

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

**VITÓRIA DA LUZ DE SOUZA**

**BENEFICIAMENTO FÍSICO-QUÍMICO DO RESÍDUO SÓLIDO DREGS DA  
INDÚSTRIA DE CELULOSE E PAPEL PARA EMPREGO EM MISTURAS  
ASFÁLTICAS**

**SÃO LEOPOLDO**

**2022**

VITÓRIA DA LUZ DE SOUZA

**BENEFICIAMENTO FÍSICO-QUÍMICO DO RESÍDUO SÓLIDO DREGS DA  
INDÚSTRIA DE CELULOSE E PAPEL PARA EMPREGO EM MISTURAS  
ASFÁLTICAS**

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.

Orientadora: Prof. Dra. Regina Célia Espinosa Modolo

São Leopoldo

2022

S729b Souza, Vitória da Luz de.  
Beneficiamento físico-químico do resíduo sólido dregs da indústria de celulose e papel para emprego em misturas asfálticas / Vitória da Luz de Souza. – 2022.  
106 f. : il. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade do Vale do Rio dos Sinos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, 2022.  
“Orientadora: Profa. Dra. Regina Célia Espinosa Modolo.”

1. Dregs. 2. Indústria de Celulose. 3. Misturas betuminosas. 5. Resíduo. I. Título.

CDU 624

## **AGRADECIMENTOS**

À Unisinos, pela bolsa concedida para realização do mestrado.

À minha família, por proporcionar todo o suporte necessário para ir em busca do meu caminho acadêmico.

À minha orientadora, sempre à disposição para me auxiliar no que fosse necessário.

Aos amores da minha vida, que fizeram da minha casa um verdadeiro lar nos últimos dois anos e tornaram minha vida muito mais completa.

E principalmente à minha resiliência.

## RESUMO

A indústria de papel e celulose possui grande relevância na economia global, sendo uma das indústrias que mais geram resíduos. Como grande parte desses resíduos ainda é disposta em aterros industriais, estudos que viabilizem a sua reciclagem são cada vez mais necessários, promovendo, desta forma, a mitigação de impactos ambientais negativos aliada à redução do consumo de recursos naturais não renováveis. O objetivo geral desta pesquisa foi avaliar o efeito do tratamento de dregs (resíduo gerado em processo Kraft) de modo a viabilizar o seu emprego como fíler em misturas betuminosas. Para isso, foi proposto um tratamento desse resíduo por lavagem e filtração, promovendo a redução do teor de sais solúveis, responsáveis pelo aumento do consumo do cimento asfáltico de petróleo (CAP) e redução da resistência mecânica de misturas betuminosas. Para verificar a eficiência do tratamento, foi realizada a caracterização física, química e mineralógica do resíduo antes e após o tratamento, bem como a caracterização física e mecânica das misturas asfálticas produzidas com e sem a incorporação do resíduo. Houve redução dos valores de pH e principalmente de condutividade elétrica ao longo das 3 lavagens aplicadas, sendo esta última reduzida em 98% quando comparada ao resíduo não tratado. No ensaio Marshall, os traços contendo dregs em sua composição atenderam a todos os limites normativos, e a mistura contendo 4% de dregs apresentou fluência inferior ao traço de referência. O tratamento desse material pode viabilizar o seu uso em pavimentos mais sustentáveis, atentando-se às especificações estabelecidas por normas vigentes.

**Palavras-chave:** Dregs. Tratamento de dregs. Resíduo da indústria de papel e celulose. Misturas betuminosas.

## ABSTRACT

The pulp and paper industry has great relevance in the global economy, being one of the top waste generating industry. As a large part of this waste is still disposed of in industrial landfills, studies that enable its recycling are increasingly necessary, promoting the mitigation of negative environmental impacts allied to the reduction of the consumption of non-renewable natural resources. The general objective of this research was to evaluate the effect of the treatment of dregs (waste generated in Kraft process) to enable its use as a filler in bituminous mixtures. For this, it was proposed washing and filtration of the waste, promoting the reduction of the content of soluble salts, responsible for the increase in the consumption of petroleum asphalt cement (PAC) and reduction of the mechanical resistance of bituminous mixtures. To verify the efficiency of the treatment, the physical, chemical and mineralogical characterization of the waste was carried out before and after the treatment, as well as the physical and mechanical characterization of the asphalt mixtures produced with and without the incorporation of the waste. There was a reduction in pH values and mainly in electrical conductivity over the 3 washes applied, being the EC reduced by 98% when compared to the untreated waste. In the Marshall test, the mixes containing dregs in their composition met all normative limits, and the mixture containing 4% of dregs showed lower flow than the reference mix. The treatment of this material can enable its use in more sustainable pavements, paying attention to the specifications established by current standards.

**Keywords:** Dregs. Dregs treatment. Waste from the pulp and paper industry. Bituminous mixtures.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Maiores produtores de celulose no mundo em 2019.....	16
Figura 2 – Fluxograma do processo Kraft .....	20
Figura 3 – Ciclo do processo de caustificação .....	22
Figura 4 – Difratoograma dos dregs segundo Gomes <i>et al.</i> (2020).....	28
Figura 5 – Difratoograma dos dregs segundo Torres <i>et al.</i> (2020).....	29
Figura 6 – Difratoograma dos dregs segundo Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016) .....	29
Figura 7 – Resistência à compressão em argamassas.....	31
Figura 8 – Camadas genéricas de um pavimento .....	37
Figura 9 – Programa experimental.....	40
Figura 10 – Brita 1 .....	41
Figura 11 – Brita 0.....	42
Figura 12 – Pó de pedra.....	42
Figura 13 – Dregs sem tratamento.....	43
Figura 14 – Picnômetros com pó de pedra e água.....	48
Figura 15 – Amostras de dregs para determinação do teor de umidade.....	50
Figura 16 – Adsorção de azul de metileno .....	54
Figura 17 – Fluxograma inicial do tratamento dos dregs.....	56
Figura 18 – Agitação magnética dos dregs .....	57
Figura 19 – Conjunto para filtração dos dregs.....	58
Figura 20 – Amostras de dregs armazenados em estufa.....	58
Figura 21 – Peagâmetro.....	59
Figura 22 – Condutivímetro .....	60
Figura 23 – Traços de pavimentos executados.....	61
Figura 24 – Mistura do ligante e agregados para confecção dos pavimentos.....	62
Figura 25 – Compactação dos corpos de prova com soquete Proctor.....	63
Figura 26 – Fluxograma final do tratamento.....	74
Figura 27 – Difratoograma dos dregs sem tratamento .....	84
Figura 28 – Difratoograma dos dregs com tratamento .....	84
Figura 29 – Sobreposição dos difratogramas dos dregs com e sem tratamento.....	85
Figura 30 – Ensaio de adsorção de azul de metileno.....	86
Figura 31 – Corpos de prova das misturas betuminosas executadas.....	90

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Comparativo da produção de celulose em 2014 e 2019.....	17
Gráfico 2 – Produção de celulose no Brasil .....	18
Gráfico 3 – Produção de papel no Brasil.....	18
Gráfico 4 – Granulometria dos dregs segundo Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016).....	26
Gráfico 5 – Granulometria dos dregs (DC) segundo Modolo <i>et al.</i> (2010) .....	26
Gráfico 6 – Perda de massa em argamassas de revestimento interno .....	33
Gráfico 7 – Condutividade por lavagem .....	35
Gráfico 8 – Azul de metileno .....	35
Gráfico 9 – pH nos diferentes tempos de agitação.....	70
Gráfico 10 – Condutividade elétrica nos diferentes tempos de agitação .....	70
Gráfico 11 – pH nas diferentes temperaturas da água.....	71
Gráfico 12 – Condutividade elétrica nas diferentes temperaturas da água .....	72
Gráfico 13 – Comparação da condutividade elétrica da água.....	73
Gráfico 14 – Perda de massa de dregs entre 1ª e 2ª lavagem.....	75
Gráfico 15 – Perda de massa de dregs entre 2ª e 3ª lavagem.....	76
Gráfico 16 – Médias pH e condutividade elétrica .....	76
Gráfico 17 – pH ao longo do tratamento .....	77
Gráfico 18 – Condutividade elétrica ao longo do tratamento.....	78
Gráfico 19 – Condutividade elétrica entre 2ª e 3ª lavagem .....	78
Gráfico 20 – pH dos dregs com 7 lavagens.....	79
Gráfico 21 – Condutividade elétrica dos dregs com 7 lavagens.....	80
Gráfico 22 – Curva granulométrica dos dregs sem e com tratamento .....	81
Gráfico 23 – Curva granulométrica dos agregados e limites da Faixa B.....	88
Gráfico 24 – Estabilidade dos traços executados.....	91
Gráfico 25 – Volume de vazios dos traços executados.....	91
Gráfico 26 – Relação betume-vazios dos traços executados.....	92
Gráfico 27 – Fluência dos traços executados.....	92

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – O circuito de licor.....	23
Quadro 2 – O circuito de sólidos .....	23
Quadro 3 – Resumo dos estudos de aplicação dos dregs .....	30
Quadro 4 – Classificação dos materiais conforme granulometria .....	45
Quadro 5 – Valores limites dos parâmetros .....	67
Quadro 6 – Análise estatística Post-hoc das temperaturas da água.....	104
Quadro 7 – Análise estatística Post-hoc do tratamento com 3 lavagens .....	105
Quadro 8 – Análise estatística Post-hoc do tratamento com 7 lavagens .....	105

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Características físicas dos dregs conforme literatura.....	25
Tabela 2 – Compostos químicos encontrados nos dregs.....	27
Tabela 3 – Elementos químicos encontrados nos dregs.....	27
Tabela 4 – Condutividade elétrica e pH dos dregs.....	27
Tabela 5 – Redução nas propriedades das argamassas com aplicação de dregs....	30
Tabela 6 – Redução nas propriedades dos concretos com aplicação de dregs .....	31
Tabela 7 – Resultados à compressão em argamassas de revestimento .....	32
Tabela 8 – Ensaio mecânicos em cerâmica industrial.....	34
Tabela 9 – Redução na granulometria .....	36
Tabela 10 – Limites estabelecidos por norma para fíler.....	36
Tabela 11 – Massa mínima por amostra de ensaio.....	44
Tabela 12 – Composição granulométrica dos agregados .....	44
Tabela 13 – Massas e volumes na mistura asfáltica compactada.....	65
Tabela 14 – Teor de umidade dos dregs sem tratamento.....	81
Tabela 15 – Características físicas dos dregs sem tratamento.....	81
Tabela 16 – FRX qualitativo dos dregs com e sem tratamento.....	83
Tabela 17 – Adsorção de azul de metileno nos dregs com e sem tratamento .....	86
Tabela 18 – Granulometria dos agregados .....	87
Tabela 19 – Composição dos agregados na mistura .....	88
Tabela 20 – Dosagem das misturas.....	88
Tabela 21 – Massa dos materiais e ligante utilizados nas misturas.....	89
Tabela 22 – Densidade teórica do traço referência.....	89
Tabela 23 – Densidade teórica do traço com 2% de dregs.....	89
Tabela 24 – Densidade teórica do traço com 4% de dregs.....	89
Tabela 25 – Médias das dimensões e massas dos corpos de prova .....	90
Tabela 26 – Resultados do ensaio Marshall.....	90
Tabela 27 – Lavagens com diferentes tempos de agitação .....	100
Tabela 28 – Lavagens com diferentes temperaturas .....	100
Tabela 29 – Resultados do tratamento com 3 lavagens .....	101
Tabela 30 – Resultados do tratamento com 7 lavagens .....	102
Tabela 31 – Resultados individuais dos corpos de prova .....	103
Tabela 32 – Análise estatística do tempo de agitação .....	104

