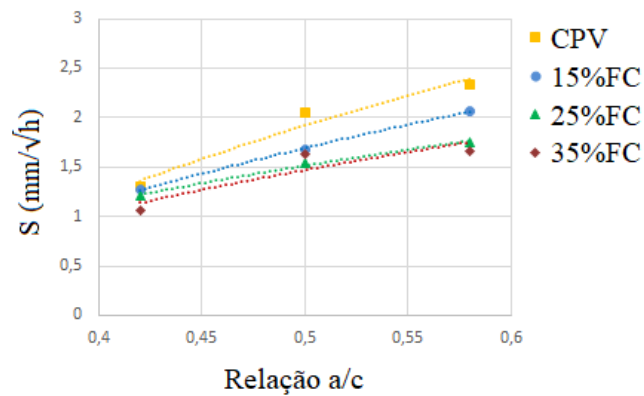
Ao relacionar-se a taxa de absorção com a relação a/c (Figura 30) e analisar-se as linhas de tendência, obtém-se as equações descritas na Tabela 18, juntamente com o R<sup>2</sup> de cada relação. Ao analisar os dados obtidas, conclui-se que até 25% de fíler calcário apresentam uma boa representação do modelo de valores obtido no ensaio. Quando observamos as análises para 35% de fíler calcário, reduz significativamente, similar ao que ocorreu no ensaio de resistência à compressão.

Tabela 18 – Taxa de absorção

Teor	a/c	S(mm/h <sup>1/2</sup> )	Equação S x a/c	R <sup>2</sup>
CPV	0,42	1,303	$y = 3,2061\ln(x) + 4,1419$	0,958
	0,50	2,045		
	0,58	2,328		
15%	0,42	1,266	$y = 2,4815\ln(x) + 3,414$	0,999
	0,50	1,683		
	0,58	1,800		
25%	0,42	1,209	$y = 1,6974\ln(x) + 2,6918$	0,995
	0,50	1,537		
	0,58	1,755		
35%	0,42	1,064	$y = 1,911\ln(x) + 2,7958$	0,829
	0,50	1,633		
	0,58	1,668		

Fonte: Elaborado pela autora

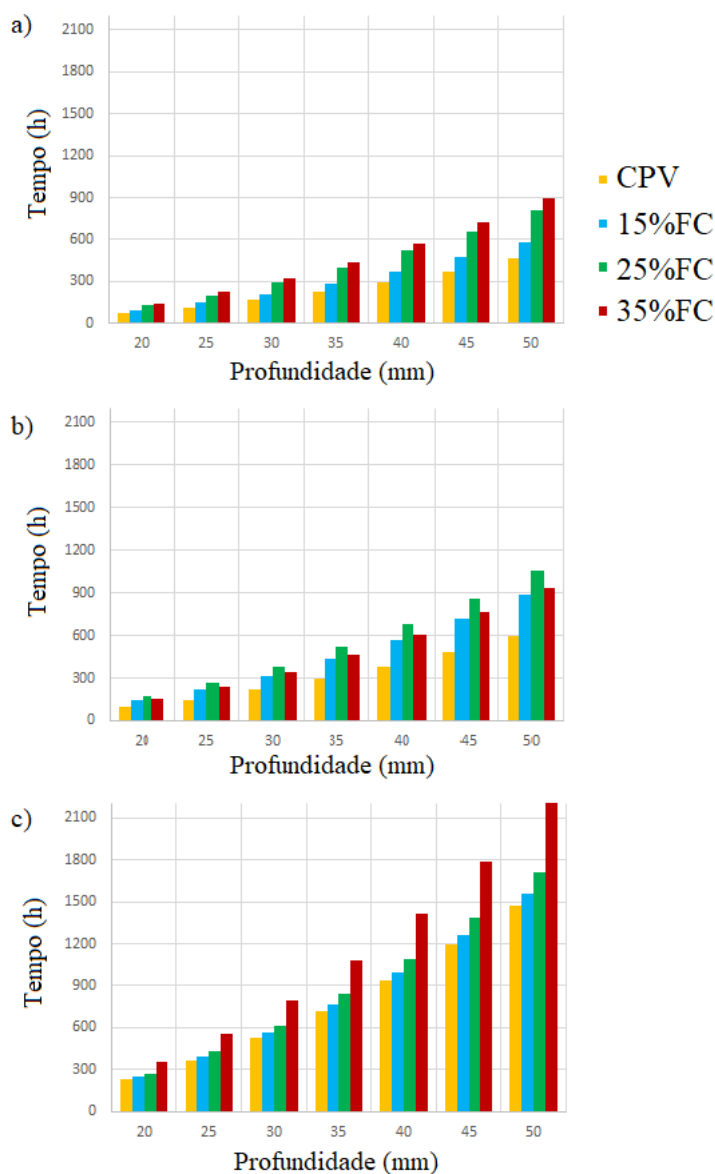
Figura 30 – Taxa de absorção x relação a/c



Fonte: Elaborado pela autora

Ao aplicar-se na prática, através da taxa de absorção, pode-se prever quanto tempo leva para que a absorção de água, atinja certa profundidade, conforme verifica-se nos gráficos a seguir (Figura 31). Determinou-se a profundidade para análise através da NBR 6118 (ABNT, 2014) e a profundidade de cobrimento adequada para diferentes classes e ambientes.

Figura 31 – Profundidade de absorção de água x tempo  
 a) a/c 0,58; b) a/c 0,50 e c) a/c 0,42



Fonte: Elaborado pela autora

Observa-se que à medida que a relação a/c diminui, o tempo para que a água atinja certa profundidade aumenta. Outra relação importante é a quantidade de fíler na mistura, quanto mais fíler menor a porosidade. Para um cobrimento de 25 mm, observa-se que o tempo para que a água atinja essa profundidade varia de 115 horas para cerca de 500 horas quando varia-se a relação a/c de 0,58 para 0,42, respectivamente. E, de 202 horas para 427 horas quando há 25% de fíler calcário para a mesma variação de relação a/c.

Ao aplicar-se a análise estatística ANOVA para a relação a/c (Tabela 19) e porcentagem de fíler calcário na mistura (Tabela 20), verifica-se significância para a relação a/c quando em relação ao ensaio de absorção, conseqüentemente à porosidade. No entanto a porcentagem de fíler na mistura não é significativa para este caso.

Tabela 19 – ANOVA relação a/c

Anova: fator único

## RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
0,42	4	4,842571	1,210643	0,011087
0,50	4	6,896989	1,724247	0,049255
0,58	4	7,819214	1,954804	0,091483

## ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	1,160961	2	0,580481	11,47009	0,003346	4,256495
Dentro dos grupos	0,455474	9	0,050608			
Total	1,616435	11				

Significância: SIM

Tabela 20 – ANOVA porcentagem de fíler

Anova: fator único

## RESUMO

<i>Grupo</i>	<i>Contagem</i>	<i>Soma</i>	<i>Média</i>	<i>Variância</i>
CPV	3	5,675797	1,891932	0,280025
15%	3	5,017463	1,672488	0,160822
25%	3	4,501505	1,500502	0,075564
35%	3	4,364009	1,45467	0,11492

## ANOVA

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	0,353773	3	0,117924	0,747146	0,553748	4,066181
Dentro dos grupos	1,262662	8	0,157833			
Total	1,616435	11				

Significância: NÃO

### 5.3 Determinação da carbonatação

Os ensaios realizados para a determinação da profundidade de carbonatação e dos produtos da carbonatação foram o estudo da profundidade de carbonatação através da fenolftaleína, difração de raio X, análise termogravimétrica, espectroscopia de reflectância e análise petrográfica.

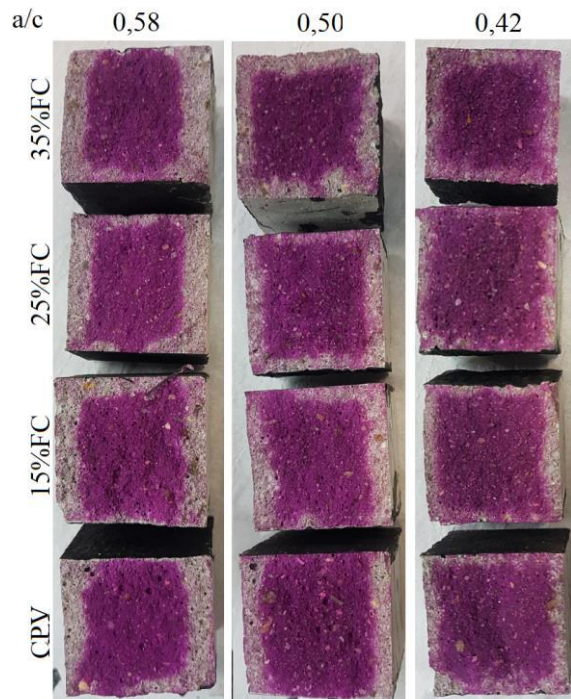
#### 5.3.1 Profundidade de carbonatação com fenolftaleína

A análise da carbonatação por aspersão com fenolftaleína foi realizada pela medição com paquímetro. A tinta utilizada não mostrou-se eficiente após os 28 dias de ensaio, necessitando assim, da exclusão dos cantos das amostras. As medidas obtidas, estão englobadas no APENDICE G. Foram avaliadas as faces laterais, visto que apresentam as mesmas condições de moldagem e de exposição.

Analisando as frentes de carbonatação, conclui-se que 7 dias de carbonatação acelerada não são suficientes para que haja uma frente de carbonatação significativa em todas as amostras. Ao se observar os cps aos 28 dias, verifica-se que somente a relação a/c mais baixa, de 0,42, não demonstra relevância na frente de carbonatação. Em todas as outras amostras, já é perceptível e pode ser considerada a formação de carbonato de cálcio pelo ingresso de CO<sub>2</sub>. Nota-se também que ao longo dos 91 dias, a frente de carbonatação apresenta sempre um aumento, salientando que ainda existe ingresso de gás carbônico.

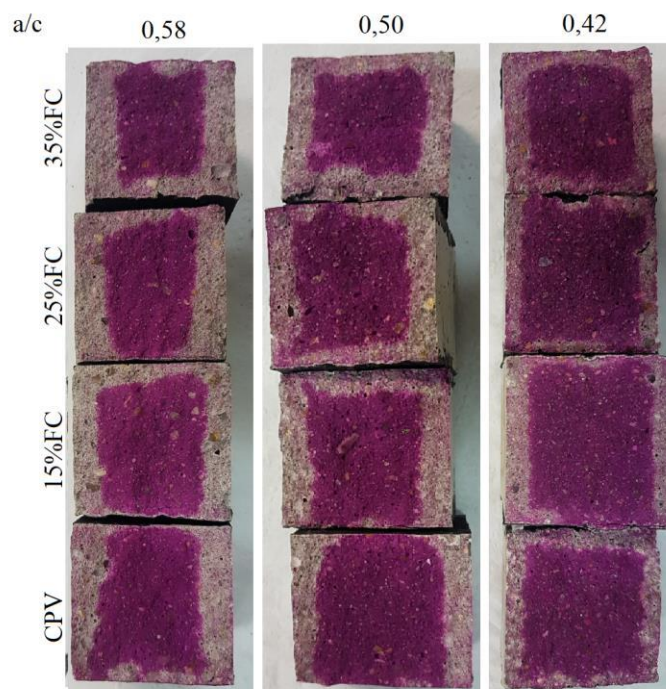
As Figuras 32 e 33 apresentam todas as amostras carbonatadas aos 63 dias e 91 dias, respectivamente. Referente à tinta utilizada, pode-se concluir que a partir de 28 dias de carbonatação acelerada, sua eficiência é questionada.

Figura 32 – Análise da profundidade de carbonatação com fenolftaleína aos 63 dias



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 33 - Análise da profundidade de carbonatação com fenolftaleína aos 91 dias



Fonte: Elaborado pela autora

Pode-se observar que comparando a profundidade de carbonatação com diferentes porcentagens de fíler calcário para as mesmas relações a/c, a frente de carbonatação quase não tem variação, mesmo que em teores de pasta diferentes. Esse fator interfere diretamente na profundidade de carbonatação e na variação da relação a/c.

Visto que as duas faces analisadas apresentam as mesmas condições, tanto de moldagem, cura e carbonatação, foi determinada a média dos valores para a análise da frente de carbonatação e o coeficiente de carbonatação. Os dados obtidos através dessa média estão englobados na Tabela 21, representados na unidade de mm.

Tabela 21 – Média da profundidade de carbonatação

Amostras	7 dias	28 dias	63 dias	91 dias
42/CPV	*	*	2,94	4,33
42/15	*	*	2,92	5,08
42/25	*	*	1,53	4,76
42/35	*	*	2,17	5,75
50/CPV	*	1,81	4,85	5,98
50/15	*	1,73	4,78	6,30
50/25	*	1,10	4,71	6,09
50/35	*	1,48	4,88	6,21
58/CPV	*	2,54	6,55	7,29
58/15	*	2,39	6,00	6,82
58/25	*	2,33	6,26	7,93
58/35	*	2,54	6,36	8,44

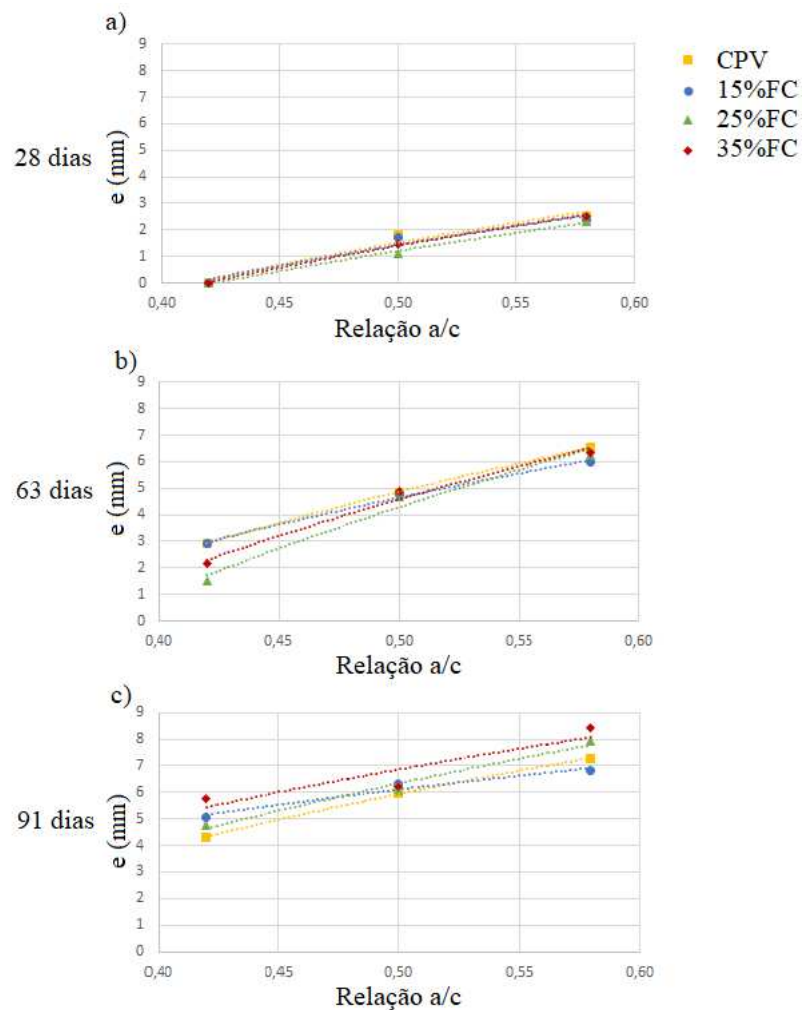
\* inferior a 0,5mm

Fonte: Elaborado pela autora

Ao relacionar-se a profundidade de carbonatação com a relação a/c (Tabela 22), observa-se que o ajuste matemático para o ensaio é satisfatório. Quando se analisam os gráficos (Figura 34), observa-se que, independentemente da idade de carbonatação e da porcentagem de fíler calcário, quanto maior a relação a/c, maior a frente de carbonatação.



Figura 34 – Relação da profundidade de carbonatação com a relação a/c –a) 28 dias;  
b) 63 dias e c) 91 dias



Fonte: Elaborado pela autora

Tabela 22 – Relação da profundidade de carbonatação com a relação a/c

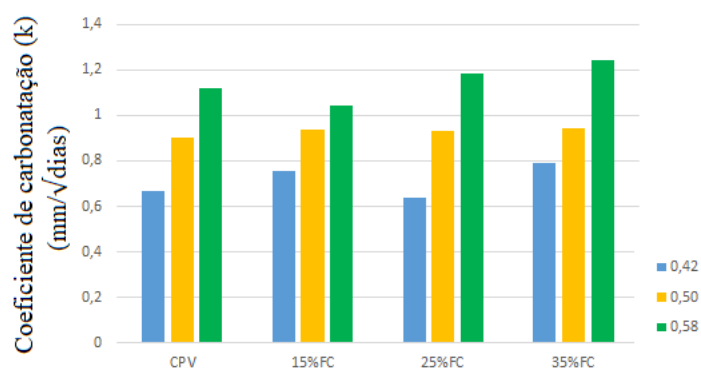
Idade (dias)	%FC	Equação	R <sup>2</sup>
28	CPV	$y = 7,9092\ln(x) + 7,0023$	0,964
	15%FC	$y = 7,4447\ln(x) + 6,5996$	0,959
	25%FC	$y = 7,1607\ln(x) + 6,172$	0,993
	35%FC	$y = 7,8546\ln(x) + 6,854$	0,998
63	CPV	$y = 11,163\ln(x) + 12,612$	1,000
	15%FC	$y = 9,574\ln(x) + 11,284$	0,995
	25%FC	$y = 14,742\ln(x) + 14,509$	0,978
	35%FC	$y = 13,04\ln(x) + 13,62$	0,985
91	CPV	$y = 9,179\ln(x) + 12,308$	1,000
	15%FC	$y = 5,453\ln(x) + 9,8919$	0,967
	25%FC	$y = 9,757\ln(x) + 13,106$	0,980
	35%FC	$y = 8,1696\ln(x) + 12,533$	0,842

Fonte: Elaborado pela autora

Nota-se também que aos 28 dias de carbonatação acelerada, todas as amostras estavam muito próximas, com relação à profundidade de carbonatação para mesma relação a/c. Conforme o tempo de carbonatação decorre, as curvas de tendência das amostras vão tomando maior distância entre si, evidenciando maior carbonatação para 35% de fíler calcário. E a menor carbonatação para 28 e 63 dias, é representada por 25% de fíler, já aos 91 dias a profundidade de carbonatação menor é referente à amostra sem substituição.

O coeficiente de carbonatação ( $k$ ) foi obtido pelo gráfico da profundidade de carbonatação pela raiz do tempo, apresentado no APENDICE H e está englobado na Figura 35.

Figura 35 – Coeficiente de carbonatação



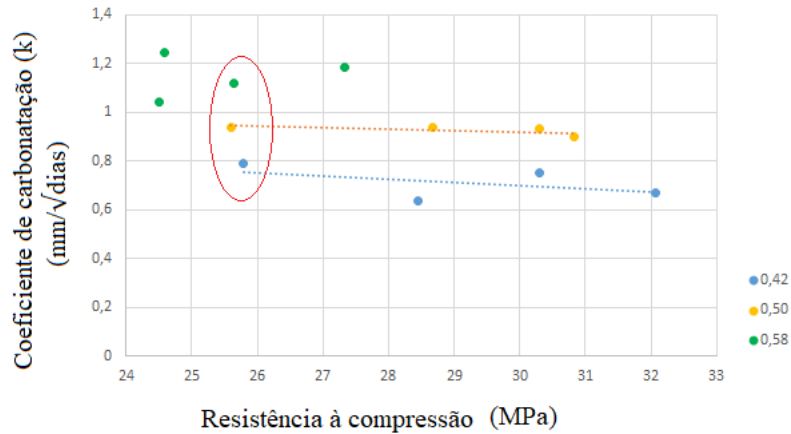
Fonte: Elaborado pela autora

O coeficiente de carbonatação está relacionado com a velocidade de avanço da frente de carbonatação, portanto, o menor  $k$  é com relação a/c 0,42 e 25% de fíler calcário e o maior  $k$  relação a/c 0,58 e 35% de fíler, corroborando os gráficos anteriores.

Avaliando-se o coeficiente de carbonatação com relação à resistência à compressão (Figura 36), observa-se faixas de carbonatação que estão diretamente ligadas à porosidade, visto que se relacionam com a relação a/c. Portanto, a carbonatação é regida pela porosidade gerada pela relação a/c e pelo teor de fíler. Observa-se que para relações a/c mais baixas, a porcentagem de fíler calcário não é significativa para a determinação do coeficiente de carbonatação, visto que o coeficiente permanece na mesma faixa mesmo com alteração de resistência, conforme indicado nas linhas de tendência. Outro fator a se observar é que para uma mesma

resistência, indicada no semicírculo vermelho, o coeficiente de carbonatação é regido pela relação  $a/c$ .

Figura 36 – coeficiente de carbonatação x resistência à compressão

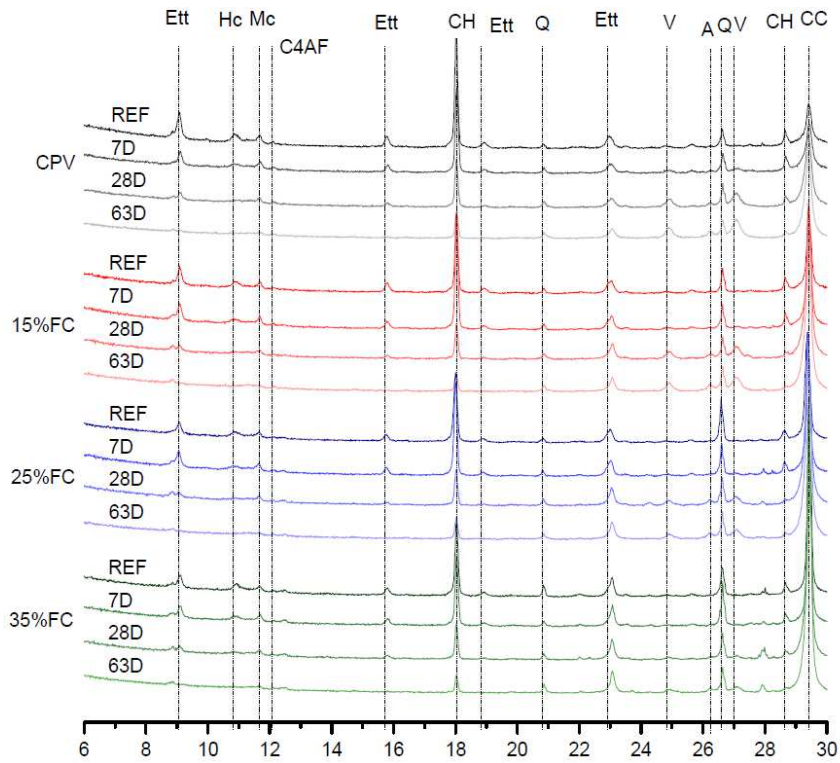


Fonte: Elaborado pela autora

### 5.3.2 Difração de raio X

A difração de raio X foi executada com a finalidade de observação dos produtos formados pela hidratação e carbonatação das pastas. As amostras sem período de dias citado nos difratogramas (REF) foram submetidas a 28 dias de cura e as restantes ao tempo indicado de carbonatação acelerada. A Figura 37 apresenta os difratogramas das pastas de cimento com relação  $a/c$  de 0,58 e a Figura 38 os difratogramas com relação  $a/c$  0,42. Pode-se observar que os produtos formados são equivalentes.

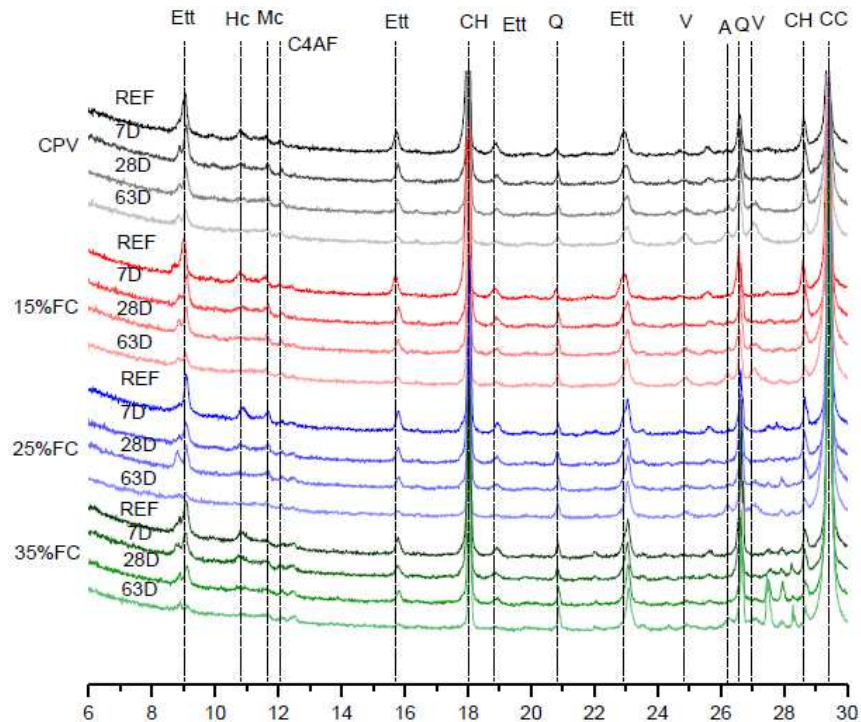
Figura 37 – DRX relação a/c 0,58



Ett – Etringita  
 Hc – Hemicarboaluminato de cálcio  
 Mc – Monocarboaluminato de cálcio  
 CH – Portlandita  
 Q - Quartzo  
 V - Vaterita  
 A - Aragonita  
 CC - Calcita

Fonte: Elaborado pela autora

Figura 38 - DRX relação a/c 0,42



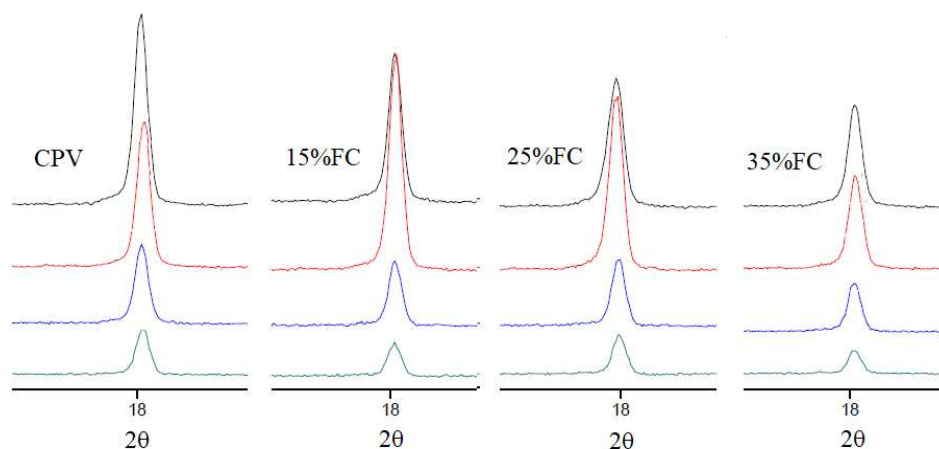
Ett – Etringita	Q - Quartzo
Hc – Hemicarboaluminato de cálcio	V - Vaterita
Mc – Monocarboaluminato de cálcio	A - Aragonita
CH – Portlandita	CC - Calcita

Fonte: Elaborado pela autora

A presença dos produtos de hidratação do cimento, como a etringita (Ett) e o hidróxido de cálcio (CH), é verificada nos difratogramas, nos picos 9,08°, 15,77°, 18,86° e 22,89° para a etringita, e 18,07° e 28,64° para a portlandita. À medida que as pastas carbonatam, observa-se uma diminuição da intensidade dos picos referentes aos produtos de hidratação, e aumento do pico na posição 29,23°, referente ao carbonato de cálcio, calcita (CC). Justificando assim, o que é citado na revisão bibliográfica, (item 3.1) que explica o consumo principalmente da portlandita para o processo de carbonatação.