Tabela 33 – Análise estatística das temperaturas da água.....	104
Tabela 34 – Análise estatística do tratamento com 3 lavagens.....	105
Tabela 35 – Análise estatística do tratamento com 7 lavagens.....	105
Tabela 36 – Análise estatística dos pavimentos.....	106

## LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Normas Brasileiras de Regulação
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
PIB	Produto Interno Bruto
CO <sub>2</sub> eq	Equivalente de dióxido de carbono
CAP	Cimento Asfáltico de Petróleo
DNER	Departamento Nacional de Estradas de Rodagem
DNIT	Departamento Nacional de Infraestrutura de Transportes
ASTM	American Society for Testing and Materials
FRX	Fluorescência de raios-X
DRX	Difração de raios-X
pH	Potencial hidrogeniônico
mS	Mili Siemens
µm	Micrômetro
kgf	Quilograma-força
N	Newton
MPa	Mega Pascal
LCVMat	Laboratório de Caracterização e Valorização de Materiais
ITT	Instituto Tecnológico
CP	Corpo de prova
RBV	Relação betume-vazios

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>13</b>
1.1 JUSTIFICATIVA .....	14
1.2 OBJETIVOS .....	14
<b>1.2.1 Objetivo Geral</b> .....	<b>14</b>
<b>1.2.2 Objetivos Específicos</b> .....	<b>14</b>
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	<b>16</b>
2.1 CENÁRIO DO SETOR DA CELULOSE .....	16
2.2 PROCESSO KRAFT .....	18
<b>2.2.1 Etapa de Caustificação</b> .....	<b>21</b>
<b>2.2.2 Vantagens e Desvantagens do Processo Kraft</b> .....	<b>24</b>
2.3. CARACTERÍSTICAS INTRÍNSECAS DOS DREGS GERADOS NO PROCESSO KRAFT .....	25
<b>2.3.1 Características Físicas do Dregs</b> .....	<b>25</b>
<b>2.3.2 Características Químicas dos Dregs</b> .....	<b>27</b>
<b>2.3.3 Características Mineralógicas dos Dregs</b> .....	<b>28</b>
2.4 SOLUÇÕES DE VALORIZAÇÃO PARA DREGS NO SETOR DA CONSTRUÇÃO CIVIL .....	30
2.5 PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA .....	37
<b>3 PROGRAMA EXPERIMENTAL</b> .....	<b>40</b>
3.1 MATERIAIS .....	41
3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS .....	43
<b>3.2.1 Cimento Asfáltico de Petróleo (CAP)</b> .....	<b>43</b>
<b>3.2.2 Agregados</b> .....	<b>43</b>
<b>3.2.3 Dregs</b> .....	<b>50</b>
3.3 MÉTODOS DE ENSAIO .....	55
<b>3.3.1 TRATAMENTO DOS DREGS</b> .....	<b>55</b>
<b>3.3.2 DOSAGEM MARSHALL</b> .....	<b>61</b>
3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	67
<b>4 APRESENTAÇÃO, ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS</b> .....	<b>69</b>
4.1 TRATAMENTO DOS DREGS .....	69
<b>4.1.1 Ensaios Preliminares</b> .....	<b>69</b>
4.1.1.1 Tempo de Agitação .....	69

4.1.1.2 Temperatura da Água.....	71
<b>4.1.2 Definição do Tratamento .....</b>	<b>73</b>
<b>4.1.3 Resultados das Lavagens .....</b>	<b>74</b>
4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS DREGS SEM E COM TRATAMENTO.....	80
4.3 ENSAIO MARSHALL.....	87
<b>5 CONCLUSÃO .....</b>	<b>94</b>
5.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	94
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	95
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>96</b>
<b>APÊNDICE A – RESULTADOS DOS ENSAIOS PRELIMINARES.....</b>	<b>100</b>
<b>APÊNDICE B – RESULTADOS DO TRATAMENTO DOS DREGS.....</b>	<b>101</b>
<b>APÊNDICE C – RESULTADOS DOS DREGS COM 7 LAVAGENS .....</b>	<b>102</b>
<b>APÊNDICE D – RESULTADOS DO ENSAIO MARSHALL.....</b>	<b>103</b>
<b>APÊNDICE E – ANÁLISE ESTATÍSTICA .....</b>	<b>104</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O setor da construção civil sofreu diversas mudanças nos últimos anos por conta do crescimento populacional, aliado ao processo de urbanização. Apenas no século XX, a população quadruplicou, havendo uma projeção de aumentar ainda mais nas próximas décadas, passando de 6 bilhões de pessoas no mundo para aproximadamente 10 bilhões até 2050 (MEHTA; MONTEIRO, 2014; PRB, 2019). Portanto, há a necessidade de fornecer infraestruturas que comportem esse crescimento, responsável por grande parte da geração de resíduos, fator que têm preocupado as empresas do setor industrial por conta dos impactos ambientais e para atender à Lei 12.305 da Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) (BRASIL, 2010). Para que seja possível o reaproveitamento desses materiais, é necessário estabelecer métodos que viabilizem sua aplicação. Além da própria geração de resíduos, o uso de recursos naturais não-renováveis preocupa o setor da construção civil, fazendo com que se encontre alternativas para mitigar essa escassez através da sua substituição por resíduos (RIBEIRO, 2011).

Na construção civil, diversos resíduos podem ser aplicados em misturas betuminosas e em compostos cimentícios. No segundo caso, Marques *et al.* (2014) realizaram um estudo de aplicação de dregs (resíduos originados no processo Kraft da indústria de papel e celulose) como agregados em argamassas, evidenciando que a substituição ideal é de 10%, resultando em um aumento de 23% na resistência à compressão dos corpos de prova. A incorporação de dregs na produção de clínquer também já se mostrou eficaz em um estudo realizado por Buruberri, Seabra e Labrincha (2015), onde a temperatura de calcinação aplicada na mistura com dregs foi menor do que na mistura referencial, indicando uma economia de energia na produção deste material.

Para possibilitar a utilização dos dregs como agregados em misturas betuminosas, é necessário realizar um tratamento desses resíduos. Modolo *et al.* (2010) avaliaram a utilização dos dregs como agregados em misturas betuminosas, realizando caracterização física e química do material. As misturas contendo o resíduo apresentaram menor resistência e maior sensibilidade à água por conta dos sais solúveis na sua composição; portanto, foi proposta uma filtração dos sais solúveis presentes nos dregs para possibilitar sua incorporação nas misturas propostas. Ao final do processo de lavagem, os dregs apresentaram menores partículas, redução de

75% da concentração de sais solúveis, atingiram a estabilidade Marshall e apresentaram valores compatíveis em comparação às misturas de referência.

Portanto, para esta pesquisa, propõe-se dar continuidade ao estudo de Modolo *et al.* (2010), aprimorando o método de lavagem por filtração dos dregs para possibilitar seu uso em misturas betuminosas, testando a eficiência da sua aplicação em pavimentos.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

A elevada geração de resíduos pelas indústrias, bem como as dificuldades de disposição final e impactos ambientais negativos relacionados a essa geração, sugerem a utilização desses materiais em diversos setores, resultando em um menor extrativismo de recursos materiais não renováveis. No Brasil, os dregs são muito utilizados para correção de pH dos solos, porém, conferem um problema em países que não o utilizam para este fim: como não é necessário esse mesmo tratamento nos solos, os resíduos acabam sendo destinados aos aterros (MODOLO *et al.*, 2010). O tratamento dos dregs para possibilitar sua utilização em misturas betuminosas pode ser uma alternativa viável para mitigar esse problema, dando outras finalidades ao material para que não seja descartado. O aproveitamento do resíduo como fíler nessas misturas visa a produção de um pavimento mais sustentável e que atenda aos parâmetros exigidos por normas vigentes.

## 1.2 OBJETIVOS

Os objetivos do trabalho subdividem-se em geral e específicos.

### 1.2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral da pesquisa é avaliar o efeito do tratamento de dregs (resíduo gerado em processo Kraft) de modo a viabilizar o seu emprego como fíler em misturas betuminosas.

### 1.2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos da pesquisa são:

- a) avaliar os resultados da caracterização física, química e mineralógica dos dregs visando a sua aplicação em pavimento asfálticos;
- b) implementar o tratamento dos dregs por lavagem e filtração a fim de reduzir a concentração de sair solúveis;
- c) avaliar o efeito da lavagem por meio de nova caracterização dos resíduos tratados;
- d) avaliar o potencial do emprego dos dregs tratados como fíler em misturas betuminosas com base nas especificações do DNIT 031/2006.

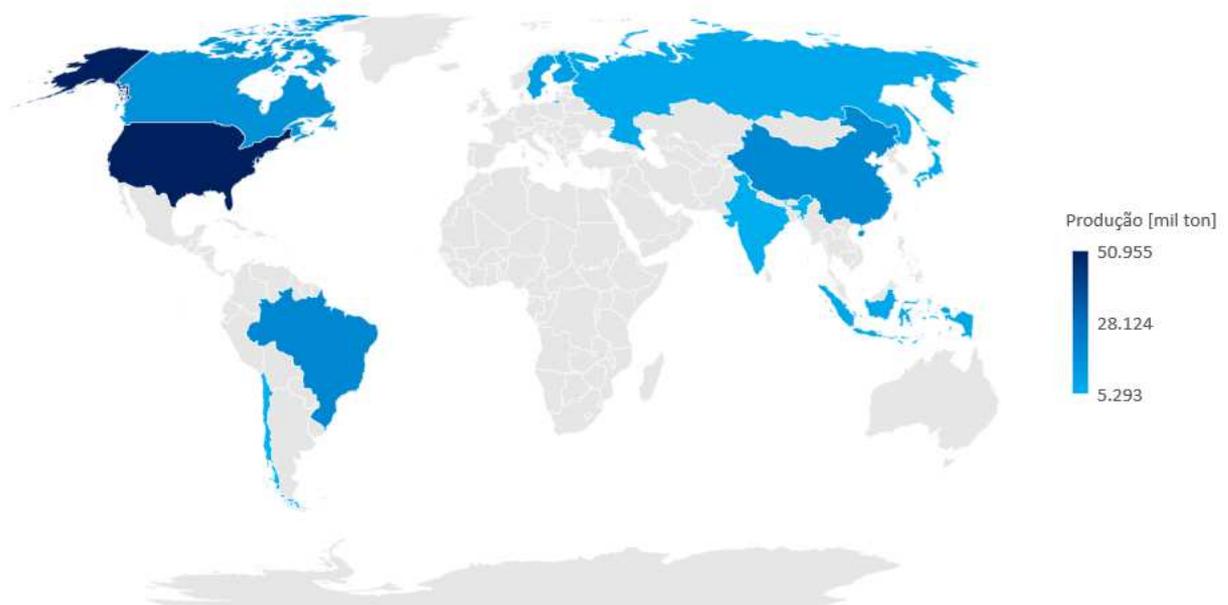
## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

A fundamentação teórica da pesquisa traz o cenário da indústria da celulose – com dados da produção mundial e do país, para contextualizar a importância do setor –, bem como o processo Kraft, de onde se obtém a celulose. Na sequência, são abordadas as características dos dregs e soluções de valorização para este resíduo. Finaliza-se com o subcapítulo de pavimentação asfáltica, subsidiando a proposta de aplicação dos dregs em misturas asfálticas.