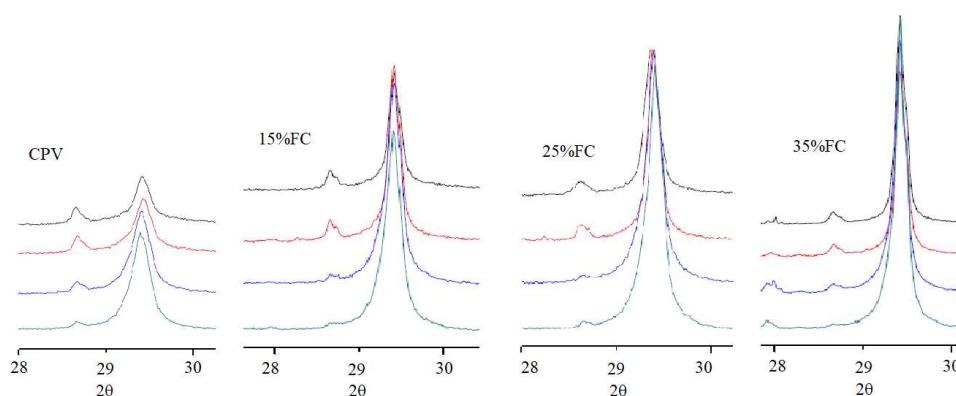
A Figura 39 demonstra a redução da portlandita com a carbonatação, assim como a Figura 40 apresenta o aumento da calcita, para amostras de relação a/c 0,58 e sem incorporação de fíler calcário. Quanto mais fíler calcário na mistura, menos formação de portlandita e maior a quantidade de calcita inicial.

Figura 39 – Observação da portlandita pelo DRX



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 40 - Observação da calcita pelo DRX



Fonte: Elaborado pela autora

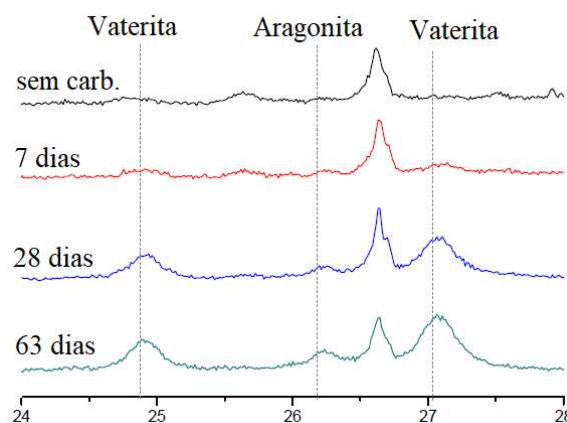
Outros produtos da hidratação do cimento como o hemi (Hc) e mono (Mc) carboaluminatos de cálcio, relacionados à presença de fíler calcário, podem ser verificados nos difratogramas. Seus picos apresentam-se principalmente nas amostras antes do início da carbonatação, nos ângulos  $10,87^\circ$  e  $11,71^\circ$  respectivamente.

Ainda com relação aos produtos de hidratação do cimento, não foi observada a formação de monossulfoaluminato, podendo estar relacionada à presença de calcita. O carbonato de cálcio, mesmo que em pequenas quantidades, faz com que os aluminatos sejam estabilizados como hemicarbonatos e não como monossulfatos (IPAVEC et. al., 2011). Mesmo nas pastas em que não houve substituição, há uma pequena quantidade de carbonato de cálcio, proveniente do cimento CPV, justificando a formação de hemicarbonato.

O quartzo (Q) é verificado nos picos  $20,86^\circ$  e  $26,64^\circ$  e mantém-se constante para a mesma amostra durante todas as idades de ensaios. É notado que quanto mais fíler incorporado na mistura, maior a presença de quartzo, visto que esse se faz presente na composição do fíler calcário e continua a manter-se constante.

Ao abordar-se o assunto carbonatação, além da formação do polimorfo do carbonato de cálcio, calcita, observa-se nos difratogramas a partir de 28 dias de carbonatação acelerada, o início da formação de aragonita (A) e vaterita (V). Aos 63 dias de carbonatação acelerada, os picos  $26,18^\circ$ , referente à aragonita, e  $24,87^\circ$  e  $27,03^\circ$ , referentes à vaterita são mais acentuados, indicando a formação destes polimorfos, como pode-se visualizar na Figura 41, referente à amostra com relação a/c 0,58 e sem substituição de fíler calcário.

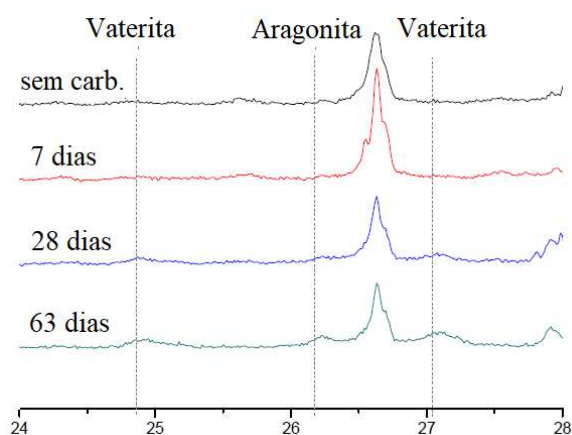
Figura 41 – Observação dos polimorfos do carbonato de cálcio pelo DRX em amostra de CPV



Fonte: Elaborado pela autora

No entanto, quando há grande quantidade de fíler calcário, a formação desses polimorfos é reduzida, conforme verifica-se na Figura 42, com relação a/c de 0,58 e 35% de fíler calcário.

Figura 42 – Observação dos polimorfos do carbonato de cálcio pelo DRX em amostra de 35%FC



Fonte: Elaborado pela autora

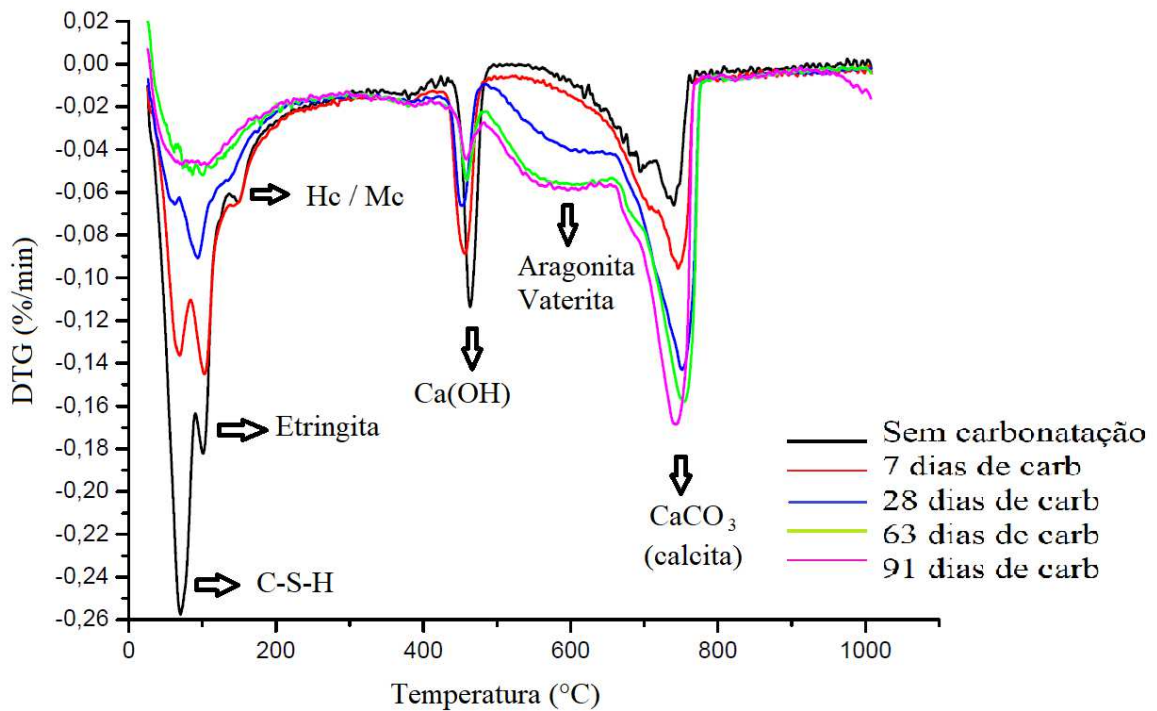
### 5.3.3 Análise termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizadas somente qualitativamente e avaliadas através da derivada da TG. As amostras foram estudadas sem carbonatação, e aos 7, 28, 63 e 91 dias de carbonatação acelerada.

Em todos os casos, conforme o período de carbonatação acelerada decorre, a porcentagem de portlandita presente na amostra reduz e a porcentagem de carbonato de cálcio aumenta, conforme se verifica na Figura 43. Ocorre também o aparecimento de diferentes polimorfos do carbonato de cálcio, normalmente a partir dos 28 dias de carbonatação acelerada, conforme a mostra 58/CPV. Segundo Wu e Ye (2017), esse pico anterior ao carbonato de cálcio denominado como calcita é referente aos polimorfos aragonita e vaterita.



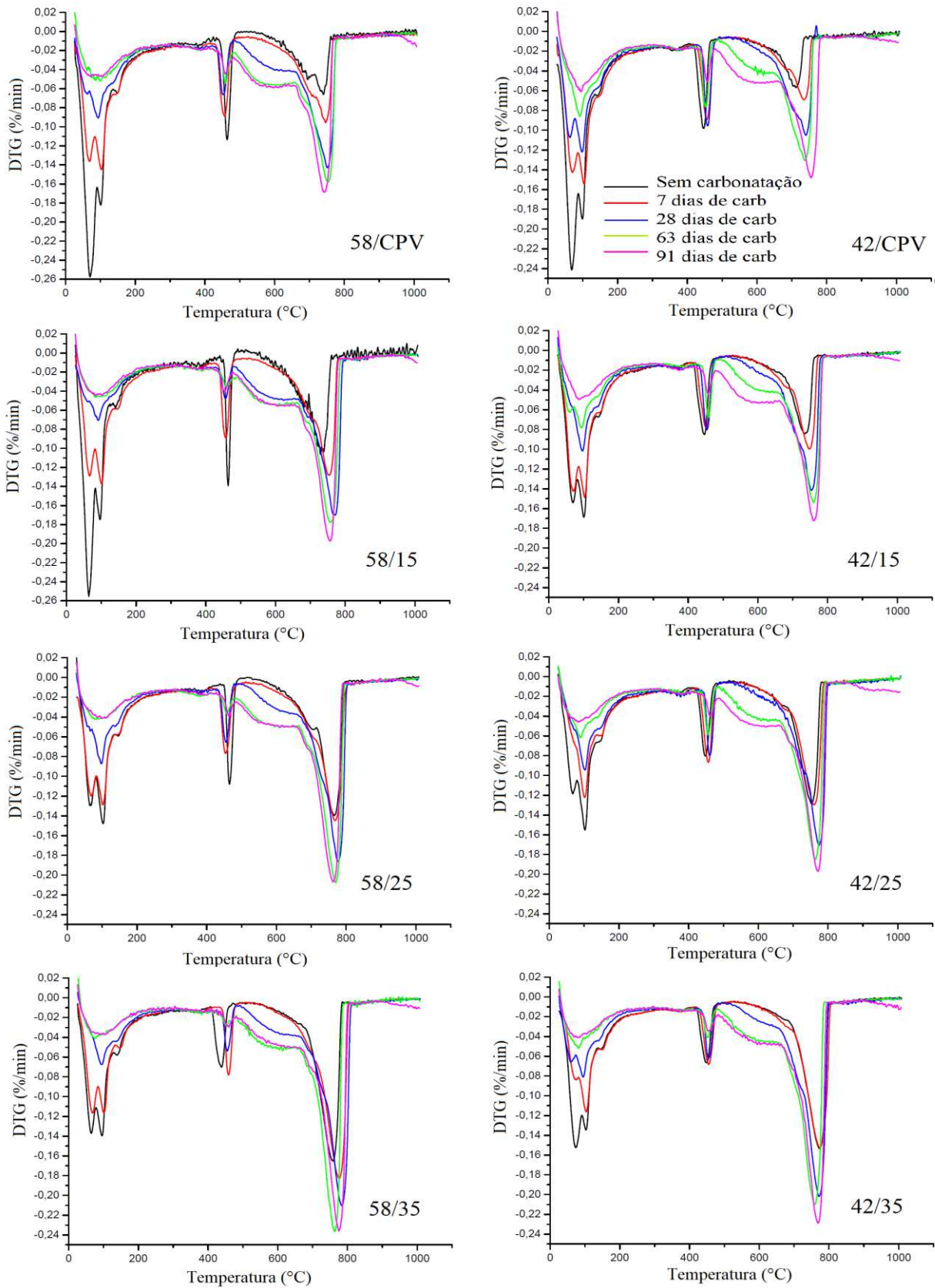
Figura 43 – Observação do efeito da carbonatação pela DTG em amostra 58 /CPV



Fonte: Elaborado pela autora

Os picos iniciais, referentes ao C-S-H e à etringita apresentam-se mais evidenciados quando a quantidade de cimento na mistura é superior, como esperado, devido ao fator clínquer ser maior. O pico correspondente ao Hc e Mc apresenta uma pequena variação para mais, quando há quantidade maior de fíler calcário na mistura, correspondendo ao efeito químico do fíler. Essas variações são observadas na Figura 44.

Figura 44 - Observação dos produtos de hidratação e carbonatação pela DTG



Fonte: Elaborado pela autora

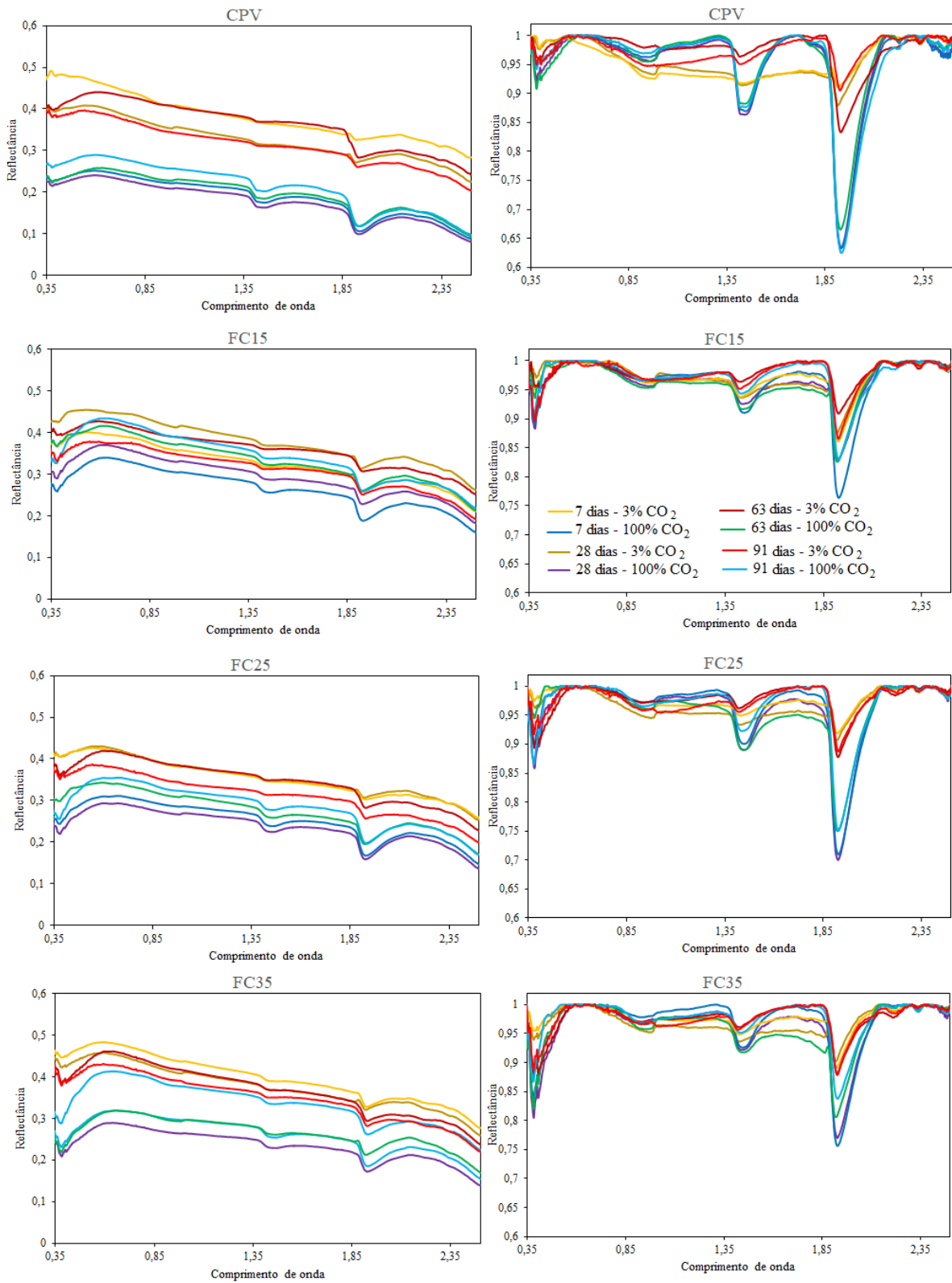
Ao observar-se a evolução do pico referente ao carbonato de cálcio, verifica-se que os polimorfos aragonita e vaterita encontram-se presentes em quase todas as amostras aos 28 dias. Com exceção das amostras com relação a/c 0,42 e até 25% de fíler calcário, onde esses polimorfos se apresentam somente aos 63 dias de carbonatação acelerada.

A formação desses polimorfos pode estar relacionada com o fator clínquer, visto que a bibliografia cita que o arranjo necessário para a aragonita e a vaterita é a presença de C-S-H, baixa concentração Ca/Si e/ou alta concentração de CO<sub>2</sub>. No entanto, ao comparar as amostras sem substituição de fíler calcário, verificamos que a presença destes polimorfos na relação a/c 0,58 é prioritária à relação a/c 0,42 e ambos possuem os mesmos compostos, sendo que a única divergência entre eles é a porosidade da matriz.

#### 5.3.4 Espectroscopia de reflectância

As curvas de espectroscopia foram avaliadas a partir da curva bruta (Figura 45 à esquerda) e da remoção do contínuo (Figura 45 à direita). A Figura 45 apresenta as curvas para todas as combinações de estudo e os dias de análise. Nota-se que as curvas apresentam o mesmo padrão de reflectância, com algumas distinções nas profundidades dos picos de absorção e no valor de reflectância.

Figura 45 – Resultados do ensaio de espectroscopia de reflectância



Fonte: Elaborado pela autora

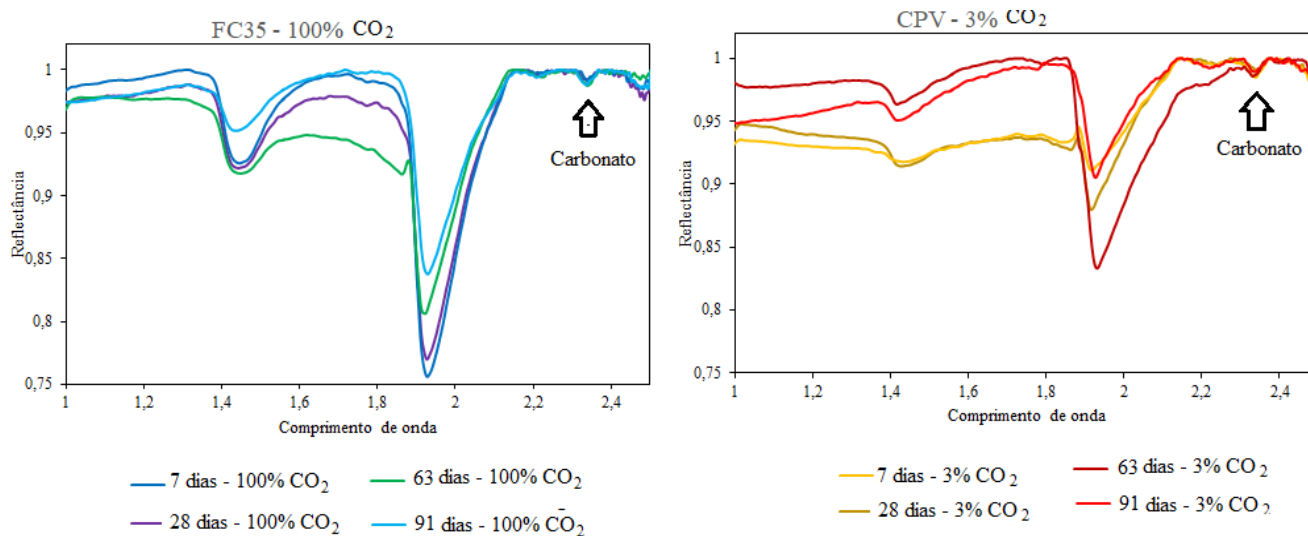
Esse estudo abrangeu duas porcentagens diferentes de gás carbônico, 3% e 100%. Ao analisar as curvas (Figura 48), nota-se a diferença entre amostras com carbonatação com 3% e 100%. De modo geral, para as amostras com 100% de CO<sub>2</sub> a reflectância mais baixa e com feições de absorção mais pronunciadas em 1,4 e 1,9  $\mu\text{m}$  ( cores frias do gráfico). Isso pode ocorrer devido à divergência nos produtos da carbonatação.

No trabalho de Scheneider dos Santos et. al. (2015), os autores estudaram pastas de cimento e notaram mudanças nas intensidades de reflectância das amostras, e relacionaram ao aumento de água da mistura. Visto as mudanças de nos valores de reflectância deste estudo, pode ser que os padrões das curvas espectrais estejam relacionados às mudanças mineralógicas referentes à carbonatação. Mas ainda assim são necessárias maiores investigações para comprovar essa correlação.

A diminuição dos picos com a carbonatação pode estar relacionada ao consumos dos produtos de hidratação do cimento para a formação dos produtos de carbonatação, visto que esses picos de hidratação são relacionadas as bandas 1,4 1,5 1,85 e 2,15  $\mu\text{m}$  (SRIDHAR et. al., 2008).

Em relação às feições de absorção característica dos carbonatos, estudados por Gaffey (1986), em todas as amostras, observa-se uma fraca feição de absorção referente ao carbonato de cálcio na banda 2,3  $\mu\text{m}$  (Figura 46). Esperava-se poder observar as mudanças mineralógicas decorrentes da carbonatação a partir desta feição. Porém, devido ao baixo teor de carbonato de cálcio na composição, a intensidade do pico é reduzida, mas ainda assim, se faz presente tanto quando há 35% de fíler ou somente o fíler do cimento CPV.

Figura 46 – Observação do carbonato pela espectroscopia de reflectância



Fonte: Elaborado pela autora

A quantificação do carbonato é dificultada nesse caso devido a fraca feição de absorção e a diferenciação da calcita para a aragonita não é perceptível. Portanto, por haverem poucos estudos na área de cimentos com a utilização do espectrorradiômetro, não foi possível uma interpretação mais aprofundada.

## 6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente capítulo apresenta as conclusões do trabalho, assim como sugestões para trabalhos futuros.

### 6.1 Conclusões

O fíler calcário calcítico utilizado no estudo atende ao requisito da norma NBR 16697 (ABNT, 2016), apresentando valor superior a 75% de calcita. Além disso, a finura do fíler foi inferior à do cimento, sendo adequada para sua utilização como fíler.

O ensaio de resistência à compressão aos 28 dias apresentou uma redução do consumo de cimento em 6% comprando-se a mistura de referência com a mistura contendo 25% de fíler calcário, não sendo progressiva para 35% de fíler. Portanto, 25% de fíler calcário na mistura, para o ensaio de resistência apresentou o melhor resultado, independente da relação *a/c*.

Em relação ao ensaio de absorção de água, quanto menor a relação *a/c*, menos porosidade apresenta. Outro fator importante é que ao ocorrer essa redução na relação *a/c*, a porcentagem de fíler na mistura interfere cada vez menos na variação de porosidade.

Referente aos ensaios de carbonatação acelerada, as principais conclusões que podem ser feitas são:

- a) A profundidade de carbonatação estudada em argamassas é diretamente ligada à relação *a/c*, conseqüentemente à porosidade da mistura. No decorrer do ensaio, observa-se mais vínculo entre a profundidade de carbonatação com a porcentagem de fíler. E, o menor coeficiente de carbonatação é referente à relação *a/c* de 0,42 e 25% de fíler calcário, demonstrando novamente a adequação para a mudança da norma em até 25% de fíler;
- b) Ao passo que as pastas carbonatam, observa-se no DRX e na TG uma diminuição na intensidade dos picos relacionados aos produtos de hidratação, principalmente à portlandita e aumento dos picos relacionados aos carbonatos, principalmente à calcita;

- c) Os produtos de hidratação do cimento são influenciados diretamente pela presença de fíler calcário, mesmo que em pequenas quantidades. Formando as fases hemi e mono carboaluminatos de cálcio.
- d) A formação de vaterita e aragonita mostra-se presente normalmente a partir dos 28 dias de carbonatação acelerada e pode estar relacionada também a quantidade de fíler na mistura, que é inversamente proporcional ao fator clínquer;
- e) A utilização do espectrorradiômetro é eficiente para a identificação da calcita, no entanto, a pasta de cimento não permite uma melhor visualização somente dos polimorfos do carbonato de cálcio.

Como conclusões gerais, deduz-se que a modificação da norma para englobar até 25% de fíler calcário é benéfica, tanto em questão de resistência mecânica, absorção de água quanto na carbonatação. Portanto a possibilidade de maior implementação de fíler calcário como material cimentício suplementar é benéfica tanto em questões da construção civil, quanto ambientais.

## **6.2 Sugestões para trabalhos futuros**

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, são sugeridos alguns trabalhos futuros, com a finalidade de melhor explicação dos aspectos examinados. São eles:

- a) Utilização do empacotamento de partículas para uma melhor avaliação da carbonatação com baixos teores de relação a/c;
- b) Análise dos polimorfos do carbonato de cálcio através da concentração de gás carbônico e da relação a/c;
- c) Estudo de fases de hidratação, assim como seus produtos através da utilização do espectrorradiômetro;
- d) Estudos de parâmetros similares aplicados a concretos;
- e) Influência do grau de hidratação na carbonatação de matrizes compostas com diferentes teores de fíler.



## REFERÊNCIAS

ABRAHÃO, I. O. **Rochas calcárias e sua ocorrência**. Estudo Nacional do Calcário Agrícola – Relatório final de estudo elaborado para a Financiadora de Estudos e Projetos - FINEP. Volume I. 189 p., 1983.

ADU-AMANKWAH, S. et al. Influence of limestone on the hydration of ternary slag cements. **Cement and Concrete Research**, v. 100, p. 96–109, 2017.

ARANDIGOYEN, M. et al. Variation of microstructure with carbonation in lime and blended pastes. **Applied Surface Science**, v. 252, p. 7562–7571, 2006.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro, 1996.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 18: Cimento Portland – Análise química - Determinação de perda ao fogo. Rio de Janeiro, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR NM 248: Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR16697: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). ABNT NBR5739: Concreto – Ensaio de compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2018.

AYAN, T. Chemical staining methods used in the identification of carbonate minerals. **Mineral Research and Exploration Institute of Turkey**, 1965.

BARY, B.; SELIER, A. Coupled moisture - Carbon dioxide-calcium transfer model for carbonation of concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 10, p. 1859–1872, 2004.

BERTIN, M. et al. Impact of drying and carbonation on microstructure and dimensional changes for supplementary cementitious materials (SCMs). **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, p. 235–244, 2017.

BISSELL, H. J.; CHILINGAR, G. V. Chapter 4: Classification of sedimentary carbonate rocks. **Developments in Sedimentology**. Volume 9. Part A. Pg. 87-168, 1967.

BONAVETTI, D. H. et al. Limestone filler cement in low w / c concrete : A rational use of energy. **Cement and Concrete Research**, v. 33, p. 865–871, 2003.

BROOK,A.; BEN-DOR, E. Reflectance spectroscopy as a tool to assess the strength

of high- performance concrete in situ. **Journal of Civil Engineering and Construction Technology**, v.2(8), p. 169-188, 2011.

CASCUDO, O.; CARASEK, H. Ações da carbonatação no concreto. In: ISAIA, G. C. (Cord.) **Concreto: Ciência e Tecnologia**. 1a . ed. São Paulo. IBRACON, v 1, p 849-885, 2011.

CASTELLOTE, M. et al. Chemical changes and phase analysis of OPC pastes carbonated at different CO<sub>2</sub> concentrations. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 42, n. 4, p. 515–525, 2009.

CHANG, C.F; CHEN. J.W. The experimental investigation of concrete carbonation depth. **Cement and Concrete Research**, v. 36, p. 1760-1767, 2006.

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

CLARK, R. N. **Reflectance spectra**. Handbook of Physical Constants, p. 178-188, 1995.

CLARK, R. N. **Remote Sensing for the Earth Science: Manual of Remote Sensing**, 3. ed., v.3. 1999. Chapter 1: Spectroscopy of Rocks and Minerals, and Principles of Spectroscopy. U.S. Geological Survey Denver, Colorado

CRAEYE, B. et al. Influence of concrete composition on chloride ingress and carbonation: analysis by means of an extended data-set. **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

CRNKOVIC, P. M. et. al. O efeito da granulometria na decrepitação durante a decomposição térmica de calcários e carvão. **Quim. Nova**. v.27, n.1, p.58-61, 2004.

EKOLU, S. O. A review on effects of curing, sheltering, and CO<sub>2</sub> concentration upon natural carbonation of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 127, p. 306–320, 2016.

ELGALHUD, A. A.; DHIR, R. K.; GHATAORA, G. Limestone addition effects on concrete porosity. **Cement and Concrete Composites**, v. 72, p. 222–234, 2016.

FANTE, M. et. al. Espectroscopia de reflectância aplicada à caracterização de materiais cimentícios suplementares e resíduos. **6º Encontro Nacional sobre aproveitamento de Resíduos na Construção Civil**. Belém, 2019.

FERNANDES, A. J. M. M. **Influência do teor de sílica e alumina no comportamento pozolânico de materiais cimentícios suplementares**, São Leopoldo, 2018. 165p. Dissertação (Mestrado) - Universidade do Vale do Rio do Sinos.

FRANCISCO, A. C. A.; TEIXEIRA, A. M. R. F. Estudo de alguns polimorfos de carbonato de cálcio: obtenção e caracterização. 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. 2008.

FRÖHLICH, J. **Uso de Resíduo em Cimentos Ternários tipo LC3, Estudo dos Produtos de Hidratação**. São Leopoldo, 2019. 224p. Dissertação (Mestrado) - Universidade do Vale do Rio dos Sinos.

GAFFEY, S.J. Spectral reflectance of carbonate minerals in the visible and near infrared (0,35-2,55 microns): calcite, aragonite, and dolomite. **American Mineralogist**, v.71, p. 151-162, 1986.

GARCÍA, C. M. V. **Avaliação do Impacto de Uso de Fíler Calcário como Substituição ao Cimento no Comportamento Reológico e Retração de Microconcretos**. São Paulo, 2017. 93p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

GOMES, M.; DE BRITO, J. Structural concrete with incorporation of coarse recycled concrete and ceramic aggregates: Durability performance. **Materials and Structures/Materiaux et Constructions**, v. 42, n. 5, p. 663–675, 2009.

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

HELENE, P. R. L. **Contribuição ao estudo da corrosão em armaduras de concreto armado**. São Paulo, 1993. 231p. Tese ( Livre Docência) - Escola Politécnica - Universidade de São Paulo.

HEWLETT, P. C. **LEA'S Chemistry of cement and concrete**. [s.c]: Elsevier Science & Tecnology Books, 2004, 4ª ed. 1057p.

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

JANG, J. G.; LEE, H. K. Microstructural densification and CO<sub>2</sub> uptake promoted by the carbonation curing of belite-rich Portland cement. **Cement and Concrete Research**, v. 82, p. 50–57, 2016.

JOHN, V. M. et al. Fillers in cementitious materials — Experience, recent advances and future potential. **Cement and Concrete Research**, p. 1–14, 2017.

JUENGER, M. C. G.; SIDDIQUE, R. Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete. **Cement and Concrete Research**, v. 78, p. 71-80, 2015.

KAZMIERCZAK, C.; LINDENMEYER, Z. Comparação entre metodologias utilizadas para a determinação da profundidade de carbonatação em argamassas. **Proceeding of the International congress on high-performance concrete, and performance and quality of concrete structures**, Florianópolis, 1996.

KULAKOWSKI, M. P. **Contribuição ao estudo da carbonatação em concretos e argamassas compostos com adição de sílica ativa**. Porto Alegre, 2002. 199p. Tese (Doutorado) - Centro de Tecnologia da Escola de Engenharia da UFRGS.

KULAKOWSKI, M. P.; PEREIRA, F. M.; DAL MOLIN, D. C. C. Carbonation-induced reinforcement corrosion in silica fume concrete. **Construction and Building Materials**, v. 23, n. 3, p. 1189–1195, 2009.

KOTTHAUS, S. et. al. Derivation of an urban materials spectral library through emittance and reflectance spectroscopy. **ISPRS Journal of Photogrammetry and Remote Sensing**, v. 94, p. 194-212, 2014.

LAUCH, K.; DIERYCK, V.; VANHAMME, G. Influence of ternary cements containing limestone filler on concrete resistance to carbonation. **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

LIU, Z. et. al. Effect of carbonation on sulfate salt weathering of concrete. **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

LOBA, V. V.; KULAKOWSKI, M. P. Estudo de pastas de cimento com cinza de casca de arroz e aditivo policarboxilato. **III Encontro Nacional sobre Resíduos na Construção Civil**, São Leopoldo, 2013.

LOO, Y.; LEE, H. M. Curing effects on carbonation of concrete using a phenolphthalein indicator and Fourier-transform infrared spectroscopy. **Building and Environment**, v. 37, p. 507-514, 2002.

LOTTHENBACH, B. et al. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n. 6, p. 848–860, 2008.

LOTTHENBACH, B.; DURDZI, P.; WEERDT, K. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials, Chapter 5: Thermogravimetric analysis, p. 177–212, 2016.

MANCIO, M.; KUSINSKI, G.; MONTEIRO, P. J. M.; DEVINE, T. M. Electrochemical and in-situ SERS Study of Passive Film Characteristics and Corrosion Performance of 9%Cr Microcomposite Steel in Highly Alkaline Environments. **Journal of ASTM International**, v. 6, n. 5, 2009.

MANTELLATO, S.; PALACIOS, M.; FLATT, R. J. Reliable specific surface area measurement on anhydrous cements. **Cement and Concrete Research**, v. 67, p. 286-291, 2015.

MARTIRENA, F. et al. Performance of Concrete Made with Calcined Clays , Limestone and Portland Cement Under Natural Aggressive Condition. 2nd. International Conference of Calcined Clay for Sustainable Concrete, 2018.

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

MELO, K.A. **Contribuição à dosagem de concreto auto-adensável com adição de filer calcário**. Florianópolis, 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) - Universidade Federal de Santa Catarina.

- MYSZKA, B. et. al. Phase-specific bioactivity and altered Ostwald ripening pathways of calcium carbonate polymorphs in simulated body fluid. **The royal society of chemistry**, v. 9, p. 18232-18244, 2019.
- MORANDEAU, A.; THIÉRY, M.; DANGLA, P. Investigation of the mechanism of CH and C-S-H in terms of kinetics microstructure changes and moisture properties. **Cement and Concrete Research**, v.56, p. 153-170, 2014.
- NATIONAL OCEANIC AND ATMOSPHERIC ADMINISTRATION (NOAA). Global Monitoring Division. Disponível em: <https://www.esrl.noaa.gov/gmd/ccgg/trends/global.html> Acesso em 6 de Janeiro de 2020.
- NEVES JUNIOR, A. et al. A study of the carbonation profile of cement pastes by thermogravimetry and its effect on the compressive strength. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 116, n. 1, p. 69–76, 2014.
- NEVILLE, A.M. **Propriedades do Concreto**. São Paulo: PINI, 1997, 2ª ed. 828p. (Tradução da 4ª ed. em inglês).
- ORTOLAN, V. K. **Avaliação da Influência do pH e da Força Iônica da Solução dos poros do concreto na resistência à corrosão da armadura**. São Leopoldo, 2015. 132p. Dissertação (Mestrado) - Univerdidade do Vale do Rio dos Sinos.
- OUYANG, X. et al. Effect of Filler-Hydrates Adhesion Properties on Cement Paste Strength. **ACI Materials Journal**. n. 115, p. 437–448, 2018.
- PALM, S. et al. Cements with a high limestone content - Mechanical properties, durability and ecological characteristics of the concrete. **Construction and Building Materials**, v. 119, p. 308–318, 2016.
- PAPADAKIS, V. G.; VAYENAS, C. G.; FARDIS, M. N. Fundamental Modeling and Experimental Investigation of Concrete Carbonation. **ACI Materials Journal**. n. 88, p. 363–373, 1992.
- PAPADAKIS, V. G. Effect of supplementary cementing materials on concrete resistance against carbonation and chloride ingress. **Cement and Concrete Research**. v. 30 p. 291-299, 2000.
- PAULETTI, C. **Análise comparativa de procedimentos para ensaios acelerados de carbonatação**. Porto Alegre, 2004. 176 p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- PAULETTI, C. **Estimativa da carbonatação natural de materiais cimentícios a partir de ensaios acelerados e de modelos de predição**. Porto Alegre, 2009. 285p. Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- PETER, M. A.; MUNTEAN, A.; MEIER, S. A.; BÖHM, M. Competition of several carbonation reactions in concrete: A parametric study. **Cement and Concrete Research**, v. 38, n.12, p. 1385-1393, 2008.

PHUNG, Q. T. et al. Effect of limestone fillers on microstructure and permeability due to carbonation of cement pastes under controlled CO<sub>2</sub> pressure conditions. **Construction and Building Materials**, v. 82, p. 376–390, 2015.

REUNION INTERNATIONALE DE LABORATOIRES D'ESSAIS ET MATERIAUS - RILEM. Rilem TC116-PCD: Permeability of concrete as a criterion of its durability. **Materials and Structures**, v. 32, p. 174-179, 1999.

REUNION INTERNATIONALE DE LABORATOIRES D'ESSAIS ET MATERIAUS - RILEM. Rilem CPC-18: Measurement of hardened concrete carbonation depth. **Materials and Structures**, v. 21, p. 453-455, 1988.

RONCERO, J. **Effect of superplasticizers on the behavior of concrete in the fresh and hardened states: implications for high performance concretes**. Tese de doutorado. Universidade Politécnica de Barcelona. Barcelona, Espanha, 2000. ROY, S. K.; POH, K. B.; NORTHWOOD, D. O. Durability of concrete—accelerated carbonation and weathering studies. **Building and Environment**, v. 34, n. 5, p. 597–606, 1999.

SAETTA, A. V.; SCHREFLER, B. A.; VITALIANI, R. V. The carbonation of concrete and the mechanism of moisture, heat and carbon dioxide flow through porous materials. **Cement and Concrete Research**, v. 23, p. 761-772, 1993.

SAETTA, A. V.; VITALIANI, R. V. Experimental investigation and numerical modeling of carbonation process in reinforced concrete structures Part I: Theoretical formulation. **Cement and Concrete Research**, v. 34, n. 4, p. 571–579, 2004.

SARTORI, B. R. C. **Estudo da carbonatação em concretos com agregado graúdo reciclado de concreto e cinza de casca de arroz**. São Leopoldo, 2013. 118p. Dissertação (Mestrado) - Universidade do Vale do Rio dos Sinos (UNISINOS).

SARTORI, B. et al. Natural and accelerate carbonation in concretes with rice husk ash and recycled concrete aggregate: comparison by water absorption and mechanical strength. **Congresso Brasileiro de Patologia das Construções**, Belém. 2017.

SAVIJA, B.; LUKOVIC, M. Carbonation of cement paste: Understanding, challenges, and opportunities. **Construction and Building Materials**. v. 117, p. 285-301, 2016.

SCHNEIDER DOS SANTOS R.; ROLIM, S. B. A.; HEPP, F. Application of visible and near infrared spectroscopy in non-destructive evaluation of cement materials. **International Journal of Remote Sensing**, v. 36:3, p. 917-938, 2015.

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

SEARCH MINERALOGY DATABASE. Disponível em: <http://webmineral.com/cgi-bin/search/search.pl?Match=1&Realm=All&Terms=calcite> . Acesso em: 28/04/2020

SENHADJI, Y. et al. Influence of natural pozzolan, silica fume and limestone fine on strength, acid resistance and microstructure of mortar. **Powder Technology**, v. 254, p. 314–323, 2014.

SEVELSTED, T. F.; SKIBSTED, J. Carbonation of C – S – H and C – A – S – H samples studied by  $^{13}\text{C}$ ,  $^{27}\text{Al}$  and  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR spectroscopy. **Cement and Concrete Research**, v. 71, p. 56–65, 2015.

SHAH, V. et al. Changes in microstructure characteristics of cement paste on carbonation. **Cement and Concrete Research**, v. 109, p. 184–197, 2018.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO (SNIC). Disponível em: <http://snic.org.br/numeros-industria.php> Acesso em: 21 de Agosto de 2019.

SOJA, W. et al. Evolution of microstructure and phase assemblage in blended cement pastes exposed to natural carbonation. XIV DBMC, **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

SOJA, W. et al. Changes of microstructure and diffusivity in blended cement pastes exposed to natural carbonation. **MATEC Web of Conferences**, n.199 v. 02009, p. 10–14, 2018.

SRIDHAR, B. B. M. et. al. Identifying the effects of different construction practices on the spectral characteristics of concrete. **Cement and Concrete Research**, v.38, p. 538-542, 2008.

STEFANONI, M.; ANGST, U.; ELSENER, B. Corrosion Rates in Carbonated Low Clinker Cements: Are the New Binders Really Sustainable? **14th International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

THIERY, M. Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires Prise en compte des effets cinétiques et des modifications microstructurales et hydriques. Engineering Sciences.Ecole des Ponts ParisTech, 2005.

THIERY, M. et. al. Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: Effects of the chemical kinetics. **Cement and Concrete Research**, v.37, p. 1047-1058, 2007.

TU, Z. et al. Effects of limestone powder on  $\text{CaCO}_3$  precipitation in  $\text{CO}_2$  cured cement pastes. **Cement and Concrete Composites**, v. 72, p. 9–16, 2016.

TSIVILIS S. et. al. The permeability of Portland limestone cement concrete. **Cement and Concrete Research**, v.33, p. 1465-1471, 2003.

U.S. GEOLOGICAL SURVEY. Disponível em:[https://prd-wret.s3-us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/production/s3fs-public/atoms/files/mcs-2019-cemen\\_0.pdf](https://prd-wret.s3-us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/production/s3fs-public/atoms/files/mcs-2019-cemen_0.pdf) . Acesso em: 21 de Agosto de 2019

VAN BUNDEREN, C. et. al. Durability properties of concrete recycling clay-rich dredging sediments as a novel supplementary cementitious material. **14th**

**International Conference on Durability of Building Materials and Components**, 2017.

VENQUIARUTO, S.; BERNARDINO DA SILVA, L.; DAL MOLIN, D. C. C. Influence of preloading-induced microcracking on the durability of concrete produced with different types of cement. **Construction and Building Materials**, v.189, p. 777-786, 2018.

VENQUIARUTTO, S. D.; ISAIA, G. C.; GASTALDINI, A. L. G. Carbonatação do Concreto Estrutural Com Altos Teores De Adições Minerais E Diferentes Finuras. **Ambiente Construído**, IX Encontro Nacional de Tecnologia do Ambiente Construído, p. 1161-1170. Foz do Iguaçu, 2002.

VOGLIS, N. et al. Portland-limestone cements. Their properties and hydration compared to those of other composite cements. **Cement and Concrete Composites**, v. 27, n. 2, p. 191–196, 2005.

WANG, T. et al. A review on use of limestone powder in cement-based materials: Mechanism, hydration and microstructures. **Construction and Building Materials**, v. 181, p. 659-672, 2018.

WERLE, A. P. **Determinação de propriedades de concretos com agregados reciclados de concreto, com ênfase na carbonatação**. São Leopoldo, 2010. 159p. Dissertação (Mestrado) - Univerdidade do Vale do Rio dos Sinos.

WERLE, A. P.; KAZMIERCZAK, C. S.; KULAKOWSKI, M. P. Carbonatação em concretos com agregados reciclados de concreto. **Ambiente Construído**, v. 11, n. 2, p. 213–228, 2011.

WRAY, P. Straight talk with Karen Scrivener on cements, CO<sub>2</sub> and sustainable development. **American ceramic Society Bulletin**, v. 91, n. 5, p. 47–50, 2011.

WU, B.; YE, G. Development of porosity of cement paste blended with supplementary cementitious materials after carbonation. **Construction and Building Materials**, v. 145, p. 52-61, 2017.

WORLD BUSINESS COUNCIL FOR SUSTAINABLE DEVELOPMENT (WBCSD). **Technology Roadmap: Low-Carbon Transition in the Cement Industry**, 2018. 66p.

ZAHIRI, Z.; LAEFER, D.F.; GOWEN, A. The feasibility of short-wave infrared spectrometry in assessing water-to-cement ratio and density of hardened concrete. **Construction and Building Materials**, v. 185, p. 661-669, 2018.

ZOU Z. et. al. A hydrated crystalline calcium carbonate phase: Calcium carbonate hemihydrate. **Science**, v. 363, p. 396-340, 2019.



## APENDICE A – ENSAIO PILOTO

Os ensaios piloto foram realizados com a finalidade de uma melhor carbonatação e determinações prévias de variáveis dos ensaios. Foi testada e aprovada uma tinta emborrachada, especificações no ANEXO B, para vedação do corpo de prova com relação à carbonatação. Essa tinta foi aplicada em um corpo de prova com relação a/c de 0,58, onde a porosidade é maior e, conseqüentemente, há mais suscetibilidade à carbonatação. A aplicação ocorreu somente em um lado, para melhor comparação.

A amostra foi submetida a 28 dias de carbonatação acelerada e concentração de 3% de CO<sub>2</sub>. Houve a aspensão de fenolftaleína para observar a frente de carbonatação (Figura 47). O resultado mostrou que na presença da tinta, a penetração de gás carbônico não ocorre, mostrando-se eficiente para o ensaio.

Figura 47 - Ensaio piloto da tinta emborrachada

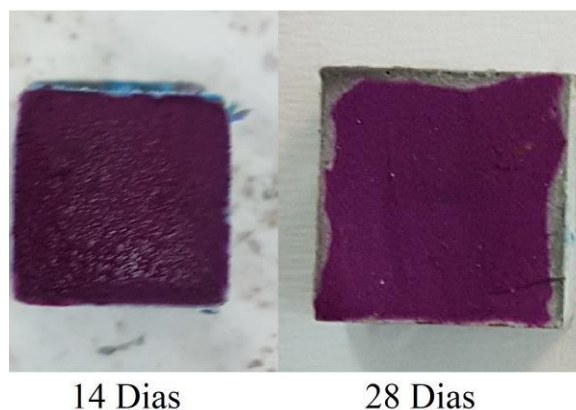


Fonte: Elaborado pela autora

Outro ensaio piloto realizado ocorreu em corpos de prova cúbicos de aresta igual a 1 cm, que foram utilizados para os ensaios de TG e DRX. Esse ensaio piloto se referiu ao sazonalamento das amostras. Após a cura de 28 dias, o sazonalamento ocorreu em sala climatizada, com temperatura e umidade controladas (temperatura de 21°C ± 2°C e umidade relativa de 60% ±10%) e concentração natural de CO<sub>2</sub>. O ensaio piloto teve o objetivo de verificar a carbonatação durante o período de sazonalamento, para que não houvesse grande interferência nos ensaios. As

amostras de a/c 0,58 foram expostas por 14 e 28 dias e verificou-se que no período de 14 dias não ocorreu carbonatação. Porém no período de 28 dias a carbonatação já é relatada (Figura 48). Portanto, o período máximo de exposição na sala climatizada foi atribuído como 14 dias.

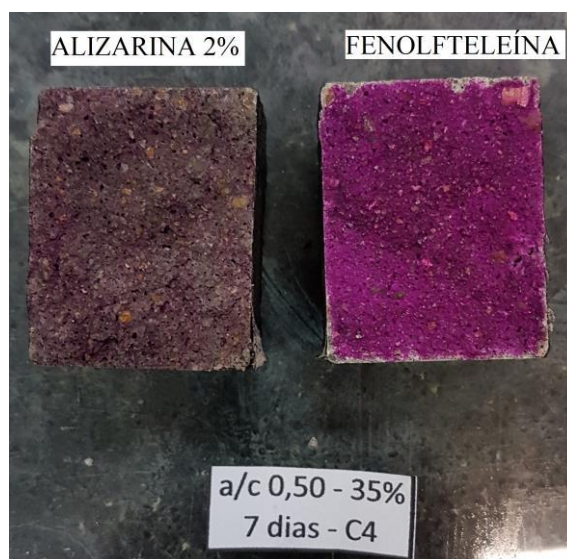
Figura 48 – Verificação da carbonatação no período de sazonalidade de pastas



Fonte: Elaborado pela autora

Foi realizado um teste com o indicador alizarina, que reage na presença de calcita, mudando a coloração para avermelhado. Utilizaram-se duas concentrações de alizarina, a primeira solução de 0,5% HCl e a segunda de 2% de HCl. O primeiro teste ocorreu em amostras com 7 dias de carbonatação, onde, comparando-se com o indicador químico fenolftaleína, a alizarina não apresentou desempenho satisfatório, não diferenciando a frente de carbonatação nas amostras (Figura 49). Outro teste foi realizado com a aspensão de alizarina em amostras submetidas a 91 dias de carbonatação, porém a alizarina não se mostrou eficiente para a determinação da carbonatação, devido à falta de um contraste bem definido das zonas carbonatada e não carbonatada.

Figura 49 - Teste dos indicadores alizarina e fenolftaleína aos 7 dias



Fonte: Elaborado pela autora

Por fim, foi executado o teste do ponto de saturação do aditivo superplastificante para o cimento utilizado, especificado no APÊNDICE B e baseado no estudo de Loba e Kulakowski (2013). Utilizou-se a relação a/c de 0,42, a menor empregue no estudo e avaliaram-se as pastas através do funil de Marsh e do minicone de Kantro. Como resultado, obteve-se o ponto de saturação do aditivo de 0,6%, porém o teor máximo empregue foi de 0,57%. Devido a não necessidade de ajuste de água.

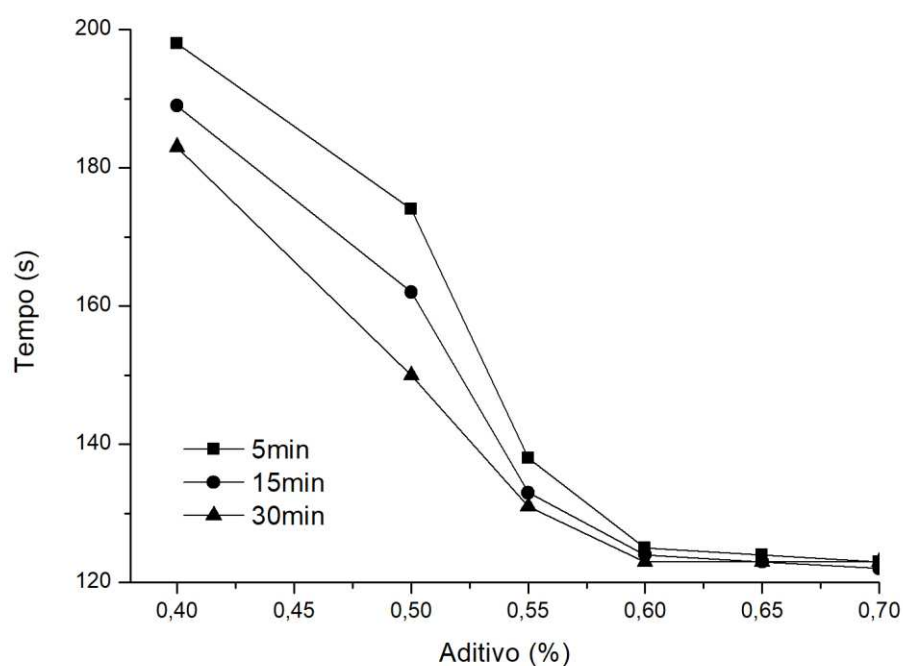
## APENDICE B - PONTO DE SATURAÇÃO DO ADITIVO

O ponto de saturação do aditivo foi realizado para a definição de um teor ótimo de aditivo, visando a não exsudação e segregação das misturas. O cálculo do ponto de saturação do aditivo baseou-se no estudo realizado por Loba e Kulakowski (2013), Melo (2005) e Roncero (2000), onde, utilizou-se o mini cone de Kantro e o funil de Marsh. Esses ensaios foram realizados a partir da variação do teor de aditivo até que o aditivo não alterasse mais os resultados obtidos.

O ensaio iniciou com o teor de aditivo de 0,2%, e optou-se pelo incremento de aditivo em 0,1% inicial. Quando verificou-se a aproximação do ponto de saturação, reduziu-se o incremento em 0,05%.

Para o ensaio do funil de Marsh, foram executadas medições da pasta aos 5 minutos, 15 minutos e 30 minutos do instante de incorporação do aditivo superplastificante até que o tempo de escoamento em intervalos consecutivos fosse inferior a 1 segundo (RONCERO, 2000; MELO, 2005). A Figura 50 demonstra as porcentagens de aditivo mais próximas a 0,60%, onde o escoamento consecutivo foi menor que 1 segundo.