### 2.1 CENÁRIO DO SETOR DA CELULOSE

No cenário mundial, o Brasil está entre os países com maior produção de celulose. Os Estados Unidos lideram o ranking dos 12 maiores produtores, e os outros países apresentam oscilação nas posições entre um ano e outro, sendo eles: Brasil, China, Canadá, Japão, Suécia, Finlândia, Rússia, Indonésia, Chile, Índia e Alemanha, destacados na Figura 1 (UNSD, 2020).

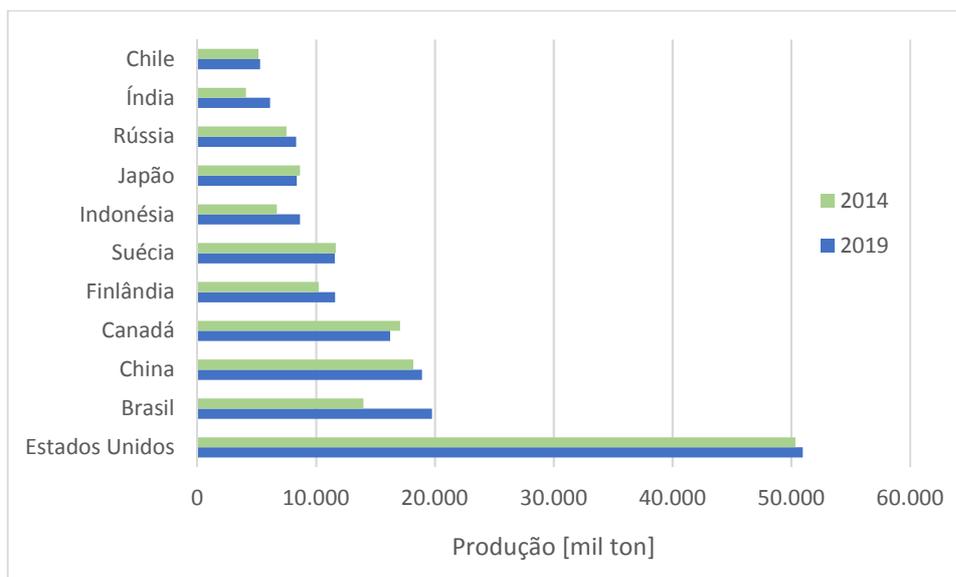
Figura 1 – Maiores produtores de celulose no mundo em 2019



Fonte: Adaptada de UNSD (2020).

Destaca-se que o Brasil subiu duas posições no ranking em um período de 5 anos, com um aumento de 41% na sua produção de celulose, conforme Gráfico 1.

Gráfico 1 – Comparativo da produção de celulose em 2014 e 2019



Fonte: Adaptado de BRACELPA (2014 *apud* ALVES *et al.*, 2015) e UNSD (2020).

O setor de árvores plantadas no Brasil sustenta fortemente os três pilares da sustentabilidade: econômico, social e ambiental. Na parte econômica, representa 6,9% do PIB industrial do país, sendo responsável por 5,2% do total de exportações, além de gerar R\$ 12,8 bilhões em tributos anualmente (federais, estaduais e municipais), valor correspondente a 0,9% da arrecadação nacional. Na esfera social, o setor detém 3,8 milhões e empregos diretos e indiretos. Em se tratando do ambiental, a área total de árvores plantadas é responsável por absorver 1,7 bilhões de toneladas de CO<sub>2</sub>eq<sup>1</sup> (equivalente de dióxido de carbono) da atmosfera, contribuindo expressivamente nas medidas de controle de poluição. O país possui 7,83 milhões de hectares de árvores plantadas, sendo 36% dessa área para celulose e papel. O país que mais importa celulose do Brasil é a China, e os países da América Latina são os que mais importam papel (IBÁ, 2020a).

Os Gráficos 2 e 3 apresentam os dados da produção de papel e celulose no Brasil entre 2010 e 2019.

<sup>1</sup> Medida métrica utilizada para comparar as emissões dos vários gases de efeito estufa, baseada no potencial de aquecimento global de cada um (IBÁ, 2020a).

Gráfico 2 – Produção de celulose no Brasil

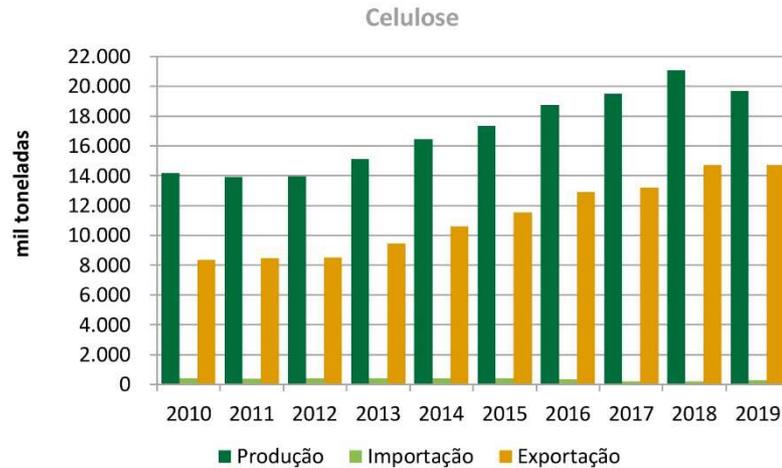
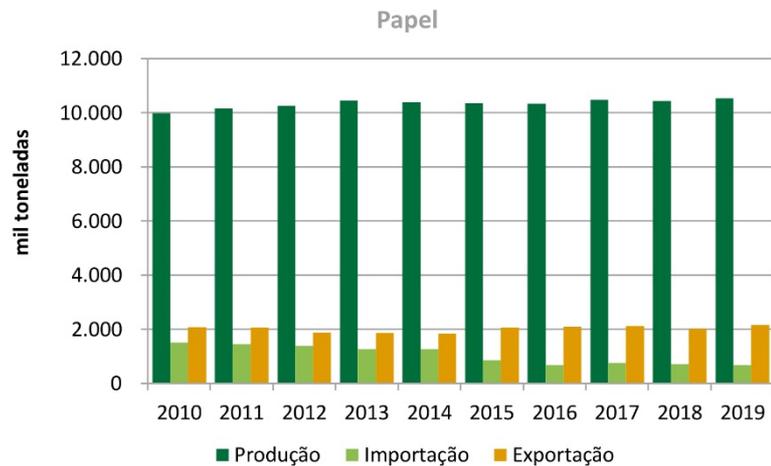


Gráfico 3 – Produção de papel no Brasil



Conforme Gráfico 2, a indústria de celulose segue apresentando um crescimento da sua produção ao longo da última década, assim como na exportação. Segundo o relatório do 4º trimestre de 2020 da IBÁ (2021), o ano de 2020 ainda apresentou um aumento na produção de celulose, totalizando 20,953 milhões de toneladas. A produção de papel no Brasil se mantém estável neste mesmo período, com aproximadamente 10 milhões de toneladas produzidas por ano.

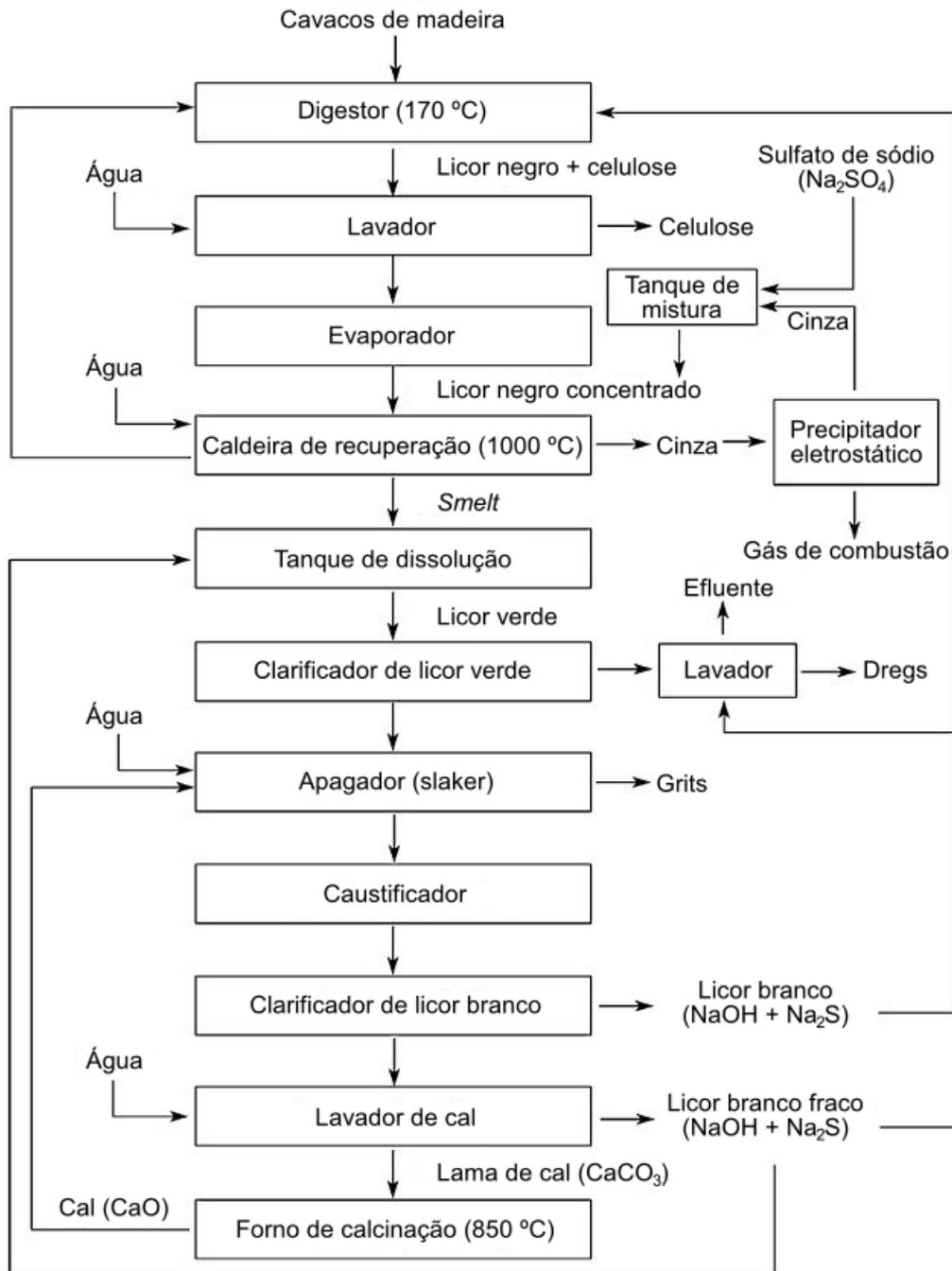
## 2.2 PROCESSO KRAFT

A polpa celulósica pode ser obtida através de diferentes processos comerciais, definidos por critérios físicos, como o rendimento do processo por hectare, e químicos,

como o pH conforme o tipo de composto químico utilizado. Destacam-se a polpação Kraft, pasta mecânica, semi-química e sulfito (FOELKEL; BARRICHELO, 1975).

Dentre os principais processos comerciais para obtenção de celulose, o mais utilizado atualmente é a polpação Kraft, um processo químico onde o hidróxido de sódio (NaOH) e o sulfeto de sódio (Na<sub>2</sub>S) atuam como deslignificantes, originando uma polpa celulósica de elevada qualidade. Corresponde a aproximadamente 60% da indústria mundial de celulose (WASTOWSKI, 2018). A Figura 2 mostra as etapas desse processo.

Figura 2 – Fluxograma do processo Kraft



Fonte: Adaptada de Martins *et al.* (2007, p. 611).

Principal matéria prima do processo, as mudas de eucalipto são selecionadas a partir do seu material genético, de forma que proporcione um bom crescimento ao longo de 120 dias, período em que são reproduzidas em viveiro, para depois serem expedidas para o campo. Nesta etapa, entra em ação a silvicultura, ciência das plantações e seus métodos de regeneração. É necessário um plantio com o devido preparo do solo para garantir a colheita do eucalipto no período de aproximadamente

7 anos, no caso do Brasil. Pode ser utilizado maquinário que descasca as toras no momento da colheita, ou ainda deixando as toras com casca. Essas cascas são encaminhadas para uma caldeira de biomassa, onde o vapor gera energia elétrica (FIBRIA, 2014).

A primeira etapa do processo Kraft é a digestão dos cavacos de madeira. Elas passam por um cozimento a aproximadamente 170 °C, seguindo para o lavador com adição de água, resultando no licor negro fraco. Após ser submetido à uma etapa de evaporação, a solução aquosa gerada nesta fase é o licor negro concentrado, que então é queimado na caldeira de recuperação a uma temperatura próxima a 1000 °C. O que resulta desse processo é o chamado smelt, rico em carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) e sulfeto de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) (ALVES *et al.*, 2015; MARTINS *et al.*, 2007).

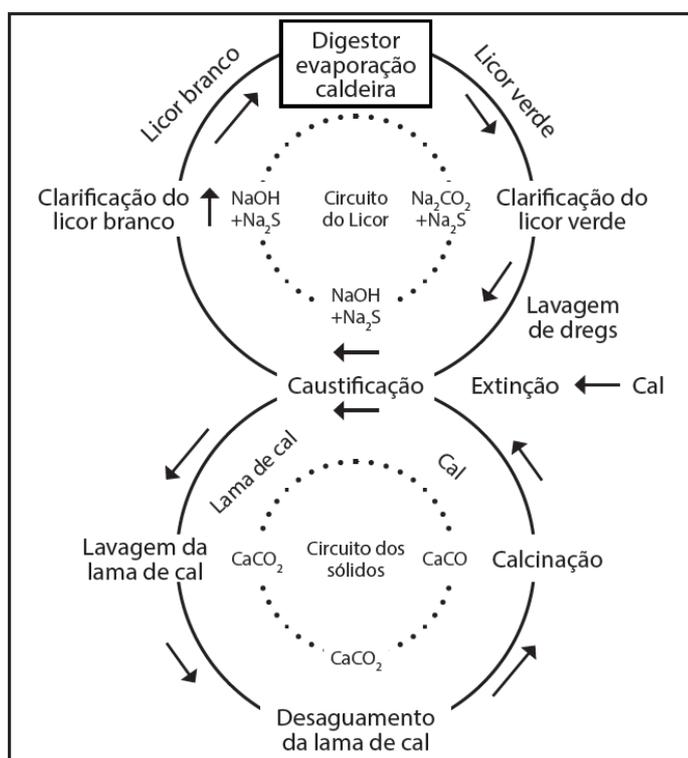
O smelt segue para um tanque de dissolução onde é dissolvido, gerando o chamado licor verde, que é submetido a processos de clarificação e reaproveitamento dos químicos no processo. As impurezas sólidas remanescentes dessa etapa, são denominados, dregs. Após essa clarificação, adiciona-se cal viva ( $\text{CaO}$ ) ao licor verde no *slaker* (apagador da cal), onde os sólidos residuais gerados na etapa do processo são denominados grits (MODOLO, 2014).

### **2.2.1 Etapa de Caustificação**

Com a adição de cal, o carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) presente no licor verde é convertido em hidróxido de sódio ( $\text{NaOH}$ ), processo esse denominado de caustificação. Os produtos desse processo são encaminhados para o clarificador de licor branco, onde ocorre a remoção dos precipitados de carbonato de cálcio, restando a lama de cal ( $\text{CaCO}_3$ ), posteriormente submetida a uma lavagem para remoção dos vestígios de sódio. É importante ressaltar que mesmo sendo composta majoritariamente por  $\text{CaCO}_3$ , essa lama é conhecida na indústria por lama de cal. Na sequência, ela segue para o forno de cal, onde é calcinada a aproximadamente 850 °C, podendo sempre que necessário ser reintroduzida no processo na etapa já mencionada de clarificação do licor verde, ou seja, no apagador da cal. O licor branco residual da clarificação é reciclado logo no início do processo, após a digestão. Já o licor branco fraco residual da lavagem da cal é utilizado na etapa de lavagem dos resíduos sólidos da etapa de clarificação do licor verde, onde são gerados os dregs (MODOLO *et al.*, 2014; MARTINS *et al.*, 2015).

A caustificação no processo Kraft é um ciclo fechado, onde os resíduos sólidos gerados e as diferentes etapas do licor são reinseridos no próprio sistema, alcançando taxas de recuperação de produtos químicos de aproximadamente 96%. Apenas no forno de calcinação que há liberação de gás carbônico para a atmosfera; as etapas anteriores conseguem capturar o CO<sub>2</sub> (dióxido de carbono). Na Figura 3 é possível visualizar o ciclo da recuperação de produtos químicos, compreendendo o ciclo de licor e dos sólidos do processo (ALVES *et al.*, 2015).

Figura 3 – Ciclo do processo de caustificação



Fonte: Alves *et al.* (2015, p. 210).

O circuito do licor se inicia ainda na etapa inicial do processo, em que é gerado o licor negro através da digestão dos cavacos de madeira. Segue para o licor verde logo após a caldeira de recuperação, passando por um processo de clarificação, onde são gerados os dregs. Após a caustificação, gera-se o licor branco residual, que retorna para etapas anteriores do processo Kraft (COHN; RIBEIRO, 2002 *apud* ALVES *et al.*, 2015). O Quadro 1 sintetiza detalhadamente as etapas desse circuito.

Quadro 1 – O circuito de licor

Etapas	Objetivo
Clarificação de licor verde	Para remoção substancial de todos sólidos suspensos chamados dregs.
Lavagem de dregs	Para remover a soda residual dos sólidos sedimentados, antes da descarga residual.
Extinção e caustificação	Para extinção de cal viva e sua reação para produção de licor branco.
Clarificação de licor branco	Para remoção substancial de todos os sólidos suspensos, proporcionando um licor de cozimento de clareza adequada (50 a 100 ppm de sólidos suspensos).
Acabamento no licor branco	Para maior remoção dos sólidos remanescentes, quando desejado.

Fonte: Alves *et al.* (2015, p. 211).

Já o circuito dos sólidos engloba os processos aos quais a cal é submetida. O óxido de cálcio inserido no licor verde forma a lama de cal, que passa por um processo de lavagem e então é calcinada para ser reaproveitada na própria caustificação. Nas etapas dos circuitos, são removidas as impurezas sólidas restantes no licor (dregs e grits) para que não se atinja elevados teores de elementos inertes no circuito (COHN; RIBEIRO, 2002 *apud* ALVES *et al.*, 2015). O Quadro 2 mostra com mais detalhes as etapas envolvidas no circuito de sólidos.

Quadro 2 – O circuito de sólidos

Procedimentos	Objetivo
Extinção de cal	Para converter a cal viva à forma hidratada.
Peneiramento	Para remover a parte grossa inerte.
Caustificação	Para conversão do carbonato de sódio a hidróxido de sódio.
Engrossador	Para concentrar os sólidos suspensos (carbonato de cálcio e inativos).
Lavagem	Recuperar a soda para retorno ao ciclo de licor e reduzir o nível bastante baixo da caustificação.
Desaguamento	Concentrar a lama para alimentação do forno.
Calcinção	Produzir cal viva, a partir do carbonato.

Fonte: Alves *et al.* (2015, p. 212).

### 2.2.2 Vantagens e Desvantagens do Processo Kraft

Wastowski (2018) refere algumas vantagens do processo Kraft em relação a outros processos de polpação celulósica:

- a) pode ser aplicado em diversos materiais vegetais fibrosos;
- b) menor tempo de cozimento;
- c) proporciona tecnologicamente elevados graus de alvura da polpa não branqueada;
- d) alta resistência mecânica das pastas produzidas, originando um papel com maior resistência físico-mecânica;
- e) produção de diversos subprodutos ao decorrer das etapas da produção (dregs e grits, por exemplo);
- f) tecnologia que proporciona recuperação dos reagentes químicos utilizados na etapa de cozimento;
- g) fonte de geração térmica através da etapa de recuperação;
- h) maior tolerância para madeiras com casca;
- i) eficiência nos processos deslignificantes;
- j) estabilidade na produção, com fibras de boa qualidade;
- k) degradação fácil dos extrativos da madeira;
- l) possibilidade de inserir processos deslignificantes, em diferentes tipos de digestores;
- m) polpa produzida de excelente qualidade, proporcionando diversas aplicações.

Como desvantagens do processo Kraft, Wastowski (2018) apresenta as seguintes:

- a) o licor de cozimento de alta alcalinidade ataca os carboidratos, fazendo com que a conversão da madeira em celulose não apresente um alto rendimento;
- b) custos de instalação da planta e montagem da fábrica elevados;
- c) fábricas já instaladas têm como obstáculos as limitações da recuperação do licor para o crescimento da sua produção;

- d) emissão de compostos voláteis (gás sulfídrico ou sulfeto de hidrogênio – H<sub>2</sub>S) e odores fortes oriundos do processo de redução do enxofre (formação de tióis, onde o grupo OH – hidroxila – é substituído por um átomo de enxofre – S).

### 2.3. CARACTERÍSTICAS INTRÍNSECAS DOS DREGS GERADOS NO PROCESSO KRAFT

Os dregs são gerados na fase de clarificação do licor verde, sendo a purga desse processo. São normalmente classificados como resíduos não-inertes. Possuem alto teor de CaO e são normalmente dispostos em conjunto com os grits por conta da sua similaridade na composição química e alcalinidade, necessitando apenas de um sistema de recuperação dos compostos de sódio e cálcio. Em média, são gerados 12 kg de dregs por tonelada de celulose produzida (FOELKEL, 2011; TORRES *et al.*, 2020).

Dregs possuem alto teor de umidade, em torno de 50%, o que requer uma secagem prévia e moagem desses resíduos antes de aplicá-los. Deve-se levar em conta esse fator do beneficiamento dos materiais na avaliação de sua aplicação, pois acarretará aumento da demanda de energia no processo (MODOLO, 2014).

#### 2.3.1 Características Físicas do Dregs

Os dregs são um dos resíduos gerados na produção de celulose, sendo a purga desse processo. Possuem aparência escura e granular, similar a um pó de café, porém com alta densidade (FOELKEL, 2011). A Tabela 1 apresenta resultados de características físicas encontrados por outros autores.