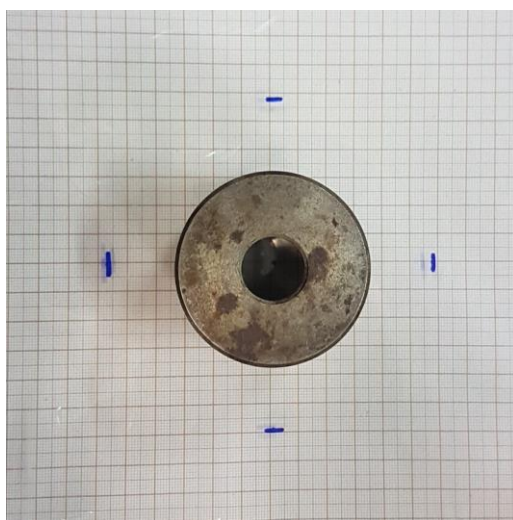
Figura 50 – Teor de aditivo pelo funil de Marsh



Fonte: Elaborado pela autora

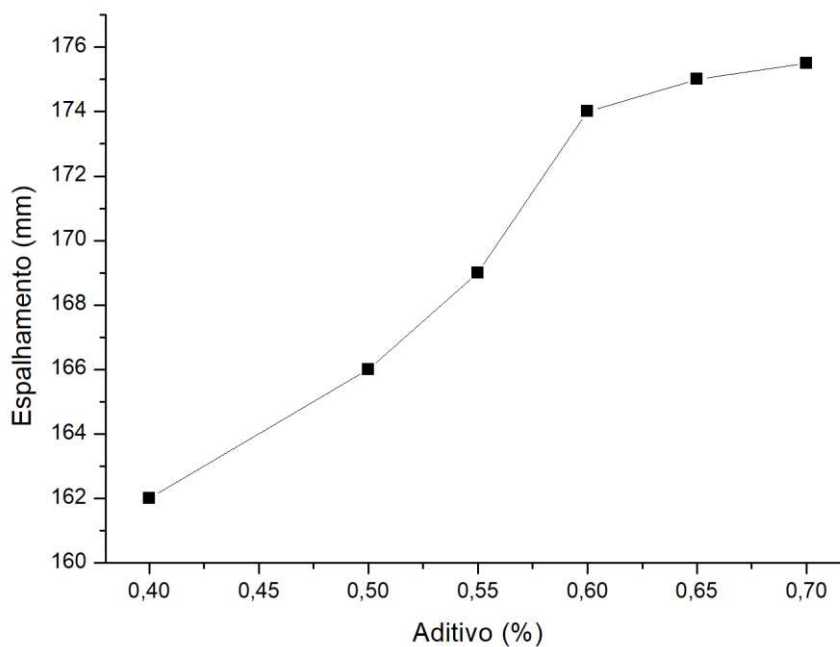
No ensaio com o mini cone de Kantro observou-se quantos segundos a pasta demorava para atingir a marca de 115cm de diâmetro, de acordo com a Figura 51 e foi realizada a medição do espalhamento final (Figura 52). Constatando que, assim como determinado pelo funil de Marsh, a porcentagem de 0,6% de aditivo apresentou o ponto de saturação.

Figura 51 – Mini cone de Kantro



Fonte: Elaborado pela autora

Figura 52 – Teor de aditivo pelo mini cone de Kantro



Fonte: Elaborado pela autora

## APENDICE C – MASSA UNITÁRIA E MASSA ESPECÍFICA DA AREIA

O cálculo da massa unitária da areia foi realizada através da NBR NM 45 (ABNT, 2006), onde o volume do recipiente utilizado foi de 10,200 cm<sup>3</sup> e sua massa de 6,7066 kg. O ensaio foi repetido três vezes, e os resultados das pesagens do recipiente com a areia após o processo são: 23,32 kg, 23,30 kg e 23,31 kg. Resultando assim, em uma média de 23,31 kg.

O cálculo da massa unitária é demonstrado a seguir:

$$\rho = \frac{23,31 - 6,7066}{10,2}$$

Obtendo-se o resultado de massa unitária da areia de 1,6278 g/cm<sup>3</sup>.

A massa específica da areia foi calculada através do ensaio especificado na NBR NM 52 (ABNT, 2009), para duas amostras do mesmo material (Tabela 23).

Onde:

Tabela 23 – Massa específica da areia

	Amostra 1	Amostra 2
V	500 cm <sup>3</sup>	500 cm <sup>3</sup>
m <sub>1</sub>	798,6 g	770,2 g
m <sub>2</sub>	1105,6 g	1077,7 g
V <sub>a</sub>	307 cm <sup>3</sup>	307,5 g
m	497,3 g	498,3 g
m <sub>s</sub>	500 g	500 g
ρ <sub>a</sub>	1,0 g/cm <sup>3</sup>	1,0 g/cm <sup>3</sup>

Fonte: Elaborado pela autor

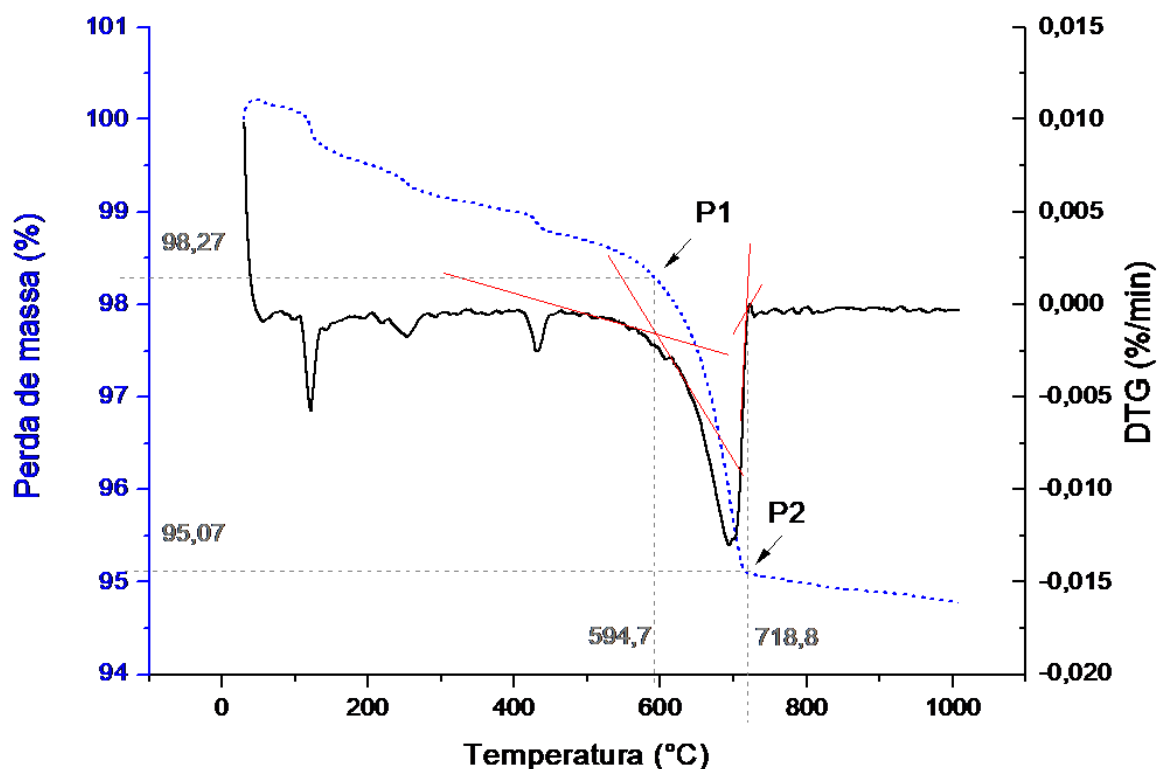
Como resultado, o cálculo do d<sub>3</sub>, que representa a massa específica foi de 2,61 g/cm<sup>3</sup>.

## APENDICE D – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CARBONATO DE CÁLCIO PRESENTE NO CIMENTO ANIDRO

Para a determinação do teor de carbonato de cálcio no cimento CPV-ARI foi realizada a análise termogravimétrica, onde é analisada a perda de massa em determinada temperatura. Determinou-se que a calcita presente na amostra seja decorrente de adição mineral, desconsiderando a possibilidade de pré-hidratação ou carbonatação.

O cálculo do teor de carbonato de cálcio foi realizado através do método tangencial, visto que, ao iniciarem os estudos não era de conhecimento o método integral. Primeiramente definiu-se os pontos de início e final do pico endotérmico para o carbonato de cálcio e suas respectivas perdas de massa, demonstrado na Figura 53.

Figura 53 – Curvas TG/DTG do cimento anidro para cálculo pela tangente



Fonte: Elaborado pela autora

A massa inicial utilizada para o ensaio foi de 26,33g e a quantidade de carbonato de cálcio presente no cimento anidro foi determinada através da Equação 10:

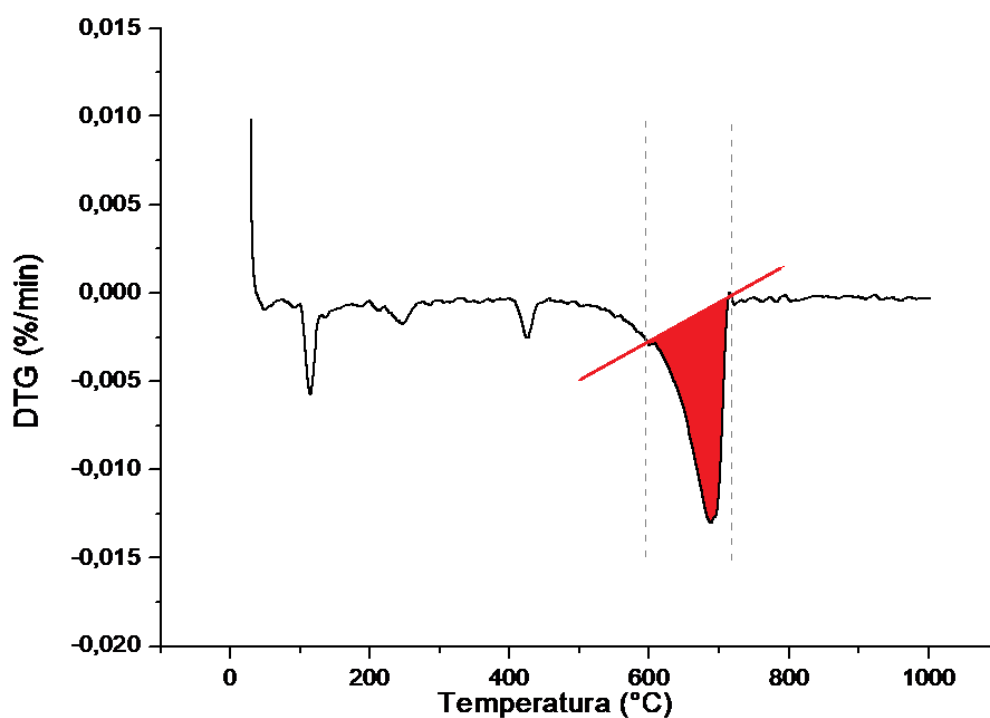
$$CaCO_3 = WL * \frac{100}{44} \quad (\text{Equação 10})$$

$$CaCO_3 = (98,27 - 95,07) * \frac{100}{44}$$

$$CaCO_3 = 7,27\%$$

Para finalidade de comparação, foram realizados os cálculos do método integral. A temperatura inicial e final é a mesma para ambos os métodos, no entanto, o método da integral é calculado através da área do pico endotérmico, como verificado na Figura 54. E o resultado é de 6,92% de  $CaCO_3$  no cimento CPV.

Figura 54 - Curva DTG do cimento anidro para cálculo pela área



Fonte: Elaborado pela autora



## APENDICE E - RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Tabela 24 – Resistência à compressão

Cimento	Amostra	H1	H2	H3	H	D1	D2	D3	D	Rel.	Área	Carga	Resistência				
		(mm)	(mm)	(mm)	Médio	(mm)	(mm)	(mm)	Médio	H/D	(mm <sup>2</sup> )	(kjf)	Carga (N)	(MPa)	Média	DRM	DP
42/15	1	99,90	99,89	100,34	100,04	50,07	49,67	49,57	49,77	2,01	1945,47	7136	69980,25	35,97	30,29	4,0%	5,14
	2	100,26	100,22	100,46	100,31	50,03	50,20	50,56	50,26	2,00	1984,23	6389	62654,69	31,58			
	3	100,78	100,81	100,92	100,84	50,78	50,55	50,56	50,63	1,99	2013,29	5163	50631,73	25,15			
	4	100,67	100,88	100,90	100,82	50,34	50,29	50,53	50,39	2,00	1993,98	5215	51141,68	25,65			
	5	99,98	100,09	99,89	99,99	49,80	49,85	49,96	49,87	2,00	1953,30	7495	73500,84	37,63			
	6	100,01	100,33	100,04	100,13	49,90	49,75	50,12	49,92	2,01	1957,48	6381	62576,23	31,97			
42/25	1	101,08	100,89	100,79	100,92	49,50	49,55	49,57	49,54	2,04	1927,53	5475	53691,41	27,85	28,44	5,4%	7,05
	2	100,92	100,81	100,64	100,79	49,92	50,40	50,32	50,21	2,01	1980,29	5680	55701,77	28,13			
	3	100,04	99,52	99,44	99,67	50,24	49,84	49,87	49,98	1,99	1962,19	5462	53563,92	27,30			
	4	99,76	99,54	100,32	99,87	50,26	50,46	49,83	50,18	1,99	1977,92	5642	55329,12	27,97			
	5	99,73	100,22	100,06	100,00	50,39	50,39	50,17	50,32	1,99	1988,45	3780	37069,14	18,64			
	6	100,29	100,75	100,10	100,38	50,20	50,33	50,25	50,26	2,00	1983,97	8238	80787,18	40,72			
42/25	1	100,62	100,96	100,70	100,76	49,19	49,91	49,96	49,69	2,03	1938,96	3737	36647,45	18,90	25,79	5,3%	7,85
	2	100,78	100,43	100,49	100,57	50,26	50,04	49,65	49,98	2,01	1962,19	3113	30528,1	15,56			
	3	100,45	100,07	100,35	100,29	49,61	49,45	49,83	49,63	2,02	1934,54	3092	30322,16	15,67			
	4	99,54	100,30	100,45	100,10	50,27	50,19	50,06	50,17	2,00	1977,13	4066	39873,84	20,17			
	5	100,27	100,07	99,93	100,09	50,51	49,83	49,75	50,03	2,00	1965,85	7171	70323,49	35,77			
	6	99,11	99,77	99,43	99,44	49,81	50,07	50,23	50,04	1,99	1966,38	5676	55662,55	28,31			
42/CPV	1	100,90	100,32	100,53	100,58	50,54	50,88	50,98	50,80	1,98	2026,83	6650	65214,22	32,18	32,07	3,6%	2,48
	2	100,05	100,15	100,93	100,38	49,49	49,83	50,25	49,86	2,01	1952,25	6650	65214,22	33,40			
	3	100,49	100,10	100,59	100,39	50,20	50,77	50,26	50,41	1,99	1995,83	7060	69234,95	34,69			
	4	100,07	100,16	100,49	100,24	50,04	50,10	49,79	49,98	2,01	1961,66	6069	59516,56	30,34			
	5	100,74	100,00	100,07	100,27	50,26	50,33	49,87	50,15	2,00	1975,56	5650	55407,57	28,05			

	6	99,80	99,34	99,45	99,53	50,11	50,32	50,28	50,24	1,98	1982,13	6829	66969,61	33,79			
50/15	1	99,95	99,45	100,18	99,86	50,77	50,35	50,81	50,64	1,97	2014,35	6855	67224,59	33,37			
	2	100,33	100,36	100,43	100,37	49,90	49,85	49,86	49,87	2,01	1953,30	6684	65547,65	33,56			
	3	100,71	100,47	100,52	100,57	49,54	49,70	49,57	49,60	2,03	1932,46	5622	55132,99	28,53	28,67	4,3%	4,45
	4	100,63	100,09	99,64	100,12	50,75	50,81	51,11	50,89	1,97	2034,02	6103	59849,98	29,42			
	5	99,22	99,57	99,21	99,33	50,53	50,32	49,83	50,23	1,98	1981,34	4843	47493,61	23,97			
	6	99,33	99,30	99,69	99,44	49,90	49,86	50,05	49,94	1,99	1958,52	4625	45355,76	23,16			
50/25	1	100,76	100,64	100,85	100,75	49,20	49,41	50,00	49,54	2,03	1927,27	5932	58173,05	30,18			
	2	100,34	100,10	100,07	100,17	49,71	50,02	49,74	49,82	2,01	1949,64	6470	63449,03	32,54			
	3	99,35	99,56	99,33	99,41	49,92	49,98	49,90	49,93	1,99	1958,26	6043	59261,59	30,26	30,29	3,5%	1,61
	4	100,38	100,28	99,84	100,17	50,39	49,74	49,91	50,01	2,00	1964,54	6334	62115,32	31,62			
	5	99,51	99,87	99,95	99,78	49,88	49,77	49,83	49,83	2,00	1949,91	5727	56162,68	28,80			
	6	100,36	100,54	100,80	100,57	50,14	50,62	50,42	50,39	2,00	1994,51	5758	56466,69	28,31			
50/35	1	101,67	102,17	101,65	101,83	49,77	49,89	49,42	49,69	2,05	1939,48	5642	55329,12	28,53			
	2	100,99	101,15	100,96	101,03	50,10	50,17	50,19	50,15	2,01	1975,56	5795	56829,54	28,77			
	3	100,52	100,43	100,60	100,52	50,20	49,88	50,00	50,03	2,01	1965,59	5744	56329,4	28,66	25,60	5,1%	3,75
	4	100,44	100,65	100,29	100,46	50,19	50,11	50,04	50,11	2,00	1972,41	4971	48748,86	24,72			
	5	100,18	99,79	99,43	99,80	49,68	50,09	50,02	49,93	2,00	1958,00	4664	45738,22	23,36			
	6	99,62	99,21	99,19	99,34	50,09	49,93	50,23	50,08	1,98	1970,05	3929	38530,33	19,56			
50/CPV	1	99,27	99,06	98,77	99,03	49,92	49,85	49,54	49,77	1,99	1945,47	5701	55907,71	28,74			
	2	98,24	99,05	98,54	98,61	49,75	49,74	49,49	49,66	1,99	1936,88	6483	63576,51	32,82			
	3	100,34	99,66	99,64	99,88	49,60	49,61	49,67	49,63	2,01	1934,28	6342	62193,77	32,15	30,82	3,7%	2,38
	4	99,24	100,03	99,35	99,54	49,22	49,68	49,26	49,39	2,02	1915,62	6500	63743,23	33,28			
	5	99,49	99,16	99,85	99,50	49,09	49,56	49,66	49,44	2,01	1919,50	5983	58673,19	30,57			
	6	100,09	100,13	100,03	100,08	49,80	49,50	49,20	49,50	2,02	1924,42	5368	52642,1	27,35			
58/15	1	99,85	99,71	99,43	99,66	49,68	49,81	49,80	49,76	2,00	1944,95	5198	50974,97	26,21			
	2	99,71	99,79	100,25	99,92	49,93	49,77	49,74	49,81	2,01	1948,86	5496	53897,35	27,66			
	3	99,86	99,22	99,96	99,68	49,62	49,89	50,02	49,84	2,00	1951,21	4403	43178,68	22,13	24,51	4,8%	3,24
	4	100,30	100,54	100,56	100,47	49,34	49,75	49,84	49,64	2,02	1935,58	4087	40079,78	20,71			
	5	100,99	101,14	101,59	101,24	49,86	49,79	49,96	49,87	2,03	1953,30	4405	43198,29	22,12			

	6	100,32	99,98	99,74	100,01	49,48	49,55	49,81	49,61	2,02	1933,24	5569	54613,23	28,25			
58/25	1	99,12	98,97	98,41	98,83	49,94	49,98	49,81	49,91	1,98	1956,43	4805	47120,95	24,09			
	2	99,94	99,97	99,74	99,88	50,97	50,37	50,01	50,45	1,98	1999,00	5445	53397,21	26,71			
	3	99,19	99,66	99,25	99,37	49,75	49,97	49,99	49,90	1,99	1955,91	5368	52642,1	26,91	27,32	4,2%	2,06
	4	99,73	99,95	99,69	99,79	49,96	49,85	50,36	50,06	1,99	1967,95	6009	58928,16	29,94			
	5	99,85	100,35	100,10	100,10	49,76	49,04	49,44	49,41	2,03	1917,69	5701	55907,71	29,15			
	6	99,22	99,35	99,86	99,48	49,94	49,46	49,92	49,77	2,00	1945,73	5381	52769,58	27,12			
58/35	1	100,19	100,07	100,32	100,19	50,01	49,95	49,63	49,86	2,01	1952,78	5014	49170,54	25,18			
	2	99,89	99,60	99,38	99,62	50,10	49,25	49,51	49,62	2,01	1933,76	4232	41501,74	21,46			
	3	100,60	100,92	101,49	101,00	49,77	50,05	49,97	49,93	2,02	1958,00	5014	49170,54	25,11	24,59	4,7%	2,04
	4	100,85	100,31	99,94	100,37	49,99	49,96	49,90	49,95	2,01	1959,57	4950	48542,92	24,77			
	5	99,85	99,78	99,60	99,74	50,05	50,03	49,97	50,02	1,99	1964,80	4689	45983,38	23,40			
	6	99,06	99,18	99,48	99,24	49,74	50,10	50,12	49,99	1,99	1962,45	5522	54152,32	27,59			
58/CPV	1	91,51	98,93	99,35	96,60	49,79	49,97	49,41	49,72	1,94	1941,83	5945	58300,53	30,02			
	2	99,00	98,87	99,31	99,06	49,50	49,07	49,17	49,25	2,01	1904,77	4689	45983,38	24,14			
	3	99,23	99,46	98,82	99,17	49,83	49,96	49,80	49,86	1,99	1952,78	5138	50386,57	25,80	25,64	4,3%	2,36
	4	103,98	104,16	103,43	103,86	49,56	49,63	50,21	49,80	2,09	1947,82	4651	45610,73	23,42			
	5	99,61	99,81	99,52	99,65	49,12	49,82	49,77	49,57	2,01	1929,87	5108	50092,37	25,96			
	6	98,92	98,71	98,70	98,78	49,94	49,71	49,91	49,85	1,98	1951,99	4877	47827,03	24,50			

Fonte: Elaborado pela autor

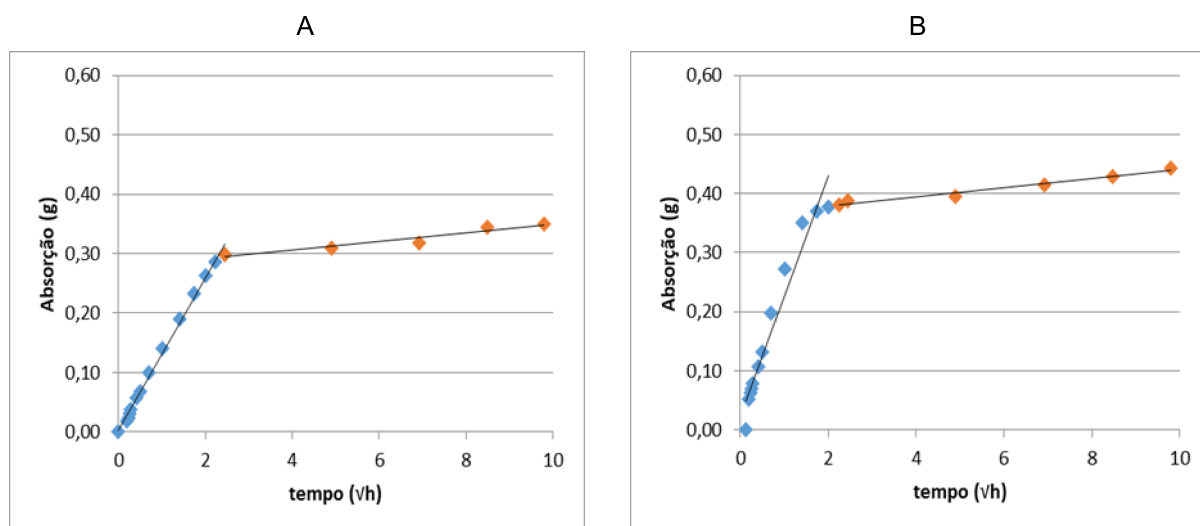
## APENDICE F – ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

O presente apêndice retrata as curvas de absorção individuais médias, assim como as porosidades total e efetiva para cada traço, apontados na Tabela 25 e Figura 55.

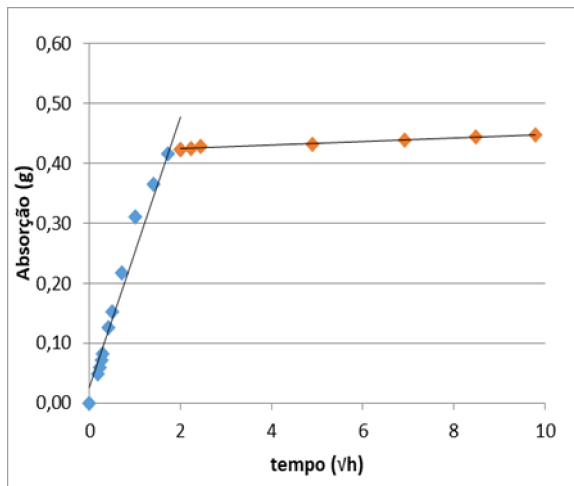
Tabela 25 – Absorção de água individual média de cada traço

Teor	a/c	Porosidade		Curva <span style="color:blue">◆</span>		Curva <span style="color:red">◆</span>		Gráfico
		Total	Efetiva	Equação	R <sup>2</sup>	Equação	R <sup>2</sup>	
CPV	0,42	19,26	15,40	$y = 0,1281x + 0,002$	0,995	$y = 0,0073x + 0,2762$	0,925	A
	0,50	25,20	21,31	$y = 0,2045x + 0,022$	0,951	$y = 0,0077x + 0,3633$	0,972	B
	0,58	26,23	24,75	$y = 0,2255x + 0,0255$	0,963	$y = 0,0029x + 0,4187$	0,974	C
15%	0,42	19,02	15,27	$y = 0,1266x - 0,0085$	0,998	$y = 0,0076x + 0,2731$	0,905	D
	0,50	20,18	18,66	$y = 0,1567x - 0,006$	0,985	$y = 0,0045x + 0,3302$	0,933	E
	0,58	27,05	22,35	$y = 0,1907x + 0,0317$	0,937	$y = 0,0079x + 0,3856$	0,766	F
25%	0,42	17,92	15,24	$y = 0,1327x - 0,0072$	0,997	$y = 0,0058x + 0,2499$	0,972	G
	0,50	20,93	18,80	$y = 0,1512x + 0,0056$	0,979	$y = 0,0044x + 0,3283$	0,990	H
	0,58	23,10	21,40	$y = 0,1755x + 0,0086$	0,981	$y = 0,0039x + 0,3672$	0,952	I
35%	0,42	16,97	13,59	$y = 0,1092x + 0,008$	0,988	$y = 0,0075x + 0,2263$	0,961	J
	0,50	19,84	17,39	$y = 0,1566x - 0,0081$	0,990	$y = 0,0051x + 0,3285$	0,930	K
	0,58	22,26	18,97	$y = 0,1668x - 0,0068$	0,984	$y = 0,0056x + 0,3479$	0,761	L

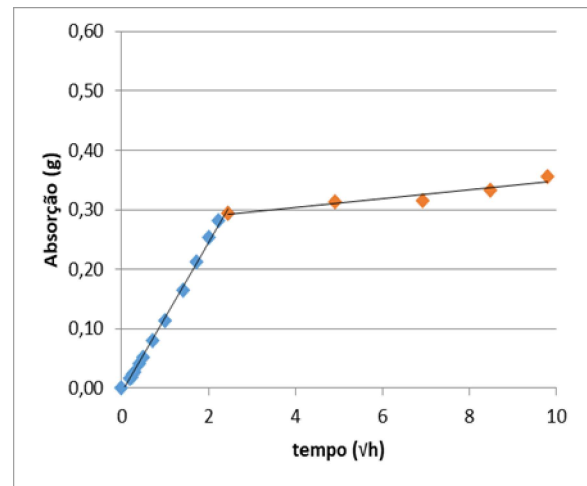
Figura 55 – Absorção de água individual média de cada traço



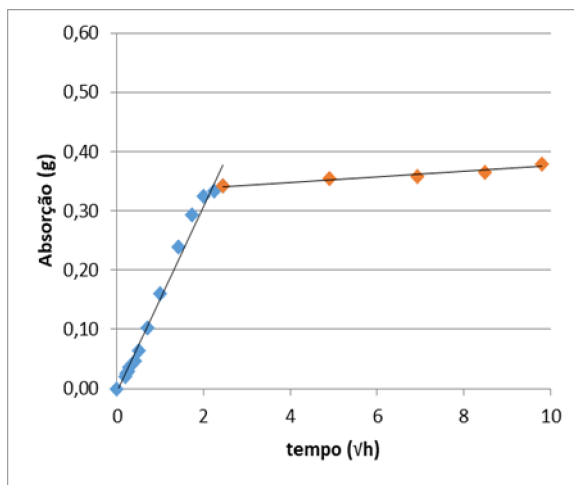
C



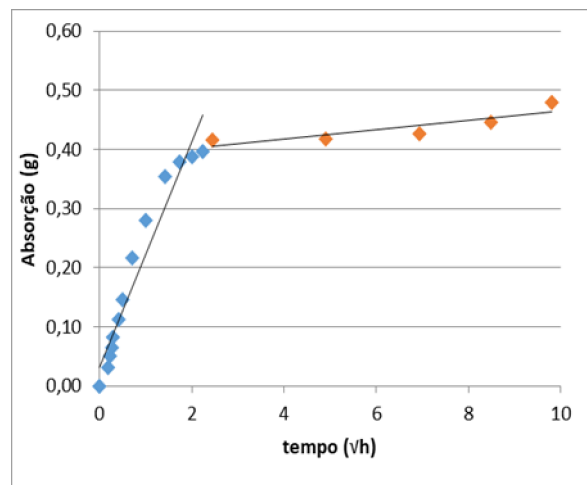
D



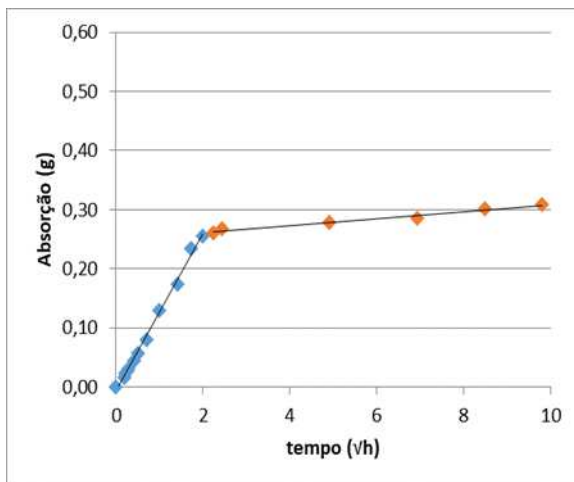
E



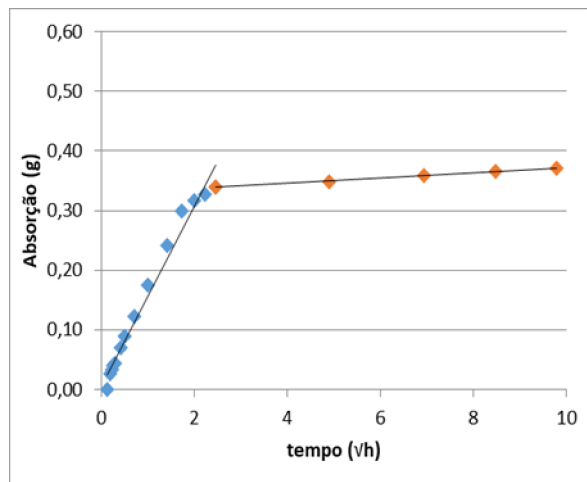
F

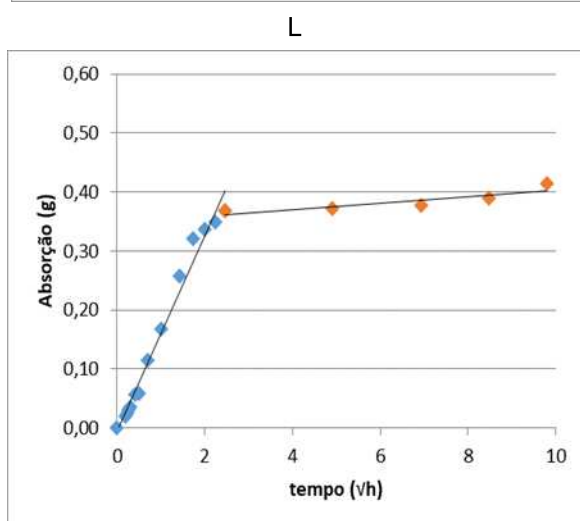
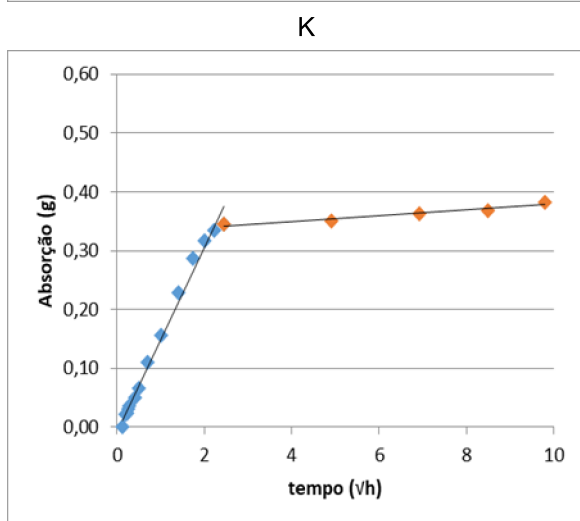
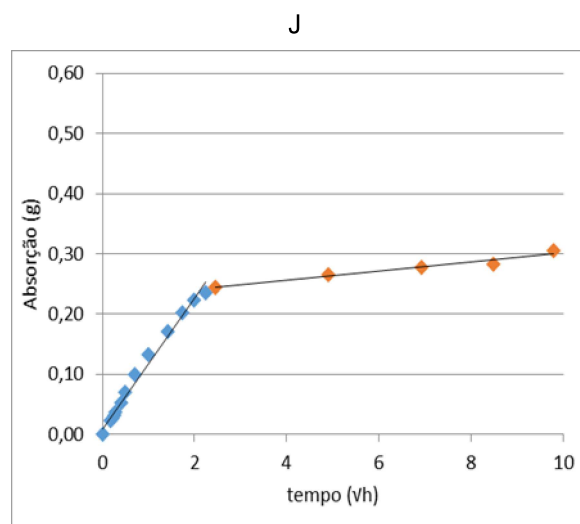
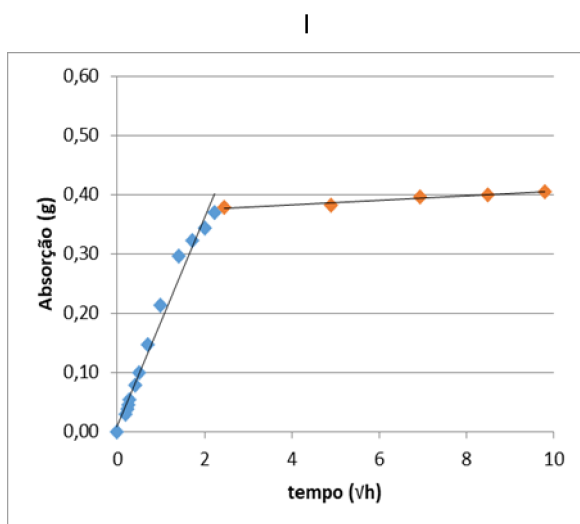


G



H





Fonte: Elaborado pela autor

## APENDICE G – MEDIDAS DE PROFUNDIDADE DE CARBONATAÇÃO

Tabela 26 – Profundidade de carbonatação com fenolftaleína em mm

Amostra	7 dias		28 dias		63 dias		91 dias	
	Face 1	Face 2	Face 1	Face 2	Face 1	Face 2	Face 1	Face 2
42/CPV	*	*	*	*	2,97	2,91	4,19	4,47
42/15	*	*	0,50	*	2,79	3,05	5,20	4,95
42/25	*	*	*	*	1,55	1,51	4,60	4,92
42/35	*	*	*	*	1,99	2,35	5,72	5,78
50/CPV	*	*	1,13	2,48	4,92	4,78	5,73	6,23
50/15	*	*	1,49	1,96	4,83	4,72	6,24	6,35
50/25	*	*	0,76	1,44	4,75	4,66	6,07	6,10
50/35	*	*	1,30	1,65	5,34	4,42	6,27	6,15
58/CPV	*	*	1,40	3,68	6,19	6,90	6,58	8,00
58/15	*	*	1,90	2,88	5,40	6,60	7,16	6,48
58/25	*	*	2,09	2,57	6,21	6,30	8,10	7,76
58/35	*	*	2,52	2,56	6,18	6,53	8,48	8,40

\* inferior a 0,5mm

Fonte: Elaborado pela autora

## APENDICE H - COEFICIENTE DE CARBONATAÇÃO

O coeficiente de carbonatação (k) foi obtido através da equação do gráfico da raiz do tempo pela profundidade de carbonatação, apresentado na Tabela 27 e Figura 56.

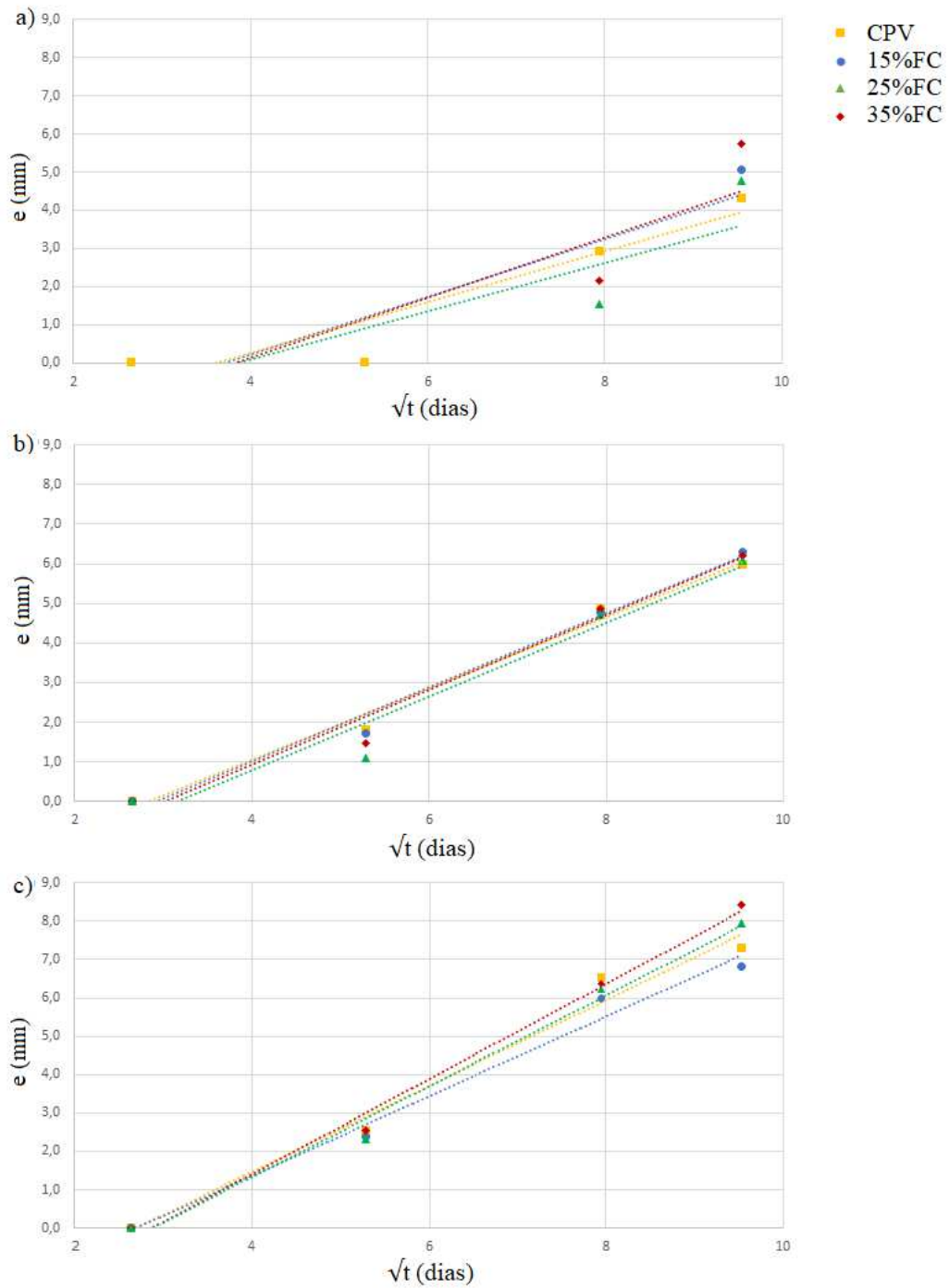
Tabela 27 – Coeficiente de carbonatação

Relação a/c	%FC	Equação	R <sup>2</sup>	K
0,42	CPV	$y = 0,6684x - 2,4242$	0,872	0,6684
	15%FC	$y = 0,7535x - 2,7834$	0,858	0,7535
	25%FC	$y = 0,6371x - 2,47$	0,743	0,6371
	35%FC	$y = 0,7884x - 3,0243$	0,778	0,7884
0,50	CPV	$y = 0,9x - 2,5567$	0,988	0,9000
	15%FC	$y = 0,9358x - 2,7429$	0,986	0,9358
	25%FC	$y = 0,931x - 2,9399$	0,956	0,9310
	35%FC	$y = 0,941x - 2,8351$	0,974	0,9410
0,58	CPV	$y = 1,1207x - 3,0241$	0,979	1,1207
	15%FC	$y = 1,0408x - 2,8074$	0,984	1,0408
	25%FC	$y = 1,1862x - 3,4051$	0,989	1,1862
	35%FC	$y = 1,2428x - 3,5601$	0,992	1,2428

Fonte: Elaborado pela autora



Figura 56 – Gráfico para o coeficiente de carbonatação (k), onde: a) relação a/c 0,42; b) relação a/c 0,50 e c) relação a/c 0,58



Fonte: Elaborado pela autor

## ANEXO A – ADITIVO SUPERPLASTIFICANTE



### GLENIUM® 51

Aditivo super plastificante de terceira geração.

### DESCRIÇÃO DO PRODUTO

GLENIUM® 51 é um aditivo para concreto, líquido, pronto para o uso e livre de cloretos.

GLENIUM® 51 foi desenvolvido para produção de concretos fluídos, concretos REODINÂMICOS e concretos de alto desempenho (CAD), geralmente utilizados na indústria de pré-moldados e concretos protendidos, onde se requer maior durabilidade e desempenho.

GLENIUM® 51 é baseado em uma cadeia de éter policarboxílico modificado que atua como dispersante do material cimentício, propiciando super plastificação e alta redução água, tornado o concreto com maior trabalhabilidade sem alteração do tempo de pega.

GLENIUM® 51 é recomendado para fabricação de todo tipo de concreto onde se necessita baixo fator A/C\* e alta fluidez.

GLENIUM® 51 é compatível com todos os tipos de cimento portland.

GLENIUM® 51 atende requisitos das normas brasileiras NBR 11768 (tipo P e SP) e ASTM C494 (tipo A e F).

### PROPRIEDADE E BENEFÍCIOS

GLENIUM® 51 apresenta as seguintes propriedades e benefícios:

Estado Fresco	Estado Endurecido
<p>Alta taxa de redução de água (40% aproximadamente);</p> <p>Aumenta a coesão e redução da segregação;</p> <p>Aumenta a trabalhabilidade do concreto;</p> <p>Não altera o tempo de pega do cimento portland;</p> <p>Facilita o adensamento e o lançamento;</p> <p>Facilita o bombeamento;</p> <p>Reduz o fator A/C*;</p> <p>Reduz os tempos de cura ambiente ou a vapor.</p>	<p>Aumenta a resistência à compressão;</p> <p>Aumenta a resistência à flexão;</p> <p>Aumenta o modulo de elasticidade;</p> <p>Aumento da durabilidade do concreto;</p> <p>Melhor acabamento do concreto endurecido;</p> <p>Possível redução do consumo de cimento portland para uma dada resistência;</p> <p>Redução de permeabilidade;</p> <p>Redução de fissuras.</p>

### **CAMPOS DE APLICAÇÃO**

GLENIUM® 51 é recomendado para uso em todos os tipos de concreto onde se deseja alta redução da água de amassamento sem alteração no tempo de pega, tais como:

Concretos usinados em geral (barragens, rodovias, etc.)

Concretos reforçados, pré-fabricados, bombeados, fluídos e de pouco peso ou peso normal;

Concreto protendido;

Concreto Reodinâmico e de alto desempenho;

Construções “fast-track”;

Concretos para reparações de superfícies de pontes.

### **MODO DE UTILIZAÇÃO / APLICAÇÃO**

O que diferencia o GLENIUM® 51 dos aditivos superplastificantes tradicionais (à base de naftaleno sulfonato ou melamina sulfonada) é o tipo de mecanismo de ação que melhora sensivelmente a dispersão das partículas de cimento. Os polímeros tradicionais normalmente são absorvidos pelas partículas de cimento, estes recobrem a superfície das partículas no processo de mistura do concreto. Os grupos sulfônicos das cadeias de polímeros aumentam a carga negativa da superfície das partículas de cimento e dispersam estas por repulsão elétrica. Este mecanismo eletrostático causa a dispersão da pasta de cimento e a consequência positiva é que se requer menos água na mistura para se obter uma determinada consistência do concreto.

GLENIUM® 51 possui uma estrutura química diferenciada da estrutura dos superplastificantes tradicionais, os polímeros de éter policarboxílico possuem largas cadeias laterais, que se depositam na superfície das partículas de cimento iniciando o mecanismo de dispersão eletrostática, porém as cadeias laterais são unidas à estrutura polimérica gerando uma energia que estabiliza a capacidade de refração e dispersão das partículas de cimento. Com esse mecanismo mesmo durante o início do processo de hidratação do cimento o polímero continua atuando promovendo a dispersão das partículas.

### **APLICAÇÃO**

GLENIUM® 51 deve ser adicionado após o final da mistura dos componentes do concreto, (cimento portland, água e agregados, etc.), ou junto a segunda parte da água de amassamento que será utilizada na mistura.

Nunca deve ser adicionado aos componentes secos do concreto ou cimento.

### **DOSAGEM**

GLENIUM® 51 deve ser utilizado nas dosagens de 0,2 a 1,0% s.p.c\*\*.

Estas dosagens são orientativas, sendo imprescindível a realização de testes laboratoriais e/ou de campo. A dosagem ótima de GLENIUM® 51 para uma boa redução de água (>20%) pode variar de acordo com a temperatura ambiente, tipo de cimento, quantidade de finos na mistura, fator A/C\*, condições de mistura, tipos de agregados, etc.

**OBSERVAÇÕES**

O tempo de pega pode ser influenciado pela temperatura e umidade ambiente, bem como com o aumento da dosagem de GLENIUM® 51.

GLENIUM® 51 é compatível com outros aditivos utilizados na fabricação de concretos como modificadores de viscosidade (linha RHEOMAC® VMA 358), exceto com super plastificantes à base de naftaleno sulfonatos. Para dosagens fora da faixa recomendada e para maiores informações entrar em contato com nosso departamento técnico.

A limpeza dos equipamentos e ferramentas que foram sujos com GLENIUM® 51 deve ser feita com água abundante.

GLENIUM® 51 quando utilizado com outros aditivos deve ser adicionado separadamente.

**DADOS TÉCNICOS**

Função	Aditivo super plastificante de terceira geração para concreto.		
Base	Éter policarboxílico.		
Química			
Aspecto	Líquido		
Cor	Branco turvo		
Ação secundária: Redutor de água Solubilidade em água: Total			
Não contém cloreto de cálcio, intencionalmente adicionado, ou ingredientes a base de cloreto.			
Teste	Método BASF	Especificação	Unidade
Aparência	pH	TM 761B TM 112	Líquido branco
Densidade	Sólidos	B	turvo 5 - 7
Viscosidade	TM 103 B	1,067 - 1,107	g/cm <sup>3</sup>
	TM 613 B	28,5 - 31,5	%
	TM 117	< 150	cps



The Chemical Company

**EMBALAGEM E ARMAZENAGEM**

Embalagem	Em	GLENIUM® 51 é fornecido em embalagens de 5,4 kg, 217 kg e caminhão tanque.
	Validade	12 meses a partir da data de fabricação, quando respeitados as condições de armazenagem.
Armazenagem	Arm	Em condições ambientais adequadas e devidamente embalado. Local coberto, fresco, seco, longe de temperaturas extremas ou fontes de calor, nas embalagens originais e lacradas. Armazenar longe do alcance de crianças.

**TRANSPORTE E SEGURANÇA**

Transporte	Tra	GLENIUM® 51 é classificado como Transporte Não Perigoso.
	Manuseio	Ma
Propriedade		Fog
	Toxi	Produto não considerado tóxico, porém impróprio para o consumo humano.
	Segurança	Para maiores detalhes, consultar a Ficha de Segurança do produto.

**INFORMAÇÕES COMPLEMENTARES****Legenda:**

fator A/C\* - relação entre água e cimento. s.p.c\*\* - sobre o peso de cimento.

## ANEXO B – TINTA EMBORRACHADA



**BOLETIM TÉCNICO**  
FR413 (REV. 01)

## EMBORRACHAMENTO (BATIDA DE PEDRA)

### RECOMENDAÇÕES DE USO

Indicado para proteger as partes do automóvel sujeitas a batidas de pedra e constante impregnação de graxa e resíduos de asfalto tais como: partes internas e externas dos para-lamas, saias dianteiras e traseiras. Elimina ruídos quando aplicado nas partes internas de laterais, porta-malas, chassis e assoalhos.

Este produto recebe qualquer tipo de acabamento automotivo sobre ele, ou seja, esmalte sintético, laca nitrocelulose, laca acrílica, sem que estes acabamentos sofram distorções em suas tonalidades. Possuímos o emborrachamento nas cores branca e preta.

#### Composição Química

Emulsão acrílica solúvel em água, aditivos e pigmentos especiais.

### DADOS PARA APLICAÇÃO

#### Catálise e/ou Diluição

O emborrachamento é pronto para uso, porém caso necessário pode-se diluir com água em até 10%.

#### Aplicação

Aplicar com pistola própria para emborrachamento, com uma pressão de ar de 40 lb/pol<sup>2</sup> à uma distância de 20 a 30 cm do substrato,

#### Rendimento SECAGEM

4 a 5 m<sup>2</sup>/litro/demão

Essas informações representam o melhor de nosso conhecimento à época de sua publicação. Lembramos que o bom resultado final da aplicação dos produtos depende de fatores que fogem ao nosso controle e que dizem respeito a preparação da superfície e conhecimentos técnicos do aplicador. A empresa reserva-se o direito de alterar essas especificações sem aviso prévio.

A secagem ao toque é de 30 minutos. A secagem ao manuseio é de 3 horas. A secagem final é entre 12 e 18 horas. Em estufa a 60°C, a secagem é de 30 a 40 minutos.

#### DICA:

Para ter uma textura mais rugosa e cascuda indica-se utilizar uma pressão de ar mais baixa.

#### PREPARO DE SUPERFÍCIE

Lixar ou utilizar a escova de aço para eliminar ferrugem e partículas soltas. Utilizar a solução Desengraxante Anjo para limpar gorduras, óleos, graxas e resíduos em geral. Aplicar o emborrachamento sobre primer para evitar a corrosão da peça metálica.

#### RECOMENDAÇÃO DE SEGURANÇA

- Armazenar o produto em ambientes abrigados, ventilados e com temperatura máxima de 40°C.
- Produto quando aplicado emana vapores que devem ser evitados com o uso correto de EPI's, como máscaras, e respiradores, mantendo uma boa ventilação durante a aplicação.
- Evite contato com a pele utilizando luvas, óculos, roupas adequadas, cremes protetores etc.
- Manter longe do contato de crianças e animais.

#### OBSERVAÇÕES

O rendimento prático deste produto é variável de acordo com espessura aplicada, método e técnica de aplicação, tipo e rugosidade do substrato e condições ambientais, etc.

As instruções contidas neste boletim são baseadas em nossa experiência e conhecimento técnico, entretanto, alguns fatores independem de nosso controle como fabricante, tais como: preparo de superfície, aplicação, condições de trabalho, etc.

Não assumimos qualquer responsabilidade quanto a danos materiais e pessoais causados pelo mau uso das informações contidas neste boletim e dos produtos mencionados.

Este boletim está sujeito a alterações, sem aviso prévio.