Tabela 1 – Características físicas dos dregs conforme literatura

<b>Autor</b>	<b>Densidade [g/cm<sup>3</sup>]</b>	<b>Área superficial [m<sup>2</sup>/g]</b>
Modolo <i>et al.</i> (2010)	2,87	-
Mäkitalo <i>et al.</i> (2016)	2,535	17,675
Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016)	2,598	6,24
Torres <i>et al.</i> (2020)	2,44	1,031

Fonte: Elaborada pela autora.

Quanto à composição granulométrica, os dregs possuem partículas finas que podem atingir valores inferiores a 75 µm. Por conta da umidade presente *in natura*, o

material pode apresentar um aspecto aglomerado (RODRIGUES *et al.*, 2016). Os Gráficos 4 e 5 apresentam exemplos de composição granulométrica dos dregs encontrados por outros autores.

Gráfico 4 – Granulometria dos dregs segundo Martínez-Lage *et al.* (2016)

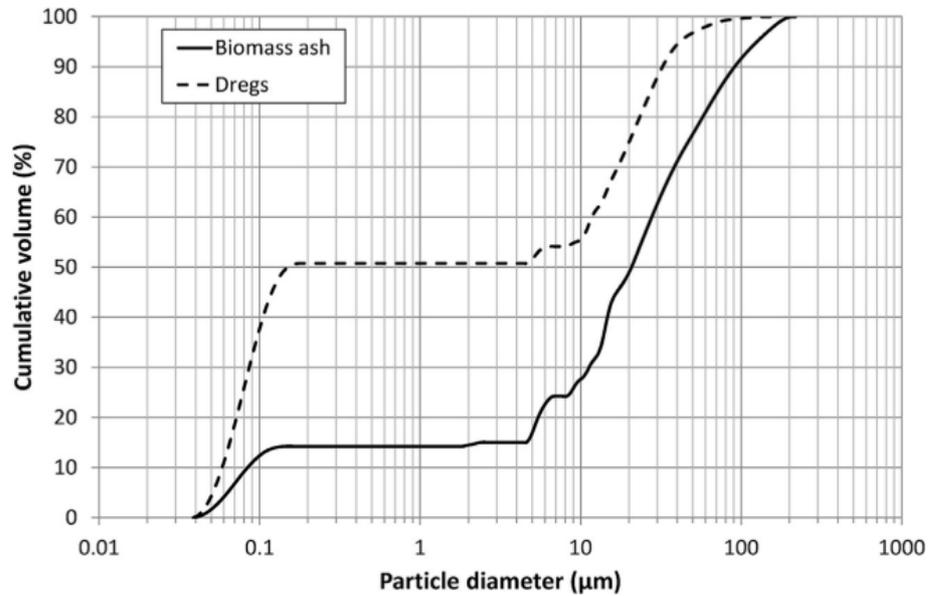
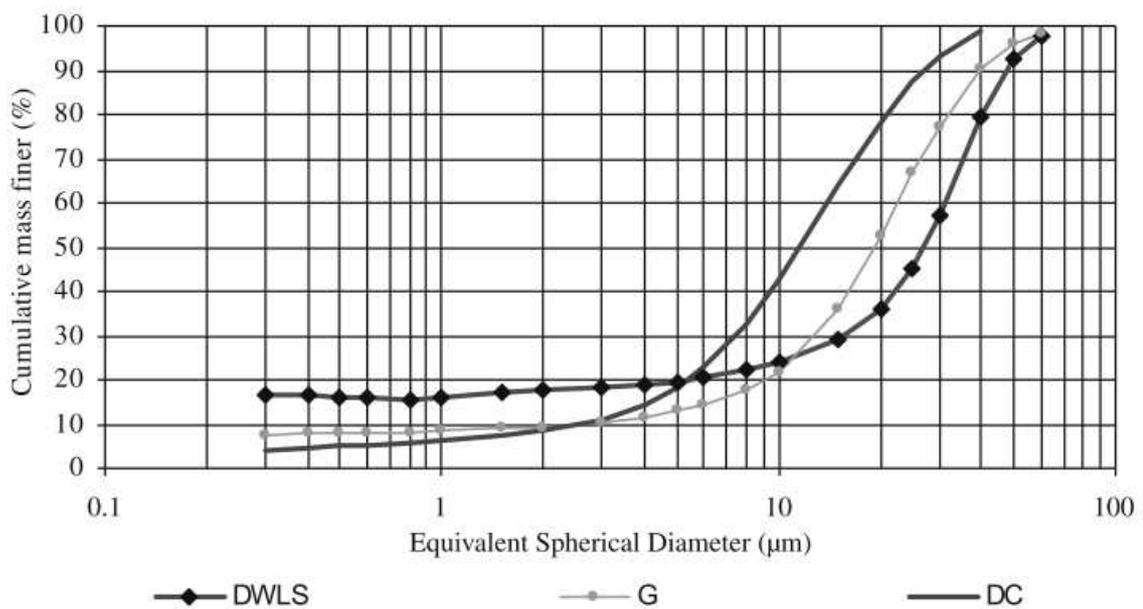


Fig. 3. Particle size distribution of biomass ash and dregs.

Fonte: Martínez-Lage *et al.* (2016, p. 866).

Gráfico 5 – Granulometria dos dregs (DC) segundo Modolo *et al.* (2010)



Fonte: Modolo *et al.* (2010, p. 689).

### 2.3.2 Características Químicas dos Dregs

Os dregs são compostos por sais oriundos do processo de fabricação de celulose e papel, com uma pequena fração orgânica restante do processo de calcinação na caldeira de recuperação. Sua composição química apresenta elevado teor de cálcio, seguido de sódio e magnésio. Ainda apresenta traços de outros elementos químicos, como zinco, chumbo e cobre (MODOLO *et al.*, 2010). As Tabelas 2 e 3 apresentam composições químicas dos dregs encontradas por outros autores.

Tabela 2 – Compostos químicos encontrados nos dregs

Composto	Teor [%]			
	CaO	62,4	46,2	52,9
SiO <sub>2</sub>	-	1,3	2,91	6,67
SO <sub>3</sub>	-	1,4	-	6,44
K <sub>2</sub> O	0,37	0,28	0,06	0,91
MgO	5,94	3,3	16,8	3,14
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,47	0,43	1,1	0,74
Autor	Cabral <i>et al.</i> (2008)	Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016)	Gomes <i>et al.</i> (2020)	Torres <i>et al.</i> (2020)

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 3 – Elementos químicos encontrados nos dregs

Elemento	Teor [%]		
	Ca	35,41	32,39
Na	1,02	1,16	6,11
Mg	0,92	1,41	5,14
Mn	0,48	0,86	0,86
K	0,12	0,15	0,51
Fe	0,3	1,01	0,42
Autor	Almeida <i>et al.</i> (2007)	Martins <i>et al.</i> (2007)	Modolo <i>et al.</i> (2010)

Fonte: Elaborada pela autora.

Esses altos teores de sais conferem alcalinidade aos dregs, com valores de pH superiores a 10 e elevada condutividade elétrica, conforme Tabela 4. Por esse motivo, os dregs são muito utilizados como corretor de acidez em solos no Brasil, normalmente comercializados em conjunto com os grits (FOELKEL, 2011).

Tabela 4 – Condutividade elétrica e pH dos dregs

Autor	pH	Condutividade elétrica [mS/cm]
Almeida <i>et al.</i> (2007)	10,7	-
Cabral <i>et al.</i> (2008)	12,2	-
Modolo <i>et al.</i> (2010)	12,8	26,21
Simão <i>et al.</i> (2018)*	10,4 – 12,2	-
Gomes <i>et al.</i> (2020)	10,3	15,6

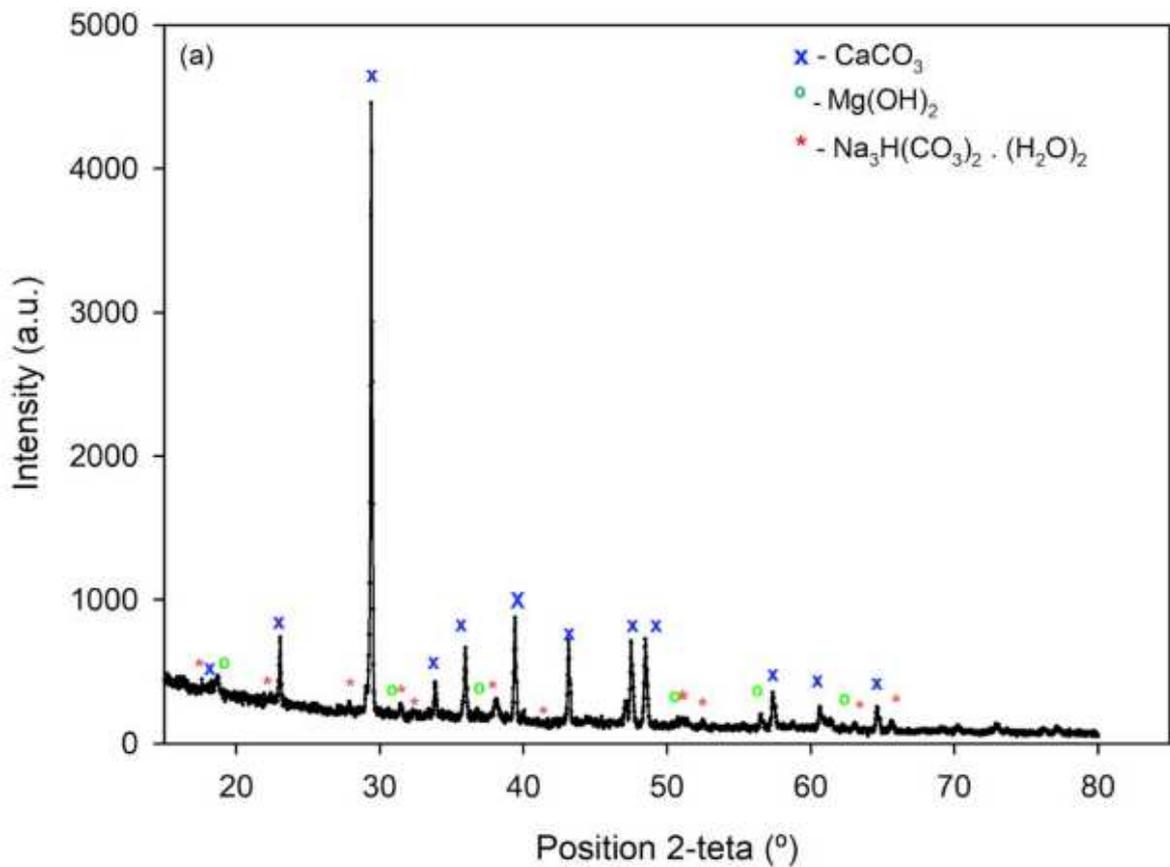
\*Revisão de literatura

Fonte: Elaborada pela autora.