## ANEXO C – FICHAS CATALOGRÁFICAS

### A.I FICHA CRISTALOGRÁFICA DA ARAGONITA

#### Name and formula

Reference code: 96-901-5511  
 Mineral name: Aragonite  
 Compound name: Aragonite  
 Common name: Aragonite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{4.00}\text{C}_{4.00}\text{O}_{12.00}$

#### Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic  
 Space group: P n m a  
 Space group number: 62  
 a (Å): 5.7630  
 b (Å): 4.9600  
 c (Å): 7.9920  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 90.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.91  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 228.45  
 RIR: 1.22

#### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

#### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:25:17 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:25:17 PM  
 Cross-References: COD:96-901-5511  
 Structure TIDY: TRANS c,a,b origin 0 1/2 0  
 Structure TIDY: REMARK Transformed from setting P m c n.  
 Publication title: Temperature dependence of the structural parameters in the transformation of aragonite to calcite, as determined from in situ synchrotron powder X-ray-diffraction data Note: T = 135 C  
 Note: P = 101 kPa  
 COD database code: 9015510

#### References

Structure: Antao, S. M., Hassan, I., *The Canadian Mineralogist*, **48**, 1225 - 1236, (2010)

#### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	1	0	1	4.67444	18.970	0.4
2	0	1	1	4.21435	21.063	1.5



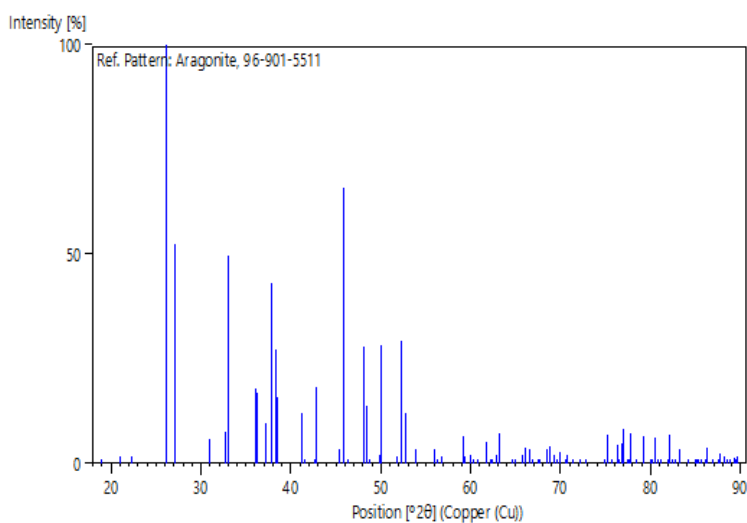
3	0	0	2	3.99600	22.229	1.5
4	1	1	1	3.40180	26.175	100.0
5	1	0	2	3.28382	27.133	52.2
6	2	0	0	2.88150	31.010	5.7
7	1	1	2	2.73811	32.679	7.5
8	2	0	1	2.71069	33.019	49.6
9	2	1	0	2.49156	36.018	18.0
10	0	2	0	2.48000	36.191	16.8
11	1	0	3	2.41814	37.151	9.6
12	2	1	1	2.37865	37.790	42.9
13	0	1	3	2.34691	38.321	27.3
14	2	0	2	2.33722	38.486	16.1
15	1	2	1	2.19077	41.172	12.0
16	1	1	3	2.17358	41.512	0.5
17	2	1	2	2.11425	42.734	0.1
18	0	2	2	2.10717	42.884	18.2
19	0	0	4	1.99800	45.354	3.4
20	1	2	2	1.97903	45.813	65.9
21	2	0	3	1.95611	46.381	0.2
22	1	0	4	1.88777	48.165	28.0
23	2	2	0	1.87968	48.385	13.6
24	3	0	1	1.86780	48.713	0.2
25	2	2	1	1.82976	49.794	1.9
26	2	1	3	1.81971	50.087	28.3
27	1	1	4	1.76430	51.775	1.8
28	3	1	1	1.74797	52.295	29.2
29	3	0	2	1.73133	52.836	12.1
30	2	2	2	1.70090	53.857	3.3
31	2	0	4	1.64191	55.958	3.3
32	3	1	2	1.63461	56.230	0.1
33	0	3	1	1.61905	56.819	1.9
34	1	3	1	1.55871	59.233	6.6
35	3	0	3	1.55815	59.256	0.2
36	0	2	4	1.55588	59.351	1.8
37	1	0	5	1.54025	60.015	1.9
38	2	2	3	1.53585	60.204	0.9
39	0	1	5	1.52135	60.839	0.2
40	1	2	4	1.50210	61.703	5.3
41	3	2	1	1.49199	62.168	0.0
42	3	1	3	1.48652	62.422	0.0
43	1	3	2	1.47673	62.883	2.1
44	1	1	5	1.47096	63.158	7.2
45	4	0	0	1.44075	64.641	0.4
46	2	3	0	1.43404	64.980	0.2
47	3	2	2	1.41962	65.723	0.8
48	4	0	1	1.41789	65.813	2.0
49	2	3	1	1.41150	66.149	3.7
50	0	3	3	1.40478	66.507	3.3
51	2	0	5	1.39775	66.885	0.0
52	3	0	4	1.38477	67.596	0.1
53	4	1	0	1.38356	67.663	0.5
54	2	2	4	1.36905	68.479	3.5
55	1	3	3	1.36482	68.721	0.1
56	4	1	1	1.36328	68.809	4.0
57	4	0	2	1.35535	69.269	2.0
58	2	3	2	1.34976	69.597	0.3
59	2	1	5	1.34535	69.858	2.7
60	3	1	4	1.33377	70.555	0.1
61	0	0	6	1.33200	70.662	1.9
62	3	2	3	1.31935	71.443	0.1
63	1	2	5	1.30844	72.132	0.5
64	4	1	2	1.30741	72.197	0.1
65	1	0	6	1.29779	72.818	0.2
66	4	0	3	1.26729	74.866	0.0
67	2	3	3	1.26272	75.184	6.9
68	1	1	6	1.25552	75.690	0.0
69	4	2	0	1.24578	76.388	4.3
70	1	3	4	1.24376	76.535	0.0
71	0	4	0	1.24000	76.809	4.7
72	3	3	1	1.23800	76.956	8.2
73	4	2	1	1.23092	77.481	0.0

74	3	0	5	1.22869	77.648	0.0
75	4	1	3	1.22784	77.711	7.1
76	2	2	5	1.21767	78.485	0.9
77	3	2	4	1.20906	79.153	6.6
78	1	4	1	1.19855	79.986	0.0
79	3	3	2	1.19571	80.215	0.1
80	3	1	5	1.19264	80.463	6.2
81	4	2	2	1.18932	80.733	0.2
82	0	4	2	1.18429	81.148	0.1
83	2	1	6	1.17467	81.954	0.4
84	0	2	6	1.17346	82.057	7.0
85	4	0	4	1.16861	82.471	0.6
86	2	3	4	1.16502	82.781	0.0
87	1	4	2	1.16005	83.215	3.4
88	1	2	6	1.14986	84.120	0.0
89	0	3	5	1.14917	84.182	0.0
90	5	0	1	1.14080	84.944	0.0
91	2	4	0	1.13901	85.108	1.1
92	4	1	4	1.13747	85.251	0.0
93	3	3	3	1.13393	85.580	0.3
94	4	2	3	1.12849	86.093	0.2
95	2	4	1	1.12762	86.176	1.0
96	1	3	5	1.12698	86.236	3.8
97	1	0	7	1.11995	86.912	0.0
98	0	1	7	1.11262	87.630	0.5
99	5	1	1	1.11177	87.714	2.5
100	5	0	2	1.10745	88.144	1.8
101	1	4	3	1.10339	88.553	0.2
102	3	2	5	1.10097	88.798	0.1
103	2	4	2	1.09538	89.372	1.4
104	3	0	6	1.09461	89.453	0.0
105	1	1	7	1.09245	89.678	1.8

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca	Ca	0.24620	0.25000	0.58610	0.7896	1.0000	4c
2	C	C	0.06700	0.25000	0.23410	2.2108	1.0000	4c
3	O1	O	0.08870	0.25000	0.08160	2.2108	1.0000	4c
4	O2	O	0.09820	0.02700	0.31590	2.2108	1.0000	8d

### Stick Pattern



## A.II FICHA CRISTALOGRÁFICA DO C4AF

### Name and formula

Reference code: 96-901-6629  
 Mineral name: Brownmillerite  
 Compound name: Brownmillerite  
 Common name: Brownmillerite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{8.00}\text{Fe}_{8.00}\text{O}_{20.00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Orthorhombic  
 Space group:  $Pnma$   
 Space group number: 62  
 a (Å): 5.3740  
 b (Å): 14.6170  
 c (Å): 5.5530  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 90.0000  
 Calculated density ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ): 4.14  
 Volume of cell ( $10^6 \text{pm}^3$ ): 436.20  
 RIR: 2.72

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:27:21 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:27:21 PM  
 Cross-References: COD:96-901-6629  
 Structure TIDY: TRANS Origin 0 1/2 0  
 Publication title: The effect of oxygen vacancies and aluminium substitution on the high-pressure properties of brownmillerite-structured  $\text{Ca}_2\text{Fe}_{2-x}\text{Al}_x\text{O}_5$  Note:  $x = 0.0$  Note:  $P = 3.863 \text{ GPa}$   
 COD database code: 9016628

### References

Structure: Vanpeteghem, C. B., Angel, R. J., Zhao, J., Ross, N. L., Redhammer, G. J., Seifert, F., *Physics and Chemistry of Minerals*, **35**, 493 - 504, (2008)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2 $\theta$ [°]	I [%]
1	0	2	0	7.30850	12.100	13.5
2	0	1	1	5.19103	17.067	4.8
3	1	0	1	3.86172	23.012	11.1
4	1	1	1	3.73362	23.813	2.5
5	0	3	1	3.66240	24.283	11.0
6	0	4	0	3.65425	24.338	7.8
7	1	2	1	3.41439	26.077	0.4
8	1	3	1	3.02642	29.491	8.4

9	0	0	2	2.77650	32.214	36.6
10	2	0	0	2.68700	33.318	43.6
11	1	4	1	2.65426	33.741	100.0
12	2	1	0	2.64272	33.893	1.4
13	0	2	2	2.59551	34.529	0.0
14	0	5	1	2.58682	34.648	9.6
15	2	2	0	2.52195	35.569	0.4
16	1	0	2	2.46673	36.393	2.4
17	0	6	0	2.43617	36.866	0.5
18	1	1	2	2.43233	36.926	1.6
19	2	0	1	2.41872	37.141	0.0
20	2	1	1	2.38627	37.665	0.0
21	2	3	0	2.35292	38.220	0.1
22	1	2	2	2.33719	38.487	1.0
23	1	5	1	2.33084	38.596	3.2
24	2	2	1	2.29624	39.201	0.3
25	0	4	2	2.21076	40.783	1.2
26	1	3	2	2.20076	40.976	0.8
27	2	3	1	2.16646	41.655	5.6
28	2	4	0	2.16477	41.689	1.1
29	1	6	1	2.06043	43.907	14.0
30	1	4	2	2.04452	44.267	0.9
31	2	4	1	2.01693	44.905	0.0
32	2	5	0	1.97830	45.831	0.5
33	0	7	1	1.95452	46.421	0.0
34	2	0	2	1.93086	47.024	38.7
35	2	1	2	1.91423	47.457	1.8
36	1	5	2	1.88526	48.233	2.8
37	2	2	2	1.86681	48.740	7.3
38	2	5	1	1.86357	48.830	0.8
39	1	7	1	1.83681	49.589	0.2
40	0	1	3	1.83633	49.603	0.2
41	0	6	2	1.83120	49.752	1.5
42	0	8	0	1.82712	49.870	18.1
43	2	6	0	1.80481	50.530	1.8
44	2	3	2	1.79505	50.824	0.1
45	1	0	3	1.75010	52.226	0.1
46	1	1	3	1.73769	52.628	0.1
47	1	6	2	1.73333	52.770	0.4
48	0	3	3	1.73034	52.869	7.7
49	2	6	1	1.71643	53.331	0.0
50	2	4	2	1.70719	53.642	0.8
51	3	0	1	1.70482	53.723	0.5
52	1	2	3	1.70198	53.820	0.2
53	3	1	1	1.69334	54.117	0.7
54	3	2	1	1.66025	55.287	0.1
55	1	8	1	1.65159	55.601	3.6
56	2	7	0	1.64880	55.704	0.9
57	1	3	3	1.64707	55.767	0.1
58	2	5	2	1.61116	57.123	0.6
59	3	3	1	1.60916	57.200	6.5
60	1	7	2	1.59377	57.805	1.9
61	2	7	1	1.58060	58.333	0.5
62	1	4	3	1.57842	58.421	17.8
63	0	5	3	1.56388	59.018	2.8
64	0	9	1	1.55881	59.229	0.7
65	3	4	1	1.54496	59.813	14.1
66	0	8	2	1.52629	60.621	7.0
67	2	0	3	1.52432	60.708	0.3
68	2	1	3	1.51610	61.072	0.1
69	2	6	2	1.51321	61.201	0.1
70	2	8	0	1.51091	61.304	8.5
71	3	0	2	1.50524	61.560	1.3
72	1	5	3	1.50159	61.726	0.0
73	3	1	2	1.49732	61.922	0.4
74	1	9	1	1.49710	61.932	0.3
75	2	2	3	1.49221	62.157	0.4
76	3	2	2	1.47430	62.998	1.7
77	3	5	1	1.47270	63.074	3.0
78	1	8	2	1.46822	63.289	0.5
79	0	10	0	1.46170	63.604	0.5

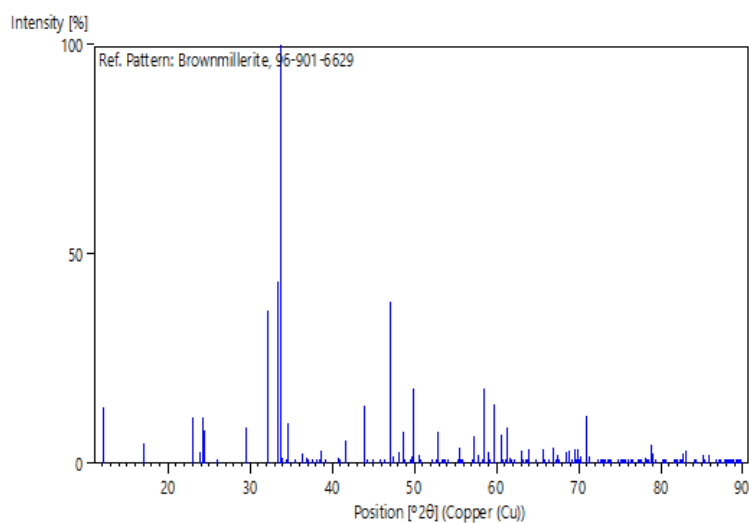
80	2	8	1	1.45790	63.789	0.0
81	2	3	3	1.45479	63.942	3.7
82	3	3	2	1.43817	64.770	0.1
83	1	6	3	1.42135	65.633	3.4
84	2	7	2	1.41767	65.825	0.9
85	2	4	3	1.40683	66.397	0.4
86	3	6	1	1.39678	66.938	3.6
87	3	4	2	1.39179	67.209	0.4
88	2	9	0	1.38994	67.311	0.0
89	0	0	4	1.38825	67.404	2.0
90	0	7	3	1.38514	67.575	0.4
91	1	10	1	1.36705	68.593	2.5
92	0	2	4	1.36386	68.776	3.0
93	1	9	2	1.35649	69.202	0.0
94	2	5	3	1.35162	69.488	3.3
95	2	9	1	1.34834	69.681	0.0
96	1	0	4	1.34413	69.931	0.1
97	4	0	0	1.34350	69.969	3.4
98	1	7	3	1.34130	70.100	0.0
99	1	1	4	1.33848	70.270	1.7
100	3	5	2	1.33826	70.283	0.6
101	4	1	0	1.33786	70.307	0.8
102	2	8	2	1.32713	70.961	11.4
103	1	2	4	1.32195	71.281	0.3
104	4	2	0	1.32136	71.318	1.7
105	3	7	1	1.32059	71.366	0.2
106	4	0	1	1.30582	72.299	0.1
107	4	1	1	1.30064	72.633	0.1
108	0	4	4	1.29776	72.820	0.0
109	1	3	4	1.29572	72.953	0.2
110	4	3	0	1.29516	72.990	0.1
111	0	10	2	1.29341	73.105	0.7
112	0	11	1	1.29233	73.176	0.1
113	2	6	3	1.29221	73.183	0.1
114	3	0	3	1.28724	73.512	0.0
115	4	2	1	1.28547	73.630	0.0
116	2	10	0	1.28401	73.728	0.4
117	3	1	3	1.28228	73.844	0.0
118	3	6	2	1.28053	73.962	0.9
119	3	2	3	1.26773	74.835	0.3
120	1	8	3	1.26386	75.104	0.4
121	1	4	4	1.26149	75.269	0.0
122	4	3	1	1.26131	75.282	0.0
123	4	4	0	1.26098	75.306	0.0
124	1	10	2	1.25750	75.550	0.1
125	1	11	1	1.25651	75.620	0.3
126	2	10	1	1.25100	76.012	0.1
127	3	8	1	1.24649	76.337	0.8
128	3	3	3	1.24454	76.478	0.3
129	2	9	2	1.24290	76.597	0.1
130	2	0	4	1.23336	77.299	1.2
131	2	7	3	1.23118	77.461	0.0
132	4	4	1	1.22967	77.574	0.1
133	2	1	4	1.22900	77.625	0.1
134	1	5	4	1.22123	78.212	1.2
135	3	7	2	1.22106	78.225	0.5
136	4	5	0	1.22076	78.248	0.4
137	0	12	0	1.21808	78.453	0.8
138	2	2	4	1.21617	78.600	0.9
139	3	4	3	1.21412	78.759	4.5
140	4	0	2	1.20936	79.129	2.2
141	0	6	4	1.20616	79.381	0.3
142	4	1	2	1.20524	79.453	0.8
143	2	3	4	1.19565	80.219	0.0
144	4	2	2	1.19313	80.423	0.4
145	4	5	1	1.19229	80.492	0.1
146	2	11	0	1.19112	80.586	0.0
147	1	9	3	1.19047	80.640	0.0
148	3	5	3	1.17809	81.666	0.1
149	1	6	4	1.17688	81.768	0.2
150	4	6	0	1.17646	81.803	0.2

151	3	9	1	1.17592	81.849	0.6
152	4	3	2	1.17374	82.033	0.0
153	2	8	3	1.17048	82.311	0.2
154	1	11	2	1.16987	82.363	0.0
155	2	4	4	1.16860	82.473	0.2
156	2	10	2	1.16542	82.747	2.4
157	2	11	1	1.16463	82.815	0.6
158	3	8	2	1.16177	83.064	0.8
159	1	12	1	1.16166	83.073	3.1
160	4	6	1	1.15091	84.025	0.0
161	4	4	2	1.14812	84.277	0.3
162	3	6	3	1.13813	85.190	2.0
163	2	5	4	1.13637	85.353	0.0
164	1	7	4	1.13022	85.930	2.0
165	4	7	0	1.12985	85.965	0.7
166	1	10	3	1.12187	86.726	0.3
167	4	5	2	1.11751	87.149	0.2
168	0	12	2	1.11546	87.350	0.3
169	2	9	3	1.11146	87.744	0.5
170	3	10	1	1.10967	87.922	0.6
171	2	12	0	1.10941	87.948	0.4
172	0	1	5	1.10741	88.148	0.0
173	4	7	1	1.10716	88.173	0.2
174	0	8	4	1.10538	88.352	1.0
175	3	9	2	1.10400	88.491	0.0
176	0	13	1	1.10202	88.692	0.3
177	2	6	4	1.10038	88.859	0.0
178	3	0	4	1.09730	89.174	0.7
179	3	7	3	1.09577	89.333	0.1
180	2	11	2	1.09464	89.449	0.0
181	3	1	4	1.09422	89.492	0.3
182	1	12	2	1.09218	89.705	0.1

## Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca	Ca	0.01920	0.10800	0.52230	0.6601	1.0000	8d
2	FeM	Fe	0.00000	0.00000	0.00000	0.3600	1.0000	4a
3	FeT	Fe	0.05410	0.25000	0.06510	0.4398	1.0000	4c
4	O1	O	0.26210	0.01500	0.23720	0.4903	1.0000	8d
5	O2	O	0.02500	0.63970	0.07340	0.8898	1.0000	8d
6	O3	O	0.40450	0.25000	0.12540	0.6601	1.0000	4c

## Stick Pattern



## A.III FICHA CRISTALOGRÁFICA DA CALCITA

### Name and formula

Reference code: 96-901-6465  
 Mineral name: Calcite  
 Compound name: Calcite  
 Common name: Calcite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{6.00}\text{C}_{6.00}\text{O}_{18.00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: R -3 c  
 Space group number: 167  
 a (Å): 4.9780  
 b (Å): 4.9780  
 c (Å): 17.2950  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.69  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 371.16  
 RIR: 3.13

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:27:03 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:27:03 PM  
 Cross-References: COD:96-901-6465  
 Publication title: Temperature dependence of the structural parameters in the transformation of aragonite to calcite, as determined from in situ synchrotron powder X-ray-diffraction data Note: T = 477 C Note: P = 101 kPa  
 COD database code: 9016464

### References

Structure: Antao, S. M., Hassan, I., *The Canadian Mineralogist*, **48**, 1225 - 1236, (2010)

### Peak list

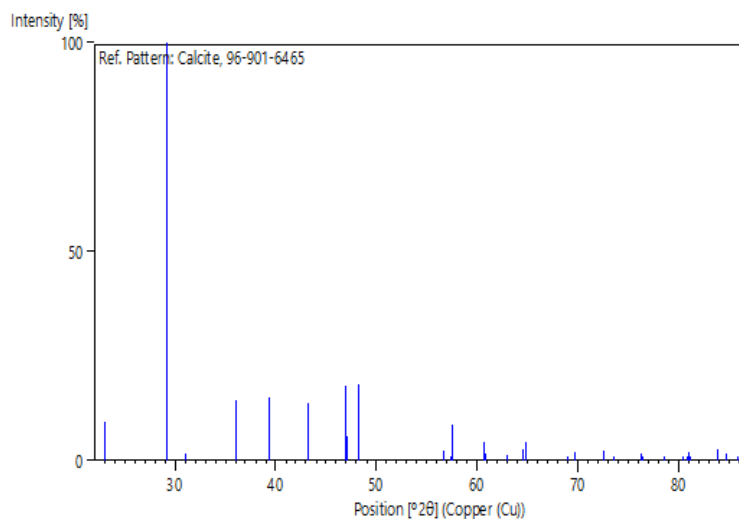
No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	1	0	-2	3.85820	23.033	9.2
2	1	0	4	3.05286	29.230	100.0
3	0	0	6	2.88250	30.999	1.6
4	1	1	0	2.48900	36.056	14.6
5	1	1	3	2.28512	39.400	15.0
6	2	0	2	2.09154	43.221	13.7
7	1	0	-8	1.93250	46.982	17.9
8	2	0	-4	1.92910	47.069	6.0
9	1	1	6	1.88387	48.270	18.4
10	2	1	1	1.62225	56.697	2.4

11	1	0	10	1.60515	57.357	1.1
12	2	1	-2	1.60125	57.509	8.6
13	2	0	8	1.52643	60.615	2.3
14	2	1	4	1.52475	60.689	4.6
15	1	1	9	1.52107	60.851	1.8
16	2	1	-5	1.47407	63.009	1.4
17	0	0	12	1.44125	64.615	2.8
18	3	0	0	1.43702	64.829	4.5
19	2	1	7	1.36025	68.984	0.8
20	2	0	-10	1.34896	69.644	1.9
21	2	1	-8	1.30122	72.595	2.2
22	3	0	-6	1.28607	73.590	0.4
23	1	1	12	1.24724	76.282	1.8
24	2	2	0	1.24450	76.481	0.9
25	2	2	3	1.21648	78.576	0.0
26	3	1	-1	1.19283	80.448	0.0
27	1	0	-14	1.18756	80.878	0.4
28	2	1	10	1.18598	81.008	1.9
29	3	1	2	1.18441	81.138	0.7
30	3	1	-4	1.15242	83.890	2.8
31	2	2	6	1.14256	84.782	1.6
32	2	1	-11	1.13143	85.815	0.2
33	3	1	5	1.13007	85.944	0.0

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca	Ca	0.00000	0.00000	0.00000	2.1634	1.0000	6b
2	C	C	0.00000	0.00000	0.25000	3.7583	1.0000	6a
3	O1	O	0.25290	0.00000	0.25000	3.7583	1.0000	18e

### Stick Pattern





## A.IV FICHA CRISTALOGRÁFICA DA DOLOMITA

### Name and formula

Reference code: 96-900-4933  
 Mineral name: Dolomite  
 Compound name: Dolomite  
 Common name: Dolomite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{3,21}\text{Mg}_{2,79}\text{C}_{6,00}\text{O}_{18,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: R -3  
 Space group number: 148  
 a (Å): 4.8110  
 b (Å): 4.8110  
 c (Å): 16.0250  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.88  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 321.22  
 RIR: 2.56

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:07:55 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:07:55 PM  
 Cross-References: COD:96-900-4933  
 Structure TIDY: TRANS y,x,-z origin 0 0 1/2  
 Publication title: New insight into structural and compositional variability in some ancient excess-Ca dolomite Locality: Coke County, Texas, USA Sample: 821-545, Phase I  
 COD database code: 9004932

### References

Structure:Drits, V. A., McCarty, D. K., Sakharov, B., Milliken, K. L., *The Canadian Mineralogist*, **43**, 1255 - 1290, (2005)

### Peak list

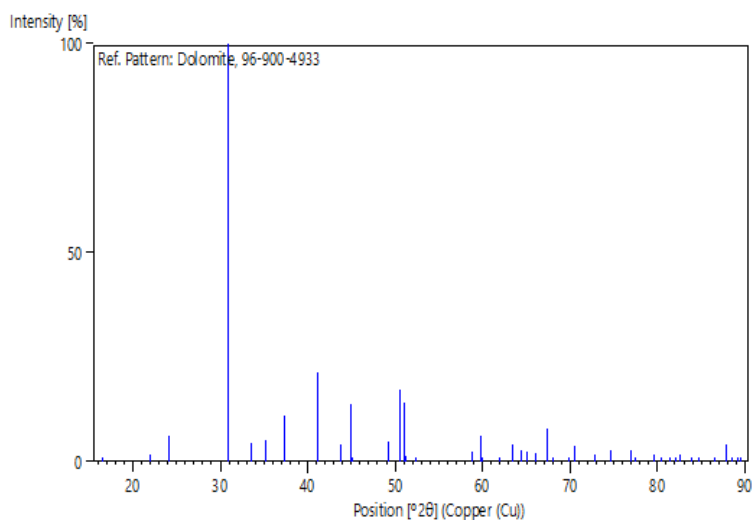
No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	3	5.34167	16.583	0.1
2	0	1	-1	4.03239	22.026	1.7
3	0	1	2	3.69655	24.055	6.0
4	0	1	-4	2.88782	30.941	100.0
5	0	0	6	2.67083	33.526	4.6
6	0	1	5	2.54035	35.303	5.1
7	1	1	0	2.40550	37.353	11.1
8	1	1	-3	2.19336	41.121	21.3
9	0	2	1	2.06584	43.786	4.3

10	0	2	-2	2.01619	44.922	14.0
11	0	1	-7	2.00637	45.154	0.3
12	0	2	4	1.84828	49.261	5.0
13	0	1	8	1.80532	50.515	17.2
14	1	1	6	1.78741	51.057	14.3
15	0	0	9	1.78056	51.268	1.2
16	0	2	-5	1.74667	52.337	0.2
17	2	1	1	1.56722	58.879	2.3
18	1	2	2	1.54521	59.803	6.3
19	0	2	7	1.54077	59.993	0.0
20	0	1	-10	1.49568	61.997	0.7
21	2	1	4	1.46561	63.415	4.0
22	0	2	-8	1.44391	64.482	2.8
23	1	1	9	1.43115	65.128	2.4
24	1	2	5	1.41337	66.050	2.2
25	0	3	0	1.38882	67.372	8.1
26	0	1	11	1.37518	68.132	0.0
27	0	3	-3	1.34413	69.931	0.2
28	0	0	12	1.33542	70.455	3.6
29	1	2	-7	1.29744	72.841	1.7
30	0	2	10	1.27017	74.667	2.5
31	2	1	-8	1.23800	76.955	2.8
32	0	3	6	1.23218	77.386	0.1
33	2	2	0	1.20275	79.650	1.5
34	0	2	-11	1.19386	80.364	0.4
35	0	1	-13	1.18204	81.335	0.2
36	2	2	3	1.17337	82.064	0.3
37	1	1	-12	1.16756	82.561	1.7
38	3	1	-1	1.15257	83.877	0.1
39	1	3	-2	1.14373	84.675	0.8
40	2	1	10	1.12321	86.598	1.0
41	3	1	-4	1.11030	87.859	4.3
42	0	1	14	1.10375	88.517	0.3
43	2	2	-6	1.09668	89.239	1.0
44	0	3	9	1.09509	89.403	0.4

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	CaA	Ca	0.00000	0.00000	0.50000	0.9601	1.0000	3b
2	MgB	Mg	0.00000	0.00000	0.00000	1.2396	0.9300	3a
3	CaB	Ca	0.00000	0.00000	0.00000	1.2396	0.0700	3a
4	C	C	0.00000	0.00000	0.25560	0.5000	1.0000	6c
5	O	O	0.28520	0.03500	0.25600	1.0999	1.0000	18f

### Stick Pattern



## A.V FICHA CRISTALOGRÁFICA DA ETRINGITA

### Name and formula

Reference code: 96-901-5085  
 Mineral name: Ettringite  
 Compound name: Ettringite  
 Common name: Ettringite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{12.00}\text{Al}_{4.00}\text{S}_{6.00}\text{O}_{100.00}\text{H}_{128.00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: P 3 1 c  
 Space group number: 159  
 a (Å): 11.2290  
 b (Å): 11.2290  
 c (Å): 21.4780  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 1.78  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 2345.34  
 RIR: 1.72

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:24:27 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:24:27 PM  
 Cross-References: COD:96-901-5085  
 Structure TIDY: TRANS -x,-y,-z origin 0 0 .25000  
 Publication title: Refined ettringite (Ca<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>(OH)<sub>12</sub>\*26H<sub>2</sub>O) structure for quantitative X-ray diffraction analysis  
 COD database code: 9015084

### References

Structure: Goetz-Neunhoeffer F, Neubauer, J., *Powder Diffraction*, **21**, 4 - 11, (2006)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	2	10.73900	8.227	2.5
2	1	0	0	9.72460	9.086	100.0
3	1	0	1	8.85886	9.977	7.8
4	1	0	2	7.20835	12.269	1.4
5	1	0	3	5.76541	15.356	3.8
6	1	1	0	5.61450	15.771	46.3
7	0	0	4	5.36950	16.496	0.3
8	1	1	-2	4.97554	17.812	11.9
9	2	0	0	4.86230	18.231	2.4
10	2	0	1	4.74230	18.696	0.8
11	1	0	4	4.70055	18.864	25.3
12	2	0	2	4.42943	20.030	0.5

13	2	0	3	4.02234	22.081	5.1
14	1	0	5	3.92932	22.611	0.6
15	1	1	-4	3.88053	22.899	20.9
16	2	1	0	3.67555	24.195	2.3
17	2	1	1	3.62289	24.552	0.5
18	2	0	4	3.60417	24.681	8.3
19	0	0	6	3.57967	24.853	0.2
20	2	1	2	3.47751	25.595	13.8
21	1	0	6	3.35930	26.512	0.4
22	2	1	3	3.26981	27.252	2.9
23	3	0	0	3.24153	27.494	10.3
24	2	0	5	3.21925	27.688	0.1
25	3	0	1	3.20523	27.811	0.5
26	3	0	2	3.10324	28.745	0.8
27	2	1	4	3.03302	29.425	0.2
28	1	1	-6	3.01837	29.571	2.5
29	3	0	3	2.95295	30.242	0.1
30	1	0	7	2.92609	30.526	0.4
31	2	0	6	2.88270	30.997	0.2
32	2	2	0	2.80725	31.852	1.9
33	2	1	5	2.79274	32.022	1.1
34	3	0	4	2.77506	32.232	24.3
35	2	2	-2	2.71599	32.952	0.9
36	3	1	0	2.69712	33.190	2.8
37	0	0	8	2.68475	33.347	5.1
38	3	1	-1	2.67610	33.458	0.9
39	3	1	-2	2.61588	34.252	7.1
40	2	0	7	2.59484	34.538	0.0
41	1	0	8	2.58794	34.633	0.1
42	3	0	5	2.58748	34.639	0.1
43	2	1	6	2.56444	34.961	16.0
44	3	1	3	2.52395	35.540	1.4
45	2	2	-4	2.48777	36.074	1.5
46	4	0	0	2.43115	36.945	0.7
47	1	1	8	2.42208	37.088	1.0
48	4	0	1	2.41572	37.189	0.2
49	3	1	4	2.41015	37.278	3.3
50	3	0	6	2.40278	37.397	0.1
51	4	0	2	2.37115	37.915	0.2
52	2	1	-7	2.35544	38.177	0.5
53	2	0	8	2.35028	38.264	2.9
54	1	0	9	2.31768	38.824	0.5
55	4	0	3	2.30204	39.098	0.4
56	3	1	-5	2.28419	39.416	0.1
57	3	2	0	2.23098	40.397	4.6
58	3	0	7	2.22834	40.447	0.1
59	3	2	-1	2.21904	40.624	0.2
60	4	0	4	2.21472	40.707	1.0
61	2	2	6	2.20899	40.817	14.9
62	3	2	-2	2.18434	41.299	2.3
63	2	1	-8	2.16799	41.624	0.1
64	3	1	6	2.15412	41.905	8.2
65	0	0	10	2.14780	42.034	0.1
66	2	0	9	2.14232	42.147	0.1
67	3	2	3	2.12996	42.403	1.3
68	4	1	0	2.12208	42.568	2.1
69	4	0	5	2.11579	42.701	0.2
70	4	1	1	2.11180	42.786	0.2
71	1	0	10	2.09726	43.097	0.1
72	4	1	-2	2.08183	43.433	1.3
73	3	0	8	2.06766	43.746	0.4
74	3	2	-4	2.06022	43.912	1.5
75	4	1	3	2.03459	44.494	0.2
76	3	1	7	2.02574	44.699	0.1
77	4	0	6	2.01117	45.041	0.1
78	1	1	-10	2.00603	45.162	0.9
79	2	1	-9	2.00156	45.269	0.1
80	3	2	5	1.97988	45.793	0.5
81	4	1	-4	1.97355	45.948	0.7
82	2	0	10	1.96466	46.168	0.0
83	5	0	0	1.94492	46.664	5.9

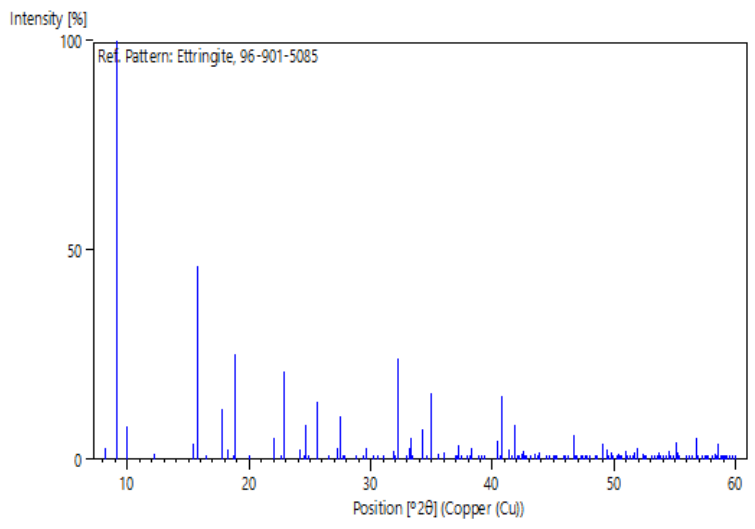
84	2	2	8	1.94027	46.782	0.8
85	5	0	1	1.93699	46.866	0.1
86	3	0	9	1.92180	47.259	0.2
87	1	0	11	1.91434	47.455	0.2
88	5	0	2	1.91379	47.469	0.1
89	4	0	7	1.90550	47.688	0.4
90	3	1	-8	1.90276	47.761	0.4
91	3	2	-6	1.89336	48.013	0.7
92	5	0	3	1.87689	48.461	0.5
93	3	3	0	1.87150	48.610	0.4
94	2	1	10	1.85441	49.088	3.6
95	3	3	2	1.84371	49.391	2.5
96	4	2	0	1.83778	49.562	0.0
97	4	2	-1	1.83109	49.755	0.3
98	5	0	4	1.82866	49.826	1.8
99	4	1	6	1.82543	49.920	0.2
100	2	0	11	1.81191	50.318	0.0
101	4	2	-2	1.81144	50.332	1.2
102	3	2	7	1.80441	50.542	0.4
103	4	0	8	1.80209	50.611	0.9
104	3	0	10	1.79044	50.964	0.0
105	0	0	12	1.78983	50.983	2.0
106	3	1	-9	1.78726	51.061	0.1
107	4	2	-3	1.78007	51.283	0.4
108	5	0	5	1.77177	51.540	0.0
109	3	3	4	1.76723	51.682	1.7
110	1	0	12	1.76027	51.902	2.7
111	5	1	0	1.74659	52.339	1.2
112	4	1	-7	1.74532	52.380	0.1
113	5	1	-1	1.74084	52.525	0.0
114	4	2	-4	1.73875	52.593	0.1
115	2	1	11	1.72434	53.067	0.2
116	5	1	-2	1.72394	53.080	1.0
117	3	2	8	1.71587	53.350	0.1
118	5	0	6	1.70896	53.582	0.2
119	2	2	10	1.70581	53.690	0.4
120	1	1	-12	1.70528	53.707	1.5
121	4	0	9	1.70306	53.783	0.0
122	5	1	3	1.69682	53.997	0.3
123	4	2	-5	1.68964	54.245	0.1
124	3	1	10	1.68015	54.577	2.0
125	2	0	12	1.67965	54.594	0.1
126	3	0	11	1.67256	54.845	0.1
127	4	1	-8	1.66482	55.122	4.3
128	5	1	4	1.66093	55.262	1.6
129	3	3	6	1.65851	55.350	0.0
130	5	0	7	1.64270	55.929	0.1
131	4	2	6	1.63491	56.219	0.2
132	3	2	9	1.62973	56.413	0.0
133	1	0	13	1.62881	56.448	0.1
134	6	0	0	1.62077	56.754	5.0
135	5	1	5	1.61796	56.861	0.1
136	6	0	1	1.61617	56.930	0.0
137	4	0	10	1.60963	57.183	0.0
138	2	1	-12	1.60918	57.200	0.2
139	6	0	2	1.60262	57.456	0.1
140	4	3	0	1.59871	57.609	1.2
141	4	3	-1	1.59430	57.784	0.0
142	4	1	-9	1.58580	58.123	0.1
143	3	1	-11	1.58160	58.292	0.2
144	4	3	-2	1.58129	58.305	1.4
145	6	0	3	1.58077	58.326	0.0
146	4	2	7	1.57660	58.495	0.2
147	5	0	8	1.57505	58.558	3.6
148	5	1	6	1.56971	58.777	0.0
149	3	0	12	1.56685	58.895	0.6
150	2	0	13	1.56431	58.999	0.0
151	4	3	3	1.56029	59.167	0.2
152	5	2	0	1.55718	59.297	0.4
153	5	2	1	1.55311	59.468	0.0
154	6	0	4	1.55162	59.531	0.0

155	3	2	-10	1.54729	59.714	0.1
156	5	2	2	1.54107	59.980	0.7

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca1	Ca	0.00200	0.18900	0.37500	1.6999	1.0000	6c
2	Ca2	Ca	0.19100	0.18400	0.12800	1.8002	1.0000	6c
3	Al1	Al	0.00000	0.00000	0.25000	1.2001	1.0000	2a
4	Al2	Al	0.00000	0.00000	0.00000	1.2001	1.0000	2a
5	S1	S	0.33333	0.66667	0.75800	2.1997	1.0000	2b
6	S2	S	0.33333	0.66667	0.49900	1.5997	1.0000	2b
7	S3	S	0.33333	0.66667	0.24100	1.3999	1.0000	2b
8	O13	O	0.33333	0.66667	0.82500	1.8997	1.0000	2b
9	O14	O	0.33333	0.66667	0.43100	7.8001	1.0000	2b
10	O15	O	0.33333	0.66667	0.17400	4.1997	1.0000	2b
11	O16	O	0.56700	0.19500	0.23100	4.7003	1.0000	6c
12	O17	O	0.57500	0.19500	0.02600	4.3000	1.0000	6c
13	O18	O	0.19200	0.60700	0.26800	2.1003	1.0000	6c
14	O-h1	O	0.12500	0.12200	0.30500	2.1997	1.0000	6c
15	H1	H	0.20700	0.19200	0.28400	2.6000	1.0000	6c
16	O-h2	O	0.00200	0.13300	0.19600	1.0004	1.0000	6c
17	H2	H	0.01900	0.20900	0.22400	1.2001	1.0000	6c
18	O-h3	O	0.12900	0.12800	0.44900	1.5997	1.0000	6c
19	H3	H	0.21000	0.20000	0.47200	1.8997	1.0000	6c
20	O-h4	O	0.00300	0.13200	0.05400	1.0004	1.0000	6c
21	H4	H	0.00600	0.21500	0.03700	1.2001	1.0000	6c
22	Ow5	O	0.34800	0.34200	0.20400	3.8997	1.0000	6c
23	H5a	H	0.34500	0.40500	0.23300	4.7003	1.0000	6c
24	H5b	H	0.44200	0.36200	0.20600	4.7003	1.0000	6c
25	Ow6	O	0.01800	0.33400	0.29300	1.8002	1.0000	6c
26	H6a	H	0.40100	0.06400	0.28500	2.1997	1.0000	6c
27	H6b	H	0.09100	0.42500	0.28500	2.1997	1.0000	6c
28	Ow7	O	0.33700	0.34000	0.04400	3.5996	1.0000	6c
29	H7a	H	0.32300	0.40100	0.01800	4.3000	1.0000	6c
30	H7b	H	0.41100	0.33400	0.02900	4.3000	1.0000	6c
31	Ow8	O	0.37000	0.01000	0.45500	3.0998	1.0000	6c
32	H8a	H	0.46400	0.08200	0.45700	3.6999	1.0000	6c
33	H8b	H	0.07300	0.44600	0.45800	3.6999	1.0000	6c
34	Ow9	O	0.40600	0.14100	0.12800	2.9001	1.0000	6c
35	H9a	H	0.47600	0.18300	0.09600	3.5002	1.0000	6c
36	H9b	H	0.45600	0.16100	0.16600	3.5002	1.0000	6c
37	Ow10	O	0.21100	0.37600	0.38800	4.7998	1.0000	6c
38	H10a	H	0.24600	0.44400	0.42000	5.8002	1.0000	6c
39	H10b	H	0.23600	0.42700	0.35000	5.8002	1.0000	6c
40	Ow11	O	0.14200	0.40800	0.12400	4.7998	1.0000	6c
41	H11a	H	0.05100	0.38800	0.13400	5.8002	1.0000	6c
42	H11b	H	0.20100	0.49200	0.14600	5.8002	1.0000	6c
43	Ow12	O	0.40200	0.24800	0.38500	1.6999	1.0000	6c
44	H12a	H	0.36100	0.30100	0.37300	2.0000	1.0000	6c
45	H12b	H	0.49800	0.31300	0.39000	2.0000	1.0000	6c
46	Ow19	O	0.22700	0.54200	0.00700	5.3999	0.6667	6c
47	H19a	H	0.32500	0.59700	0.01100	6.4997	0.6667	6c
48	H19b	H	0.20000	0.47300	0.03900	6.4997	0.6667	6c

### Stick Pattern



## A.VI FICHA CRISTALOGRÁFICA DO HEMICARBOALUMINATO DE CÁLCIO

### Name and formula

Reference code: 99-098-0027  
 Compound name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide hemicarbonatohydroxide n-hydrate  
 Common name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide hemicarbonatohydroxide n-hydrate  
 Chemical formula:  $\text{Al}_{6,00}\text{Ca}_{12,00}\text{O}_{55,50}\text{C}_{1,50}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: R -3 c  
 Space group number: 167  
 a (Å): 5.7760  
 b (Å): 5.7760  
 c (Å): 48.8120  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 1.82  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 1410.30  
 RIR: 5.00

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 10/3/2019 9:18:09 AM  
 Modification Date: 10/3/2019 9:18:09 AM  
 Cross-References: ICDD:99-098-0027  
 Structure TIDY: TRANS Origin 0 0 1/2  
 Publication title: Crystal structures of calcium hemicarboaluminate and carbonated calcium hemicarboaluminate from synchrotron powder diffraction data  
 ICSD collection code: 263124

### References

Structure: Runcevski, T., Dinnebier, R.E., Magdysyuk, O.V., Poellmann, H., 0, 0, (0)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	6	8.13533	10.866	100.0
2	1	0	-2	4.90030	18.088	0.4
3	1	0	4	4.62840	19.160	3.2
4	0	0	12	4.06767	21.832	12.1
5	1	0	-8	3.86834	22.972	11.4
6	1	0	10	3.49351	25.476	0.6
7	1	1	0	2.88800	30.939	13.8
8	1	0	-14	2.86032	31.246	0.1



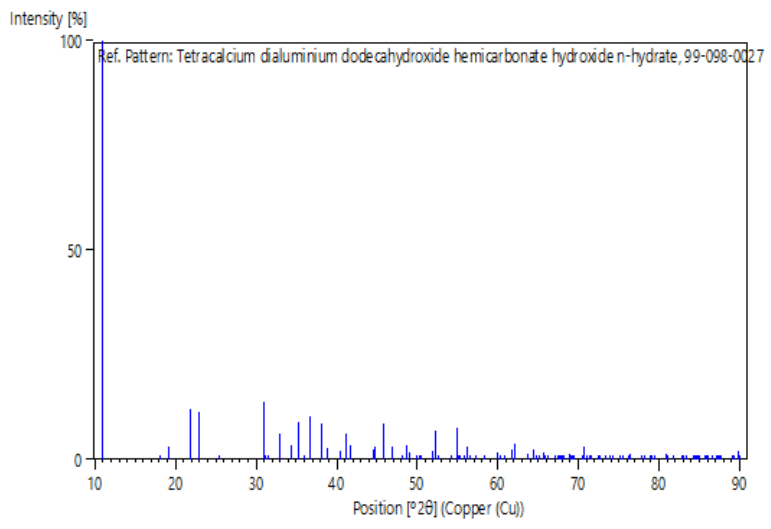
9	1	1	3	2.84355	31.435	0.9
10	1	1	6	2.72160	32.882	6.1
11	0	0	18	2.71178	33.005	0.0
12	1	0	16	2.60457	34.405	3.3
13	1	1	9	2.54913	35.177	9.0
14	2	0	2	2.48805	36.070	0.2
15	2	0	-4	2.45015	36.648	10.3
16	1	1	12	2.35484	38.187	8.7
17	2	0	8	2.31420	38.885	2.7
18	2	0	-10	2.22589	40.493	2.2
19	1	0	-20	2.19344	41.119	6.1
20	1	1	15	2.16002	41.785	3.3
21	0	0	24	2.03383	44.512	1.3
22	2	0	14	2.03227	44.548	2.5
23	1	0	22	2.02817	44.643	3.0
24	1	1	18	1.97688	45.866	8.4
25	2	0	-16	1.93417	46.939	3.1
26	2	1	1	1.88922	48.125	0.0
27	2	1	-2	1.88499	48.240	0.0
28	2	1	4	1.86835	48.697	3.2
29	2	1	-5	1.85615	49.038	1.7
30	2	1	7	1.82476	49.939	0.0
31	1	1	21	1.81075	50.352	0.7
32	2	1	-8	1.80593	50.496	0.4
33	2	1	10	1.76301	51.815	0.1
34	1	0	-26	1.75767	51.985	2.0
35	2	0	20	1.74676	52.334	6.9
36	2	1	-11	1.73935	52.574	0.5
37	2	1	13	1.68865	54.280	1.1
38	3	0	0	1.66739	55.030	7.4
39	1	1	24	1.66287	55.192	0.3
40	2	1	-14	1.66201	55.223	0.6
41	2	0	-22	1.65977	55.304	0.3
42	1	0	28	1.64618	55.800	0.0
43	3	0	6	1.63343	56.274	3.1
44	0	0	30	1.62707	56.514	0.4
45	2	1	16	1.60705	57.282	1.1
46	2	1	-17	1.57906	58.395	0.3
47	3	0	12	1.54280	59.906	1.6
48	1	1	27	1.53237	60.355	0.2
49	2	1	19	1.52273	60.778	0.3
50	2	0	26	1.50145	61.732	2.4
51	2	1	-20	1.49463	62.045	3.9
52	1	0	-32	1.45904	63.734	1.2
53	2	2	0	1.44400	64.477	2.2
54	2	1	22	1.43904	64.727	0.5
55	2	2	3	1.43835	64.762	0.1
56	2	0	-28	1.43016	65.178	0.2
57	2	2	6	1.42178	65.611	1.6
58	3	0	18	1.42037	65.684	0.3
59	1	1	30	1.41757	65.830	0.1
60	2	1	-23	1.41170	66.139	0.1
61	2	2	9	1.39539	67.013	0.1
62	3	1	-1	1.38679	67.484	0.4
63	3	1	2	1.38511	67.577	0.1
64	1	0	34	1.37994	67.865	0.1
65	3	1	-4	1.37847	67.947	0.1
66	3	1	5	1.37355	68.224	0.4
67	2	2	12	1.36080	68.952	1.4
68	3	1	-7	1.36068	68.959	0.0
69	2	1	25	1.35822	69.102	0.1
70	0	0	36	1.35589	69.238	0.0
71	3	1	8	1.35282	69.417	0.5
72	3	1	-10	1.33449	70.511	0.0
73	2	1	-26	1.33217	70.652	3.1
74	3	1	11	1.32414	71.145	0.2
75	2	2	15	1.31989	71.410	0.2
76	1	1	33	1.31652	71.620	0.4
77	2	0	32	1.30228	72.527	0.7
78	3	1	-13	1.30136	72.587	0.1
79	3	0	-24	1.28945	73.366	0.2

80	3	1	14	1.28905	73.392	0.0
81	2	1	28	1.28162	73.888	0.0
82	2	2	18	1.27456	74.366	1.1
83	3	1	-16	1.26290	75.171	0.6
84	2	1	-29	1.25716	75.574	0.1
85	3	1	17	1.24917	76.143	0.0
86	4	0	-2	1.24890	76.163	0.1
87	2	0	-34	1.24510	76.437	0.1
88	1	0	-38	1.24416	76.506	1.3
89	4	0	4	1.24403	76.515	0.0
90	1	1	36	1.22735	77.748	0.1
91	2	2	21	1.22658	77.806	0.0
92	4	0	-8	1.22507	77.920	0.4
93	3	1	-19	1.22072	78.251	0.3
94	4	0	10	1.21142	78.969	0.0
95	2	1	31	1.20993	79.085	0.0
96	3	1	20	1.20610	79.385	1.1
97	2	1	-32	1.18717	80.911	1.4
98	1	0	40	1.18553	81.045	0.2
99	2	2	24	1.17742	81.722	0.0
100	4	0	-14	1.17711	81.748	0.0
101	3	1	-22	1.17632	81.815	0.7
102	3	0	30	1.16450	82.826	0.1
103	0	0	42	1.16219	83.027	0.0
104	3	1	23	1.16124	83.110	0.1
105	4	0	16	1.15710	83.474	0.3
106	1	1	39	1.14839	84.253	0.3
107	3	2	1	1.14726	84.354	0.0
108	3	2	-2	1.14631	84.441	0.0
109	2	1	34	1.14337	84.708	0.0
110	2	0	38	1.14264	84.775	0.5
111	3	2	4	1.14253	84.784	0.8
112	3	2	-5	1.13973	85.042	0.0
113	3	2	7	1.13234	85.729	0.1
114	3	1	-25	1.13092	85.863	0.2
115	2	2	27	1.12827	86.114	0.0
116	3	2	-8	1.12780	86.159	0.5
117	2	1	-35	1.12232	86.683	0.2
118	3	2	10	1.11712	87.188	0.5
119	3	1	26	1.11575	87.321	0.8
120	4	0	-20	1.11295	87.597	0.4
121	3	2	-11	1.11102	87.788	0.1
122	3	2	13	1.09746	89.158	0.1
123	2	0	-40	1.09672	89.234	0.2
124	4	1	0	1.09156	89.770	2.0
125	3	2	-14	1.09005	89.928	0.6
126	4	0	22	1.08941	89.995	0.5

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	Sof	Wyck.
1	Al1	Al	0.00000	0.00000	0.00000	0.0127	1.0000	6b
2	Ca1	Ca	0.00000	0.00000	0.15537	0.0214	1.0000	12c
3	O1	O	0.30120	0.04840	0.02040	0.0224	1.0000	36f
4	O2	O	0.00000	0.00000	0.10542	0.0630	1.0000	12c
5	O3	O	0.21900	0.00000	0.25000	0.0250	0.2500	18e
6	O4	O	0.10167	0.24233	0.23933	0.0250	0.0833	36f
7	C1	C	0.00000	0.00000	0.25000	0.0250	0.2500	6a

### Stick Pattern



## A.VII FICHA CRISTALOGRÁFICA DA MONOCARBOALUMINATO DE CÁLCIO

### Name and formula

Reference code: 99-098-0042  
 Compound name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide carbonate pentahydrate  
 Common name: Tetracalcium dialuminium dodecahydroxide carbonate pentahydrate  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{4,00}\text{Al}_{2,00}\text{O}_{20,00}\text{C}_{1,00}\text{H}_{22,00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Anorthic  
 Space group: P 1  
 Space group number: 1  
 a (Å): 5.7750  
 b (Å): 8.4690  
 c (Å): 9.9230  
 Alpha (°): 64.7700  
 Beta (°): 82.7500  
 Gamma (°): 81.4300  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.18  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 433.05  
 RIR: 2.09

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 10/3/2019 9:18:14 AM  
 Modification Date: 10/3/2019 9:18:14 AM  
 Cross-References: ICDD:99-098-0042  
 Structure TIDY: TRANS -x,-y,-z origin .45700 .85700 .68700  
 Publication title: A cementitious compound with composition 3CaO . Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> . CaCO<sub>3</sub> . 11H<sub>2</sub>O  
 ICSD collection code: 59327

### References

Structure: Francois, M., Renaudin, G., Evrard, O., 0, 0, (0)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	1	8.95432	9.870	2.3
2	0	1	0	7.61784	11.607	1.9
3	0	1	1	7.55382	11.706	100.0
4	1	0	0	5.69648	15.543	0.7
5	1	0	1	4.96651	17.845	0.6
6	1	1	1	4.95658	17.881	0.4
7	0	-1	1	4.88633	18.140	0.9
8	0	1	2	4.83580	18.331	0.9
9	1	1	0	4.81359	18.417	0.9
10	-1	0	1	4.66069	19.026	1.6
11	0	0	2	4.47716	19.814	2.7
12	1	-1	0	4.34621	20.417	4.2

13	-1	1	1	4.22652	21.002	0.4
14	0	2	1	4.18697	21.203	0.5
15	1	1	2	3.97799	22.331	4.2
16	0	2	0	3.80892	23.335	5.1
17	0	2	2	3.77691	23.536	28.7
18	-1	-1	1	3.76472	23.613	0.3
19	1	-1	1	3.65532	24.331	0.8
20	1	0	2	3.64639	24.391	0.8
21	1	2	1	3.64346	24.411	1.5
22	-1	1	2	3.45105	25.795	4.7
23	1	2	2	3.41710	26.056	0.3
24	-1	0	2	3.40602	26.142	0.4
25	1	2	0	3.33401	26.717	0.2
26	0	-1	2	3.30631	26.945	0.4
27	0	1	3	3.28012	27.164	0.2
28	-1	2	1	3.15615	28.253	0.1
29	0	-2	1	3.07500	29.015	0.2
30	0	2	3	3.04144	29.342	0.1
31	1	-2	0	3.02163	29.539	0.6
32	1	1	3	3.00655	29.690	0.5
33	0	0	3	2.98477	29.912	0.3
34	-1	2	2	2.93364	30.446	0.1
35	1	2	3	2.87603	31.071	0.3
36	1	-1	2	2.86664	31.175	6.7
37	-1	-1	2	2.85251	31.334	9.1
38	2	0	0	2.84824	31.382	8.9
39	2	1	1	2.82261	31.674	2.7
40	-1	-2	1	2.77842	32.192	5.1
41	2	0	1	2.77090	32.281	0.4
42	2	1	0	2.76588	32.341	0.4
43	0	3	1	2.76264	32.380	0.3
44	0	3	2	2.75341	32.492	0.1
45	1	0	3	2.72345	32.859	10.4
46	-1	1	3	2.70277	33.118	0.2
47	-2	0	1	2.66091	33.654	0.4
48	1	3	2	2.64856	33.816	1.9
49	1	-2	1	2.63882	33.945	0.2
50	1	3	1	2.63138	34.044	0.1
51	2	1	2	2.62379	34.145	0.4
52	2	-1	0	2.57958	34.749	0.5
53	-1	0	3	2.57081	34.871	0.9
54	0	3	0	2.53928	35.318	0.1
55	2	2	1	2.53794	35.338	0.2
56	-2	1	1	2.53129	35.433	11.3
57	-1	2	3	2.52422	35.536	0.4
58	0	3	3	2.51794	35.628	3.8
59	-2	-1	1	2.49328	35.992	5.6
60	2	0	2	2.48326	36.142	7.8
61	2	2	2	2.47829	36.217	0.2
62	1	3	3	2.45714	36.540	0.0
63	0	-1	3	2.45429	36.584	0.1
64	0	-2	2	2.44317	36.756	7.4
65	0	1	4	2.43925	36.817	0.1
66	2	-1	1	2.42939	36.972	1.8
67	0	2	4	2.41790	37.154	3.9
68	1	3	0	2.41661	37.175	16.1
69	2	2	0	2.40679	37.332	1.9
70	-1	3	1	2.36188	38.069	0.2
71	1	2	4	2.34988	38.271	0.1
72	-1	3	2	2.33834	38.467	5.6
73	1	1	4	2.33759	38.480	11.3
74	-2	0	2	2.33035	38.604	4.3
75	-2	1	2	2.31372	38.893	0.2
76	2	1	3	2.29449	39.232	2.3
77	1	-1	3	2.27343	39.611	0.2
78	-1	-2	2	2.27003	39.673	0.0
79	2	2	3	2.26268	39.807	0.2
80	0	0	4	2.23858	40.254	2.9
81	-1	-1	3	2.23504	40.320	0.0
82	1	-3	0	2.23285	40.362	0.5
83	1	-2	2	2.22149	40.577	0.1