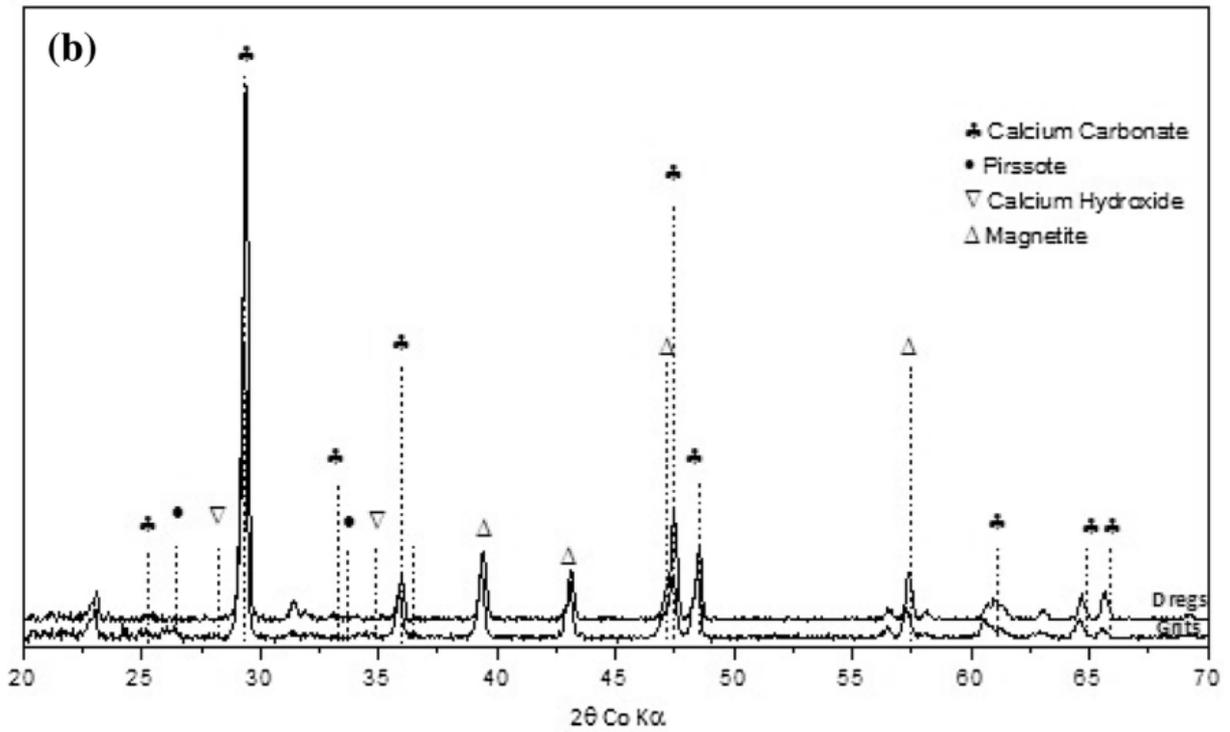
### 2.3.3 Características Mineralógicas dos Dregs

Dregs são compostos essencialmente por carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) e carbonato de sódio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), sulfeto de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}$ ) e uma pequena fração orgânica que não foi totalmente queimada na caldeira de recuperação de biomassa (MODOLO *et al.*, 2010). Os difratogramas apresentados nas Figuras 4, 5 e 6 corroboram com os resultados da composição química dos dregs, apresentando principalmente picos de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ).

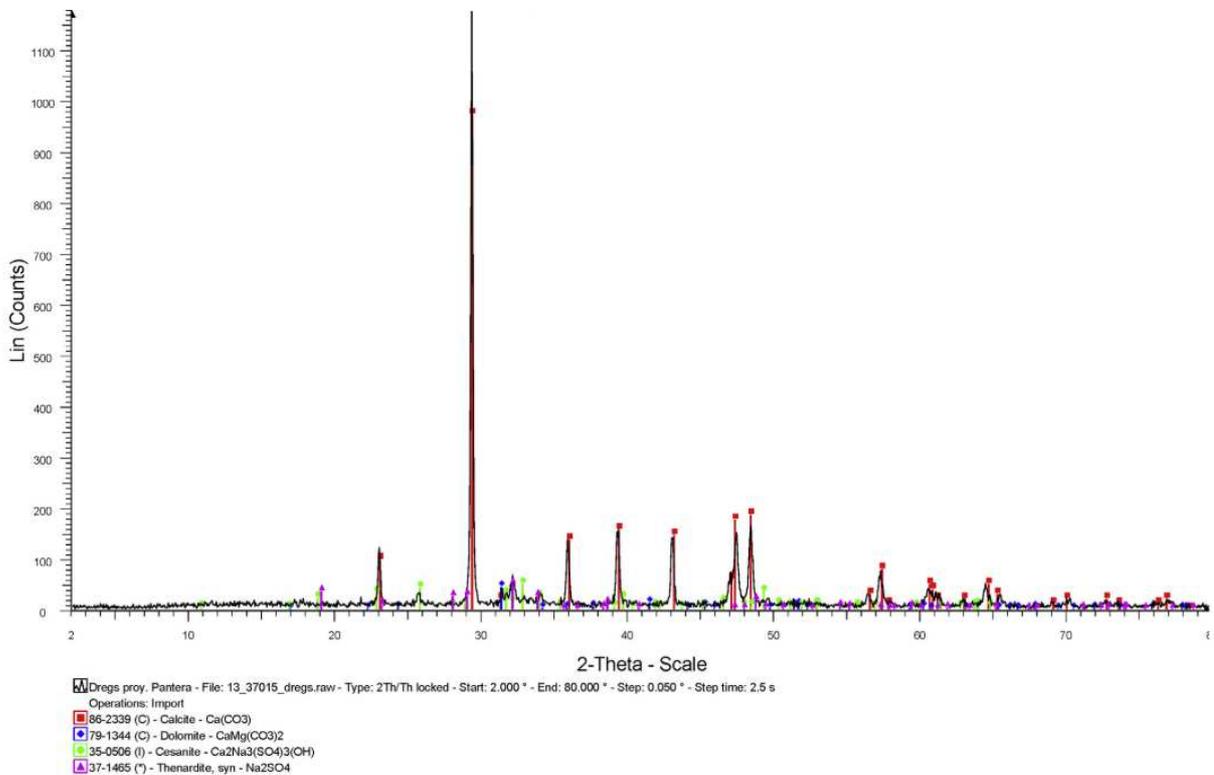
Figura 4 – Difratograma dos dregs segundo Gomes *et al.* (2020)



Fonte: Gomes *et al.* (2020, p. 5).

Figura 5 – Difratoograma dos dregs segundo Torres *et al.* (2020)

Fonte: Torres *et al.* (2020, p. 5).

Figura 6 – Difratoograma dos dregs segundo Martínez-Lage *et al.* (2016)

Fonte: Martínez-Lage *et al.* (2016, p. 866).

## 2.4 SOLUÇÕES DE VALORIZAÇÃO PARA DREGS NO SETOR DA CONSTRUÇÃO CIVIL

No Quadro 3 são apresentados alguns resultados do uso de dregs em diversas aplicações no setor da construção civil.

Quadro 3 – Resumo dos estudos de aplicação dos dregs

<b>Autor(es)</b>	<b>Aplicação</b>	<b>Problemas observados</b>
Martínez-Lage <i>et al.</i> (2016)	Substituição parcial do cimento Portland em argamassas e concretos	Perda substancial das propriedades mecânicas; maior absorção de água
Marques <i>et al.</i> (2016)*	Substituição parcial do agregado miúdo em argamassas	Argamassa mais seca; menor resistência à compressão
Müller (2012)*	Substituição parcial do agregado miúdo em argamassas de revestimento	Aumento da perda de massa conforme passar do tempo; conseqüente aumento da porosidade
Zanella (2011)*	Substituição parcial do agregado miúdo em argamassas de revestimento interno	Redução da resistência à compressão conforme aumento do teor de substituição
Ribeiro (2010)*	Substituição parcial da argila em produção de cerâmica industrial	Substituição de 20% acarretou prejuízos ao desempenho mecânico
Modolo <i>et al.</i> (2010)	Substituição parcial do fíler em misturas betuminosas (sem tratamento)	Sensibilidade à água (ensaio Marshall); resíduo absorve o CAP da mistura

\*Composto dregs-grits

Fonte: Elaborado pela autora.

Os primeiros estudos apresentados trazem a aplicação dos dregs em seu estado original, sem qualquer método de beneficiamento. Após, é abordado o estudo de Modolo *et al.* (2010), onde um tratamento aplicado no resíduo possibilitou o seu emprego como fíler em misturas betuminosas.

Martínez-Lage *et al.* (2016) realizaram substituições de cimento Portland por dregs. Os teores de substituição foram de 10%, 20% e 30% em argamassas e 10% e 20% em concretos. Na Tabela 5 são apresentados os resultados encontrados pelos autores. É expressiva a redução dos valores em relação às propriedades das argamassas e nas propriedades dos concretos contendo dregs, conforme Tabela 6.

Tabela 5 – Redução nas propriedades das argamassas com aplicação de dregs

<b>Argamassas</b>	<b>Teor de substituição</b>		
	<b>10%</b>	<b>20%</b>	<b>30%</b>
Redução na tração na flexão [%]	-	5	19
Redução na resistência à compressão [%]	-	7	26

Fonte: Adaptada de Martínez-Lage *et al.* (2016).

Tabela 6 – Redução nas propriedades dos concretos com aplicação de dregs

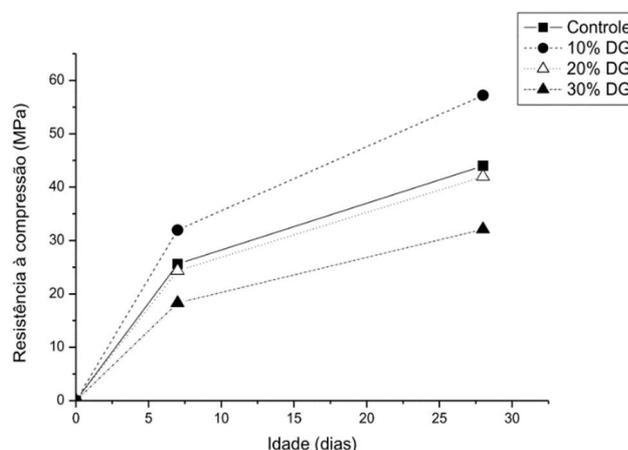
Concretos	Teor de substituição	
	10%	20%
Redução na resistência à compressão [%]	20	35
Redução na tração por comp. diametral [%]	18	23
Redução no módulo de elasticidade [%]	8	13

Fonte: Adaptada de Martínez-Lage *et al.* (2016).

Através dos ensaios executados, foi constatada uma perda substancial das propriedades mecânicas, superior a 20% para a resistência à compressão, 18% para a resistência à tração e 8% para o módulo de elasticidade. Os autores atribuíram essas perdas ao menor poder aglomerante do resíduo quando comparado ao cimento Portland. Ainda, no teor de substituição de 20% em concretos, a impermeabilidade diminuiu, o que significa uma possível degradação adicional do produto.

Marques *et al.* (2016) realizaram substituições de 10%, 20% e 30% do agregado miúdo (areia) em argamassas pelo composto dregs-grits. Foi observada uma diminuição da fluidez da argamassa conforme aumentou o teor de substituição, apresentando uma consistência mais seca, devido ao fato da menor granulometria do resíduo em relação à areia e matéria orgânica existente na composição química do material, que contribui para a absorção de água. Segundo os autores, a presença de óxidos de cálcio e magnésio podem trazer problemas relacionados à durabilidade. Na Figura 7, é possível observar esses pontos abordados pelos autores, bem como identificar um comportamento superior das argamassas contendo um teor de 10% de substituição, indicando que há a possibilidade de se determinar um teor ideal, que traga benefícios à mistura.

Figura 7 – Resistência à compressão em argamassas



Fonte: Marques *et al.* (2016, p. 428).

Zanella (2011) realizou substituições de 10%, 20%, 30 e 40% do agregado miúdo (areia) por uma mistura composta por dregs e grits em argamassas de revestimento interno. Os resultados apresentados na Tabela 7 indicam que, apesar de todos os traços se enquadrarem na classificação da ABNT NBR 13281:2005 – norma referente aos requisitos de argamassas de revestimento interno –, houve redução na resistência à compressão conforme maior foi o teor de substituição do traço.

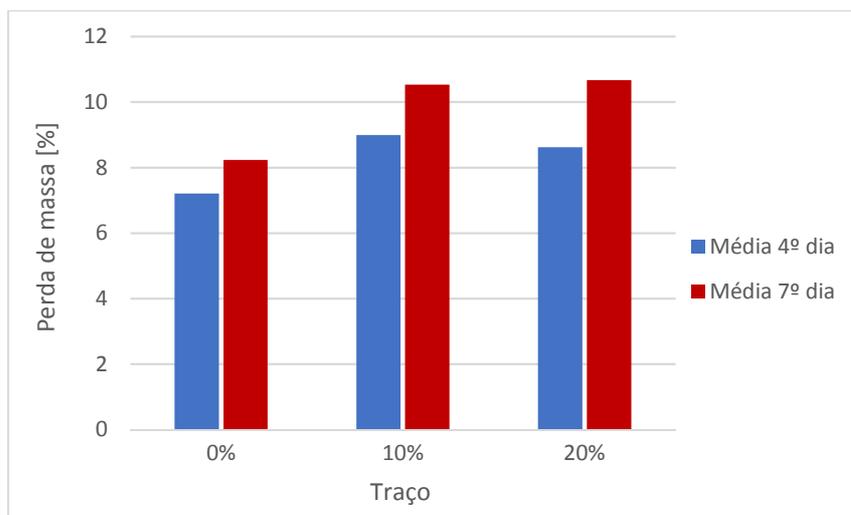
Tabela 7 – Resultados à compressão em argamassas de revestimento

Traços	Classificação NBR 13281/2005	Força média (kgf)	Diâmetro 1 médio (cm)	Diâmetro 2 médio (cm)	Área média (cm <sup>2</sup> )	Resistência à Compressão (MPa)
0	P4	1046,67	5,002	5,007	19,67	5,22
10	P3	706,67	5,007	5,022	19,75	3,51
20	P3	553,33	4,985	4,993	19,55	2,78
30	P2	453,33	4,958	4,96	19,32	2,30
40	P1	313,33	4,962	4,978	19,40	1,58

Fonte: Adaptada de Zanella (2011).

Müller (2012) propôs a mesma aplicação da mistura, com teores de substituição de 10% e 20% do agregado miúdo (areia) em argamassas de revestimento interno. Conforme exposto no Gráfico 6, as argamassas contendo o resíduo apresentaram maior perda de massa, com corpos de prova mais porosos, contribuindo para a ocorrência de patologias, como fissuração e degradação mais rápida da argamassa de revestimento.

Gráfico 6 – Perda de massa em argamassas de revestimento interno



Fonte: Adaptada de Müller (2012, p. 57).

Ribeiro (2010) realizou substituições de 10%, 20% e 40% da argila pelo composto dregs-grits na produção de cerâmica industrial, sendo que cada resíduo representa metade de cada teor de substituição – ou seja, um teor de 20% de substituição contém 10% de dregs e 10% de grits. Os materiais foram aplicados sem qualquer tratamento prévio.

Foram realizados quatro ensaios pós-queima: absorção de água (AA); porosidade (PA); retração linear (RL); e tração de ruptura à flexão (TRF). Ainda foi determinado o módulo de elasticidade (MEA) de cada teor. Os corpos-de-prova do traço contendo 40% de substituição se deterioraram ainda na etapa da queima.

Conforme Tabela 8, o teor de substituição de 20% apresentou resultados inferiores em relação à substituição de 10%. Segundo o autor, o excesso de dregs leva à formação de porosidade por conta da sua elevada perda de massa durante a queima, prejudicando a resistência mecânica.

Tabela 8 – Ensaio mecânicos em cerâmica industrial

Temp. (°C)	Composição	AA (%)	PA (%)	RL (%)	MEA (%)	TRF (MPa)
110	Só argila			0,21		7,61
	D5G5			0,25		15,45
	D10G10			0,15		8,72
	D20G20			0,15		7,48
900	Só argila	17,12	31,12	0,34	1,64	25,28
	D5G5	16,93	31,76	0,09	1,87	38,91
	D10G10	29,65	43,89	0,66	1,49	10,26
	D20G20	houve decomposição dos corpos de prova apos a queima				
1000	Só argila	18,94	33,87	0,65	1,79	33,73
	D5G5	15,38	25,78	0,51	1,89	52,46
	D10G10	24,74	38,59	0,70	1,56	30,78
	D20G20	houve decomposição dos corpos de prova apos a queima				

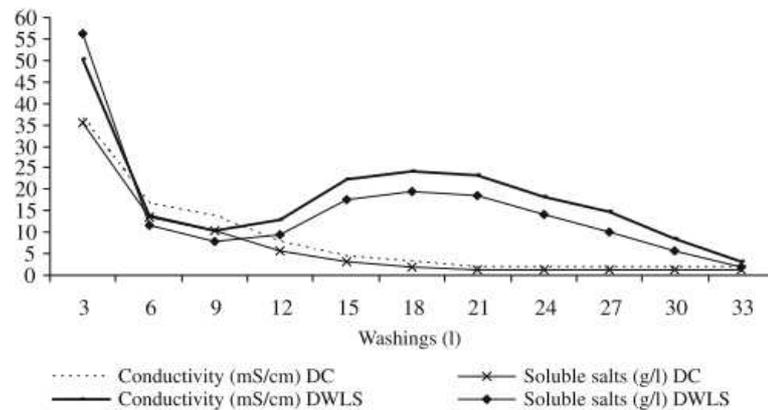
Fonte: Ribeiro (2010, p. 102).

Modolo *et al.* (2010) avaliaram a utilização dos dregs como agregados em misturas betuminosas, realizando caracterização física e química do material. As misturas contendo o resíduo apresentaram menor resistência e maior sensibilidade à água, fato esse que pode estar diretamente relacionado à presença de sais solúveis na sua composição; portanto, foi proposta uma lavagem e filtração para a remoção de sais solúveis – como os cloretos, por exemplo – presentes nos dregs, assim possibilitando sua incorporação nas misturas propostas.

O tratamento foi conduzido com amostras contendo 1200 g de dregs, secas a 105 °C; após, foram adicionados 3 L de água destilada aquecida a aproximadamente 70 °C – para simular o processo de geração do resíduo original –, agitando-se por 10 min. Então, foi realizada a filtração das amostras, medindo a condutividade e o teor de sais solúveis em uma amostra de 250 ml ao final de cada filtração para medir a eficiência da lavagem. O processo foi repetido em cada uma das amostras até apresentarem resultados baixos e constantes.

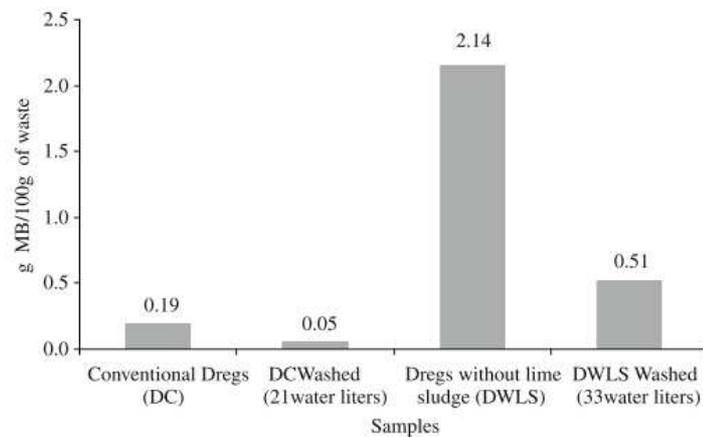
O Gráfico 7 apresenta a condutividade elétrica e teor de sais solúveis em função da quantidade de lavagens realizadas, e o Gráfico 8 os resultados da caracterização por azul de metileno, que corresponde à presença de matéria orgânica no material. A redução na condutividade elétrica e os resultados do ensaio de azul de metileno corroboram com a redução obtida no teor de sais solúveis conforme a quantidade de lavagens realizada no material.

Gráfico 7 – Condutividade por lavagem



Fonte: Modolo *et al.* (2010, p. 690).

Gráfico 8 – Azul de metileno



Fonte: Modolo *et al.* (2010, p. 690).

Ao final do processo de lavagem, os dregs apresentaram menor diâmetro de partículas, redução de 75% da concentração de sais solúveis, atingiram a estabilidade Marshall e apresentaram valores compatíveis em comparação às misturas de referência. Conforme Tabela 9, houve redução expressiva da granulometria, dobrando a porcentagem de material passante na peneira #200, tornando-o mais compatível com os materiais convencionais utilizados como fíler. Através desses resultados, o material atende aos limites estabelecidos pela norma de materiais de enchimento para misturas betuminosas DNER 367/97, apresentados na Tabela 10.

Tabela 9 – Redução na granulometria

Sieve size (mm)	Accumulated percentage passing	
	DC before washing	DC after washing
25	100	100
19	100	100
12.50	100	100
4.75	100	100
2.00	99.6	100
0.425	66.0	99.5
0.180	54.6	94.0
0.075	43.4	91.3

Fonte: Modolo *et al.* (2010, p. 696).

Tabela 10 – Limites estabelecidos por norma para fíler

Abertura de malha (mm)	%, em peso, passando
0,42	100
0,18	95-100
0,075	65-100

Fonte: DNER 367/97 (p. 2).

Diante de possíveis soluções de valorização de determinado material, é necessário realizar uma ampla caracterização física, química e mineralógica para justificar a proposta de aplicação. Alguns estudos propuseram a substituição parcial de materiais reativos por dregs e grits, o que não acarretou bons resultados, pois trata-se de materiais inertes. Deve-se avaliar se realmente podem trazer benefícios à solução proposta, pois esses resíduos apresentam composições químicas que podem ser prejudiciais em diversas aplicações – como por exemplo os sais solúveis em pavimentos, responsáveis por absorverem o CAP, material mais caro da mistura.

Conforme estudo de Modolo *et al.* (2010), é possível viabilizar a aplicação dos dregs através de um tratamento por lavagem via filtração, por exemplo. A redução do teor de sais solúveis poderia solucionar alguns dos problemas abordados nos estudos aqui citados. Aplicando esse tratamento, é necessário levar em conta o efluente gerado, para avaliar se vale a pena sua execução em decorrência dos seus impactos ambientais, ou até mesmo utilizá-lo em outras aplicações, como na agricultura, por exemplo, onde os dregs já são utilizados como corretores de acidez do solo.