84	0	-3	1	2.21351	40.730	2.2
85	-2	2	1	2.20665	40.862	0.1
86	0	3	4	2.19004	41.186	0.0
87	-1	3	3	2.17464	41.491	0.0
88	2	-2	0	2.17310	41.522	1.6
89	2	-1	2	2.16404	41.704	0.2
90	1	3	4	2.16346	41.716	4.2
91	-1	1	4	2.15783	41.830	1.8
92	2	3	2	2.15747	41.837	0.1
93	-2	-2	1	2.15687	41.849	0.1
94	-2	-1	2	2.15189	41.950	0.0
95	2	0	3	2.13672	42.262	0.1
96	1	0	4	2.13503	42.298	0.1
97	2	3	1	2.13467	42.305	1.6
98	-1	2	4	2.11934	42.626	0.1
99	-1	-3	1	2.11767	42.661	0.1
100	-2	2	2	2.11326	42.755	8.0
101	0	4	2	2.09348	43.179	5.1
102	1	4	2	2.06755	43.748	0.1
103	2	3	3	2.06211	43.869	1.5
104	0	4	1	2.04350	44.290	0.0
105	-1	0	4	2.03549	44.473	0.0
106	0	4	3	2.03356	44.518	0.0
107	-2	1	3	2.03079	44.582	2.2
108	2	-2	1	2.02822	44.641	0.0
109	1	4	3	2.02101	44.809	1.9
110	1	-3	1	2.01277	45.003	0.1
111	1	4	1	2.00814	45.112	4.7
112	2	3	0	2.00397	45.211	0.0
113	-2	0	3	1.99205	45.497	0.0
114	2	2	4	1.98899	45.571	2.7
115	0	-2	3	1.98322	45.711	0.1
116	0	2	5	1.96517	46.155	0.1
117	2	1	4	1.96277	46.215	0.1
118	-1	3	4	1.94266	46.721	4.7
119	0	-1	4	1.94075	46.770	0.0
120	1	2	5	1.93805	46.839	5.1
121	-2	2	3	1.93377	46.949	0.2
122	0	1	5	1.93117	47.016	2.9
123	3	1	1	1.91755	47.370	0.1
124	0	4	0	1.90446	47.716	2.2
125	3	0	0	1.89883	47.866	0.0
126	0	-3	2	1.89644	47.930	0.1
127	3	1	0	1.89012	48.101	0.1
128	1	1	5	1.88872	48.139	0.2
129	0	4	4	1.88846	48.146	1.0
130	1	4	4	1.88757	48.170	0.0
131	3	0	1	1.88451	48.253	1.0
132	-2	-2	2	1.88236	48.312	0.8
133	2	-1	3	1.88118	48.344	0.1
134	-1	-2	3	1.87804	48.430	0.1
135	-1	4	2	1.87632	48.477	0.1
136	0	3	5	1.87578	48.492	0.4
137	1	3	5	1.86789	48.710	0.1
138	1	4	0	1.86674	48.742	0.0
139	3	1	2	1.86030	48.922	0.3
140	-2	3	1	1.85974	48.937	5.2
141	1	-1	4	1.85626	49.035	1.3
142	-1	4	1	1.84869	49.249	0.3
143	-2	3	2	1.83957	49.510	0.2
144	-2	-1	3	1.83808	49.553	0.2
145	3	2	1	1.83554	49.626	0.4
146	-3	0	1	1.83166	49.738	1.7
147	2	-2	2	1.82766	49.855	0.9
148	-1	-3	2	1.82669	49.883	1.4
149	-1	4	3	1.82441	49.949	0.1
150	2	0	4	1.82320	49.985	1.0
151	2	4	2	1.82173	50.028	5.1
152	3	2	2	1.82082	50.055	0.0
153	-1	-1	4	1.81844	50.125	0.6
154	-2	-3	1	1.81514	50.222	0.2

155	2	-3	0	1.80275	50.591	0.1
156	3	-1	0	1.79822	50.728	0.1
157	2	4	3	1.79758	50.747	0.1
158	3	0	2	1.79387	50.860	0.0
159	0	0	5	1.79086	50.951	0.1
160	-3	-1	1	1.78799	51.039	0.0
161	-1	2	5	1.78664	51.080	0.0
162	3	2	0	1.77630	51.399	0.1
163	-1	1	5	1.77448	51.456	0.0
164	-3	1	1	1.77390	51.474	0.0
165	1	-3	2	1.77320	51.496	0.2
166	2	4	1	1.77299	51.502	0.0
167	-2	1	4	1.75927	51.934	0.0
168	3	-1	1	1.75233	52.155	0.0
169	1	-4	0	1.75118	52.192	0.0
170	-2	3	3	1.74921	52.255	0.7
171	1	0	5	1.74374	52.431	0.1
172	3	1	3	1.73842	52.604	0.0
173	3	2	3	1.73714	52.646	0.0
174	2	2	5	1.72730	52.969	0.0
175	-2	2	4	1.72552	53.028	0.4
176	0	-4	1	1.72286	53.116	0.1
177	1	4	5	1.71133	53.502	1.2
178	-1	4	4	1.71053	53.530	0.0
179	2	4	4	1.70855	53.596	0.0
180	-1	3	5	1.70639	53.670	0.0
181	-3	0	2	1.70567	53.694	0.1
182	0	4	5	1.70514	53.712	0.0
183	-2	0	4	1.70301	53.785	0.0
184	3	3	2	1.69333	54.117	1.0
185	2	3	5	1.68873	54.277	0.2
186	-1	-4	1	1.68814	54.297	0.5
187	2	-3	1	1.68739	54.323	0.7
188	2	1	5	1.68038	54.569	0.7
189	3	3	1	1.67573	54.733	0.1
190	-1	0	5	1.67517	54.753	0.8
191	1	5	3	1.67017	54.930	0.0
192	0	5	2	1.66921	54.965	0.0
193	1	5	2	1.66720	55.037	0.3
194	2	4	0	1.66700	55.044	0.0
195	0	5	3	1.66581	55.086	0.7
196	-3	-2	1	1.66204	55.222	4.4
197	3	0	3	1.65550	55.459	3.8
198	0	-2	4	1.65315	55.544	4.8
199	3	3	3	1.65219	55.579	0.0
200	3	-1	2	1.65066	55.635	3.6
201	-3	-1	2	1.64257	55.934	2.3
202	0	2	6	1.64006	56.027	4.0
203	-3	2	1	1.63961	56.043	0.0

## Structure

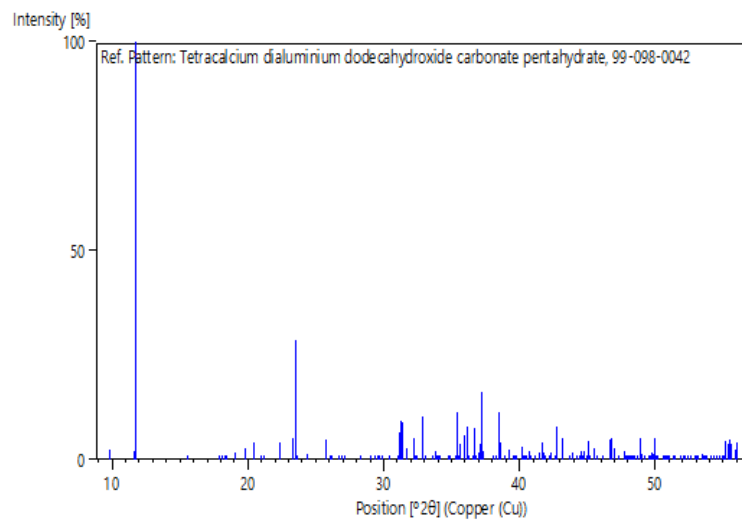
No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca1	Ca	0.02441	0.02274	0.50787	0.7063	1.0000	1a
2	Ca2	Ca	0.06322	0.25480	0.12012	0.7085	1.0000	1a
3	Ca3	Ca	0.52882	0.52162	0.00321	0.7040	1.0000	1a
4	Ca4	Ca	0.56600	0.76178	0.61775	0.7194	1.0000	1a
5	Al1	Al	0.54300	0.14279	0.31318	0.5282	1.0000	1a
6	Al2	Al	0.05010	0.63687	0.80951	0.5430	1.0000	1a
7	O1	O	0.38930	0.93180	0.39150	0.8266	1.0000	1a
8	O2	O	0.69560	0.35340	0.23220	0.7609	1.0000	1a
9	O3	O	0.23660	0.25200	0.33400	0.8046	1.0000	1a
10	O4	O	0.84770	0.02800	0.29450	0.7858	1.0000	1a
11	O5	O	0.19780	0.85050	0.73460	0.7509	1.0000	1a
12	O6	O	0.90140	0.42440	0.88710	0.8882	1.0000	1a
13	O7	O	0.74450	0.74850	0.82730	0.7205	1.0000	1a
14	O8	O	0.35680	0.53010	0.78680	0.7657	1.0000	1a

15	O9	O	0.47520	0.20940	0.11050	0.7334	1.0000	1a
16	O10	O	0.61290	0.07540	0.51320	0.7840	1.0000	1a
17	O11	O	0.11590	0.56870	0.01180	0.7491	1.0000	1a
18	O12	O	0.97900	0.70830	0.60680	0.7960	1.0000	1a
19	O13	O	0.95430	0.24120	0.62640	2.1922	1.0000	1a
20	O14	O	0.13460	0.03750	0.00420	1.6661	1.0000	1a
21	O15	O	0.63180	0.54290	0.49870	1.8858	1.0000	1a
22	O16	O	0.19940	0.58680	0.35990	2.0399	1.0000	1a
23	O17	O	0.42090	0.19970	0.75340	2.3962	1.0000	1a
24	O18	O	0.78650	0.73040	0.22260	2.1216	1.0000	1a
25	O19	O	0.46630	0.74780	0.10930	1.4955	1.0000	1a
26	O20	O	0.71820	0.95010	0.00120	1.7008	1.0000	1a
27	C1	C	0.65780	0.80960	0.11140	1.1199	1.0000	1a
28	H1	H	0.36200	0.90200	0.32100	0.0130	1.0000	1a
29	H2	H	0.70100	0.42400	0.28100	0.0110	1.0000	1a
30	H3	H	0.23400	0.33600	0.37100	0.0120	1.0000	1a
31	H4	H	0.85300	0.92500	0.29100	0.0120	1.0000	1a
32	H5	H	0.19600	0.91800	0.78700	0.0110	1.0000	1a
33	H6	H	0.87900	0.39700	0.81000	0.0140	1.0000	1a
34	H7	H	0.74500	0.82900	0.86800	0.0110	1.0000	1a
35	H8	H	0.37000	0.41900	0.79400	0.0110	1.0000	1a
36	H9	H	0.53900	0.17500	0.03600	0.0110	1.0000	1a
37	H10	H	0.51800	0.13800	0.55800	0.0120	1.0000	1a
38	H11	H	0.04100	0.64400	0.04500	0.0110	1.0000	1a
39	H12	H	0.03900	0.67500	0.53100	0.0120	1.0000	1a
40	H13	H	0.86700	0.34500	0.57700	0.0340	1.0000	1a
41	H14	H	0.11300	0.29000	0.61800	0.0340	1.0000	1a
42	H15	H	0.23500	0.93800	0.04500	0.0240	1.0000	1a
43	H16	H	0.00000	0.00000	0.00000	0.0240	1.0000	1a
44	H17	H	0.49400	0.51600	0.49600	0.0270	1.0000	1a
45	H18	H	0.67100	0.60900	0.39900	0.0270	1.0000	1a
46	H19	H	0.05300	0.65300	0.31700	0.0310	1.0000	1a
47	H20	H	0.31000	0.64700	0.28100	0.0310	1.0000	1a
48	H21	H	0.56500	0.16000	0.79400	0.0360	1.0000	1a
49	H22	H	0.30200	0.15500	0.82500	0.0360	1.0000	1a

### **Anisotropic Displacement Parameters [10<sup>4</sup> pm<sup>2</sup>]**

<b>Atom Name</b>	<b>B11</b>	<b>B22</b>	<b>B33</b>	<b>B12</b>	<b>B13</b>	<b>B23</b>
Ca1	0.62(2)	0.78(2)	0.54(2)	0.01(2)	-0.21(2)	-0.09(2)
Ca2	0.61(2)	0.75(2)	0.56(2)	0.00(2)	-0.14(2)	-0.07(2)
Ca3	0.62(2)	0.77(2)	0.55(2)	0.00(2)	-0.23(2)	-0.09(2)
Ca4	0.64(2)	0.76(2)	0.54(2)	0.00(2)	-0.17(2)	-0.06(2)
Al1	0.48(2)	0.61(2)	0.39(2)	0.00(2)	-0.17(2)	-0.09(2)
Al2	0.52(2)	0.58(2)	0.40(2)	0.00(2)	-0.14(2)	-0.08(2)
O1	0.95(8)	0.77(9)	0.77(9)	0.00(6)	-0.15(7)	-0.33(7)
O2	0.88(8)	0.78(8)	0.62(9)	0.00(6)	-0.21(7)	-0.28(7)
O3	0.70(8)	0.81(8)	0.91(9)	0.13(6)	-0.25(7)	-0.37(7)
O4	0.70(8)	0.73(8)	0.91(9)	0.02(6)	-0.17(7)	-0.33(7)
O5	0.86(8)	0.81(8)	0.60(9)	0.00(6)	-0.26(7)	-0.28(7)
O6	1.02(9)	0.88(9)	0.72(9)	0.00(6)	-0.17(7)	-0.28(7)
O7	0.74(8)	0.80(8)	0.63(9)	0.09(6)	-0.22(7)	-0.32(7)
O8	0.69(8)	0.71(8)	0.78(9)	0.00(6)	-0.11(6)	-0.21(7)
O9	0.80(8)	0.85(8)	0.54(8)	0.00(6)	-0.21(6)	-0.27(7)
O10	0.84(9)	1.07(9)	0.41(8)	0.15(6)	-0.21(6)	-0.32(7)
O11	0.84(9)	0.95(8)	0.41(8)	0.14(6)	-0.19(6)	-0.28(7)
O12	0.84(9)	0.99(8)	0.53(8)	0.00(6)	-0.18(6)	-0.28(7)
O13	2.1(1)	2.3(1)	2.5(1)	0.25(9)	-0.7(1)	-1.3(1)
O14	1.6(1)	1.55(9)	1.9(1)	0.00(8)	-0.13(9)	-0.87(9)
O15	2.0(1)	1.78(9)	1.8(1)	0.00(9)	0.05(9)	-0.76(9)
O16	1.91(8)	2.42(8)	1.92(9)	0.04(6)	-0.37(6)	-1.04(7)
O17	3.20(9)	2.12(8)	1.97(9)	0.00(7)	-0.33(8)	-1.00(7)
O18	2.06(8)	2.35(8)	1.83(8)	0.00(6)	-0.73(6)	-0.67(6)
O19	1.09(9)	1.60(9)	1.8(1)	0.00(7)	-0.33(8)	-0.74(8)
O20	1.63(6)	1.78(6)	1.86(7)	0.00(6)	-0.18(6)	-0.96(6)
C1	1.00(7)	1.35(8)	1.38(9)	0.16(6)	-0.16(6)	-0.99(7)



**Stick Pattern**

## A.VIII FICHA CRISTALOGRÁFICA DA PORTLANDITA

### Name and formula

Reference code: 96-900-0114  
 Mineral name: Portlandite  
 Compound name: Portlandite  
 Common name: Portlandite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{1.00}\text{O}_{2.00}\text{H}_{2.00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: P -3 m 1  
 Space group number: 164  
 a (Å): 3.5920  
 b (Å): 3.5920  
 c (Å): 4.9050  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.24  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 54.81  
 RIR: 3.65

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 7:59:30 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 7:59:30 PM  
 Cross-References: COD:96-900-0114  
 Publication title: A nuclear magnetic resonance determination of the hydrogen positions in  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  T = 25 C  
 COD database code: 9000113

### References

Structure:Henderson, D. M., Gutowsky, H. S., *American Mineralogist*, **47**, 1231 - 1251, (1962)

### Peak list

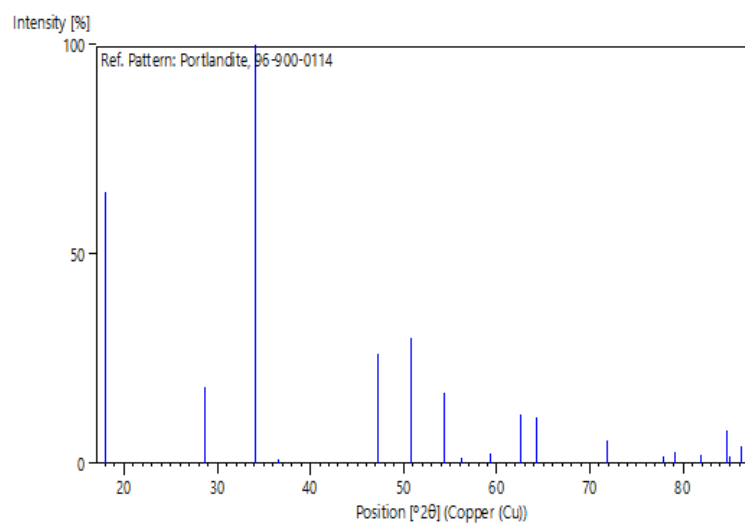
No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	1	4.90500	18.071	64.8
2	1	0	0	3.11076	28.674	18.3
3	1	0	-1	2.62700	34.102	100.0
4	0	0	2	2.45250	36.611	0.8
5	1	0	-2	1.92594	47.151	26.1
6	1	1	0	1.79600	50.795	30.1
7	1	1	1	1.68650	54.354	16.8
8	0	0	3	1.63500	56.215	1.4
9	2	0	0	1.55538	59.372	2.4
10	2	0	1	1.48263	62.604	11.5
11	1	1	2	1.44901	64.228	1.4

12	1	0	3	1.44727	64.314	11.0
13	2	0	2	1.31350	71.811	5.6
14	0	0	4	1.22625	77.831	1.8
15	1	1	3	1.20904	79.154	2.9
16	2	1	0	1.17576	81.862	1.9
17	2	1	-1	1.14337	84.708	7.8
18	1	0	4	1.14081	84.942	1.6
19	2	0	-3	1.12692	86.243	4.0

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca	Ca	0.00000	0.00000	0.00000	0.5000	1.0000	1a
2	O	O	0.33333	0.66667	0.23300	0.5000	1.0000	2d
3	H	H	0.33333	0.66667	0.41800	0.5000	1.0000	2d

### Stick Pattern



## A.IX FICHA CRISTALOGRÁFICA DO QUARTZO

### Name and formula

Reference code:	00-046-1045
Mineral name:	Quartz, syn
Compound name:	Silicon Oxide
PDF index name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O <sub>2</sub> Si
Chemical formula:	SiO <sub>2</sub>

### Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P3221
Space group number:	154
a (Å):	4.9134
b (Å):	4.9134
c (Å):	5.4052
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Calculated density (g/cm <sup>3</sup> ):	2.65
Measured density (g/cm <sup>3</sup> ):	2.66
Volume of cell (10 <sup>6</sup> pm <sup>3</sup> ):	113.01
Z:	3.00
RIR:	3.41

### Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic, Cement and Hydration Product, Common Phase, Forensic, Inorganic, Mineral
Quality:	Star (S)

### Comments

Color:	White
Color:	White
Temperature of Data Collection:	Pattern taken at 23(1) C. Low temperature quartz. 2θ determination based on profile fit method
Optical Data:	B=1.544, Q=1.553, Sign=+
Additional Patterns:	To replace 33-1161.

### References

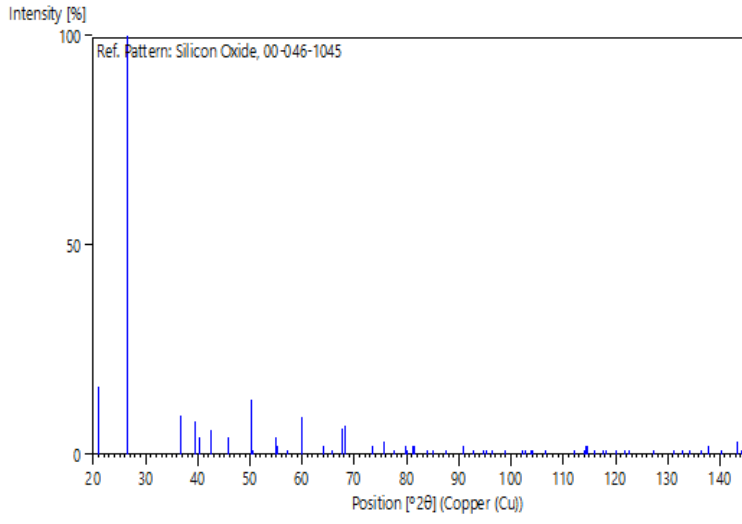
Primary reference: Kern, A., Eysel, W., Mineralogisch-Petrograph. Inst., Univ. Heidelberg, Germany., *ICDD Grant-in-Aid*, (1993)  
 Structure: *Z. Kristallogr.*, **198**, 177, (1992)  
 Optical data: Swanson, Fuyat., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539*, **3**, 24, (1954)

### Peak list

No.	h	k	d [Å]	2θ [°]	I [%]
-----	---	---	-------	--------	-------

1	1	0	4.25499	20.860	16.0
2	1	0	3.34347	26.640	100.0
3	1	1	2.45687	36.544	9.0
4	1	0	2.28149	39.465	8.0
5	1	1	2.23613	40.300	4.0
6	2	0	2.12771	42.450	6.0
7	2	0	1.97986	45.793	4.0
8	1	1	1.81796	50.139	13.0
9	0	0	1.80174	50.622	1.0
10	2	0	1.67173	54.875	4.0
11	1	0	1.65919	55.325	2.0
12	2	1	1.60827	57.235	1.0
13	2	1	1.54153	59.960	9.0
14	1	1	1.45289	64.036	2.0
15	3	0	1.41841	65.786	1.0
16	2	1	1.38210	67.744	6.0
17	2	0	1.37496	68.144	7.0
18	3	0	1.37188	68.318	5.0
19	1	0	1.28791	73.468	2.0
20	3	0	1.25595	75.660	3.0
21	2	2	1.22832	77.675	1.0
22	2	1	1.19982	79.884	2.0
23	2	2	1.19779	80.047	1.0
24	1	1	1.18399	81.173	2.0
25	3	1	1.18017	81.491	2.0
26	3	1	1.15298	83.840	1.0
27	2	0	1.14065	84.957	1.0
28	3	0	1.11455	87.439	1.0
29	3	1	1.08155	90.831	2.0
30	4	0	1.06380	92.788	1.0
31	1	0	1.04772	94.651	1.0
32	4	0	1.04380	95.119	1.0
33	2	1	1.03461	96.238	1.0
34	2	2	1.01490	98.750	1.0
35	1	1	0.98958	102.231	1.0
36	3	1	0.98725	102.567	1.0
37	3	0	0.97834	103.877	1.0
38	3	2	0.97617	104.203	1.0
39	3	2	0.96078	106.593	1.0
40	4	1	0.92853	112.114	1.0
41	3	2	0.91816	114.061	1.0
42	4	0	0.91606	114.467	2.0
43	4	1	0.91518	114.639	2.0
44	2	2	0.90889	115.885	1.0
45	0	0	0.90085	117.537	1.0
46	2	1	0.89719	118.313	1.0
47	3	1	0.88891	120.124	1.0
48	1	0	0.88135	121.853	1.0
49	4	1	0.87817	122.605	1.0
50	3	0	0.85980	127.251	1.0
51	1	1	0.84584	131.203	1.0
52	5	0	0.84075	132.756	1.0
53	4	0	0.83592	134.293	1.0
54	2	0	0.82956	136.424	1.0
55	4	1	0.82539	137.895	2.0
56	3	3	0.81891	140.318	1.0
57	5	0	0.81168	143.251	3.0
58	3	3	0.80967	144.119	1.0

### **Stick Pattern**



## A.X FICHA CRISTALOGRÁFICA DA VATERITA

### Name and formula

Reference code: 96-900-7476  
 Mineral name: Vaterite  
 Compound name: Vaterite  
 Common name: Vaterite  
 Chemical formula:  $\text{Ca}_{2.00}\text{C}_{2.00}\text{O}_{6.00}$

### Crystallographic parameters

Crystal system: Hexagonal  
 Space group: P 63/m m c  
 Space group number: 194  
 a (Å): 4.1300  
 b (Å): 4.1300  
 c (Å): 8.4900  
 Alpha (°): 90.0000  
 Beta (°): 90.0000  
 Gamma (°): 120.0000  
 Calculated density (g/cm<sup>3</sup>): 2.65  
 Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 125.41  
 RIR: 1.18

### Subfiles and quality

Subfiles: User Inorganic, User Mineral  
 Quality: User From Structure (=)

### Comments

Creation Date: 6/15/2016 8:11:36 PM  
 Modification Date: 6/15/2016 8:11:36 PM  
 Cross-References: COD:96-900-7476  
 Publication title: On the structure of vaterite, CaCO<sub>3</sub> Locality: Synthetic  
 COD database code: 9007475

### References

Structure: Kamhi, S. R., *Acta Crystallographica*, **16**, 770 - 772, (1963)

### Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2θ [°]	I [%]
1	0	0	2	4.24500	9.8	0.910
2	1	0	0	3.57668	24.874	65.7
3	1	0	1	3.29613	27.030	100.0
4	1	0	2	2.73523	32.714	83.5
5	1	0	3	2.21932	40.619	2.2
6	0	0	4	2.12250	42.559	4.4
7	1	1	0	2.06500	43.805	44.9
8	1	1	2	1.85694	49.016	14.5
9	1	0	4	1.82530	49.923	32.3
10	2	0	0	1.78834	51.028	2.7
11	2	0	1	1.74994	52.231	0.6
12	2	0	2	1.64806	55.731	12.3

13	1	0	5	1.53392	60.288	0.1
14	2	0	3	1.51179	61.265	0.8
15	1	1	4	1.48009	62.724	1.9
16	0	0	6	1.41500	65.965	0.1
17	2	0	4	1.36761	68.561	2.6
18	2	1	0	1.35186	69.474	1.0
19	2	1	1	1.33504	70.478	0.7
20	1	0	6	1.31577	71.667	1.9
21	2	1	2	1.28812	73.454	4.3
22	2	0	5	1.23137	77.447	0.1
23	2	1	3	1.21983	78.319	0.0
24	3	0	0	1.19223	80.496	0.6
25	3	0	1	1.18064	81.452	0.1
26	1	1	6	1.16725	82.588	0.5
27	1	0	7	1.14861	84.232	0.2
28	3	0	2	1.14782	84.304	0.8
29	2	1	4	1.14023	84.996	1.3
30	2	0	6	1.10966	87.923	0.7
31	3	0	3	1.09871	89.030	0.0

### Structure

No.	Name	Element	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	Ca	Ca	0.00000	0.00000	0.00000	6.7998	1.0000	2a
2	C	C	0.29000	0.58000	0.25000	6.7998	0.3333	6h
3	O1	O	0.12000	0.24000	0.25000	6.7998	0.3333	6h
4	O2	O	0.38000	0.76000	0.12000	6.7998	0.3333	12k

### Stick Pattern