Evidencia-se a importância de pesquisar alternativas para aplicação de resíduos da indústria de celulose, visando minimizar impactos ambientais decorrentes

do seu descarte em aterros, como contaminação da água e do solo, e do uso de recursos naturais não renováveis, cada vez mais escassos.

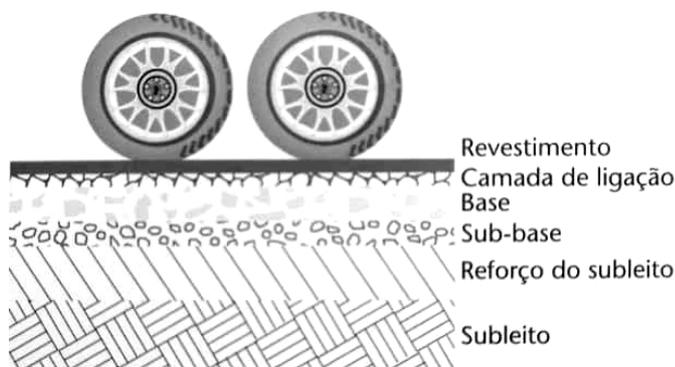
## 2.5 PAVIMENTAÇÃO ASFÁLTICA

De acordo com Balbo (2007), o pavimento é uma estrutura não perene, concebida com a função de transmitir esforços e aliviar as tensões das camadas inferiores, de maneira que atenda à parte estrutural e operacional do tráfego com o mínimo de custo possível a longo prazo. Deve-se considerar o comportamento mecânico de cada camada de sua composição, que sofrerá um estado de tensões por conta das cargas recebidas pelo pavimento.

No caso dos pavimentos flexíveis, também denominados pavimentos asfálticos ou betuminosos, o revestimento resulta de uma mistura de ligante asfáltico com agregados de distribuição granulométrica pré-estabelecida conforme a camada a ser aplicada, sobre uma base granular ou solo estabilizado (MEDINA; MOTTA, 2015).

As camadas de um pavimento asfáltico são apresentadas na Figura 8.

Figura 8 – Camadas genéricas de um pavimento



Fonte: Balbo (2007, p. 36).

O revestimento do pavimento asfáltico deverá receber as cargas, estáticas ou dinâmicas, com a capacidade de não sofrer grandes deformações. Portanto, os materiais aplicados no revestimento devem satisfazer essas condições, possibilitando que sejam utilizados diferentes materiais em duas camadas:

- a) camada de rolamento: também denominada capa de rolamento e camada de desgaste, é a superfície do pavimento, que entra em contato direto com as cargas e ações ambientais.;

- b) camada de ligação: também denominada camada de *binder*, é a camada intermediária entre a camada de rolamento e a base do pavimento, (BALBO, 2007).

Quanto aos materiais constituintes, um pavimento asfáltico é composto pelo ligante asfáltico (betume), agregado graúdo, agregado miúdo e fíler. O ligante asfáltico é o material responsável por proporcionar a união das partículas dos agregados e transmitir as cargas recebidas pela superfície do pavimento para as camadas inferiores, e o fíler exerce a função de material de enchimento, diminuindo os vazios presentes na mistura e aumentando a viscosidade do ligante asfáltico (PINTO; PINTO, 2015).

O cimento asfáltico de petróleo (CAP) é um material ligante, com aspecto viscoso, que apresenta boa aderência com agregados e propriedades impermeabilizantes, tornando seu uso propício na engenharia civil. Possui boa durabilidade e flexibilidade, além de ser insolúvel em água e resistente à materiais ácidos, sais e álcalis. É obtido através de processos de refinamento do petróleo, sendo composto principalmente por hidrocarbonetos. A classificação do CAP é feita conforme sua viscosidade determinada no ensaio de penetração: quanto mais alta sua numeração, mais duro é o CAP. Necessita de aquecimento para possibilitar o seu uso na pavimentação (BALBO, 2007).

Os agregados utilizados nas misturas asfálticas são normalmente areias, pedregulhos e rochas minerais, submetidos ou não a processor de beneficiamento. Devem apresentar propriedades que suportem as tensões impostas no pavimento, com determinação do seu desempenho por meio de ensaios em laboratório (BERNUCCI *et al.*, 2006). São, em sua maioria, de origem natural, com cada vez mais pesquisas utilizando resíduos industriais para proporcionar uma redução da extração de materiais não-renováveis e disposição desses resíduos em aterros. Independente da origem do agregado, devem ser atendidas as especificidades da norma do DNIT 412/2019, que diz respeito à composição granulométrica dos agregados conforme a camada em que será aplicada a mistura, pois essa distribuição influencia diretamente na durabilidade e desempenho do asfalto (BALBO, 2007).

Já o fíler é responsável pela função de preenchimento dos vazios do asfalto, proporcionando uma melhor trabalhabilidade à mistura. O fíler age no mástique, que é a combinação do betume, material de enchimento e ar, influenciando diretamente

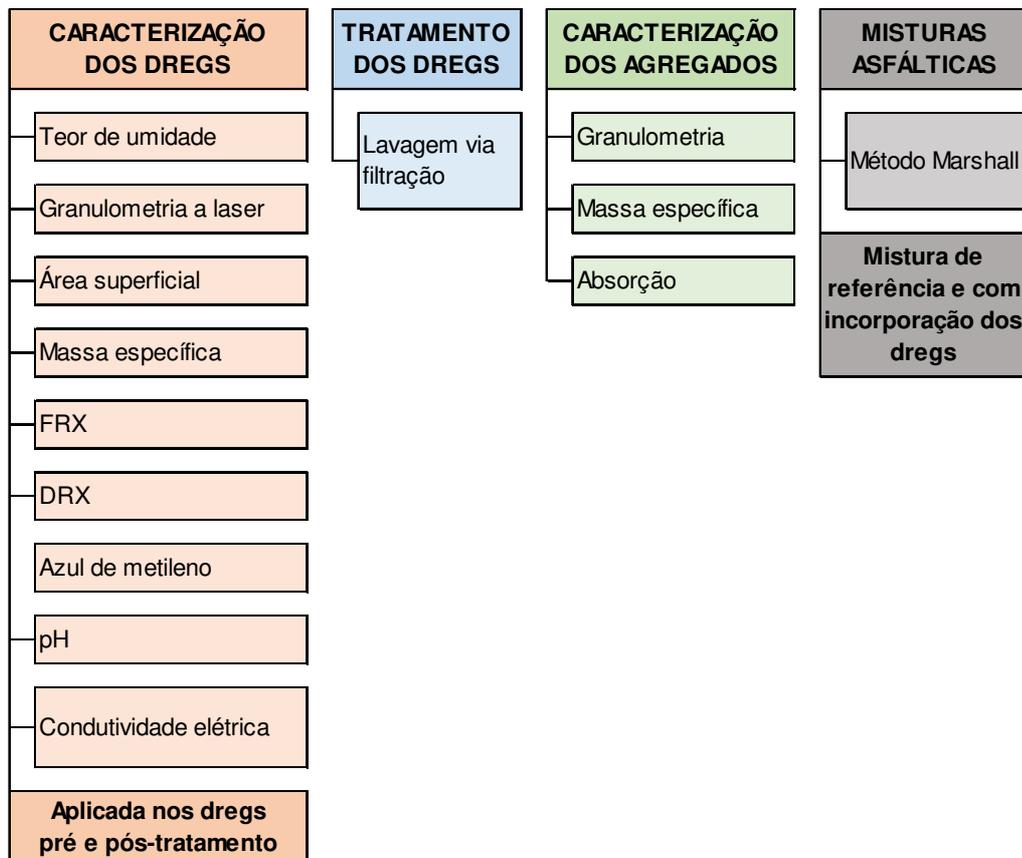
nas propriedades da mistura. Contribui para uma redução dos vazios o asfalto, proporcionando maior durabilidade. A norma do DNIT 412/2019 estabelece que fíler é o material com partículas inferiores a 0,075 mm, incluindo materiais solúveis em água. A incorporação desse tipo de material contribui com a uniformidade na consistência da mistura. Deve-se respeitar os limites de porcentagem de fíler estabelecidos pela norma, pois material de enchimento em excesso pode causar prejuízos à mistura, diminuindo o contato entre as partículas e dificultando a compactação (BARDINI; KLINSKY; FERNANDES JR., 2010).

### 3 PROGRAMA EXPERIMENTAL

O programa experimental da pesquisa consiste na caracterização física, química e mineralógica dos dregs, antes e após um processo de filtração, para avaliar a eficiência dessa lavagem e a aplicação do resíduo beneficiado em misturas betuminosas.

A Figura 9 apresenta o fluxograma do programa experimental do estudo.

Figura 9 – Programa experimental



Fonte: Elaborada pela autora.

No estudo de Modolo *et al.* (2010), a lavagem foi o que possibilitou o emprego dos dregs como fíler em misturas betuminosas. Esta lavagem promoveu a redução do tamanho de partículas e da condutividade elétrica das mesmas em solução por conta da diminuição do teor de sais solúveis presentes no resíduo, o que resolveu o problema de sensibilidade à água das misturas betuminosas contendo os dregs em estado original. Portanto, a proposta foi realizar um tratamento dos dregs, similar ao dos autores, para diminuir a concentração de sais solúveis na sua composição.

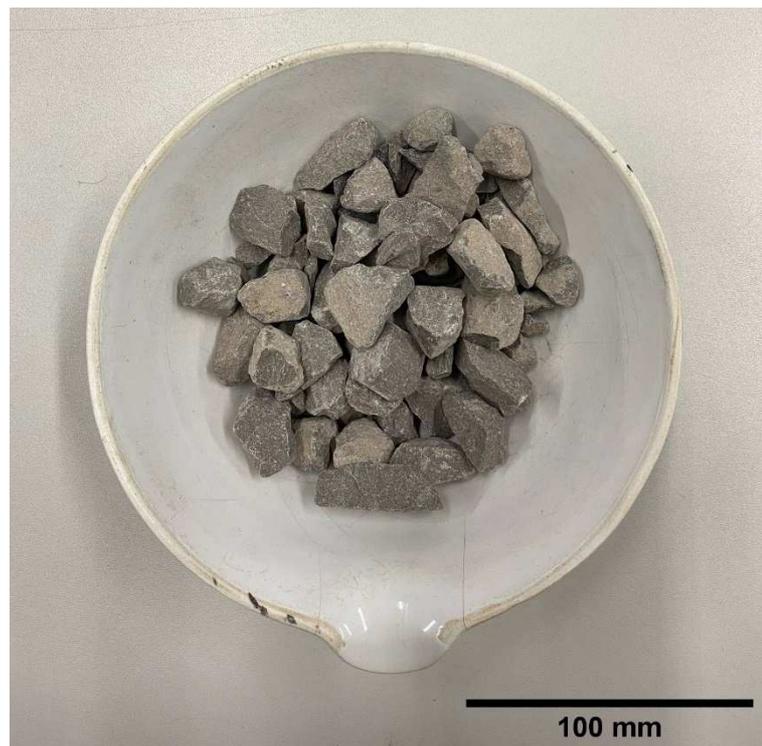
### 3.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados na pesquisa foram:

- a) CAP 50/70 (cimento asfáltico de petróleo);
- b) agregados graúdos (brita 0 e brita 1) e miúdos (pó de pedra), ambos de origem basáltica, separados com base na distribuição granulométrica;
- c) dregs (resíduos da indústria de celulose e papel).

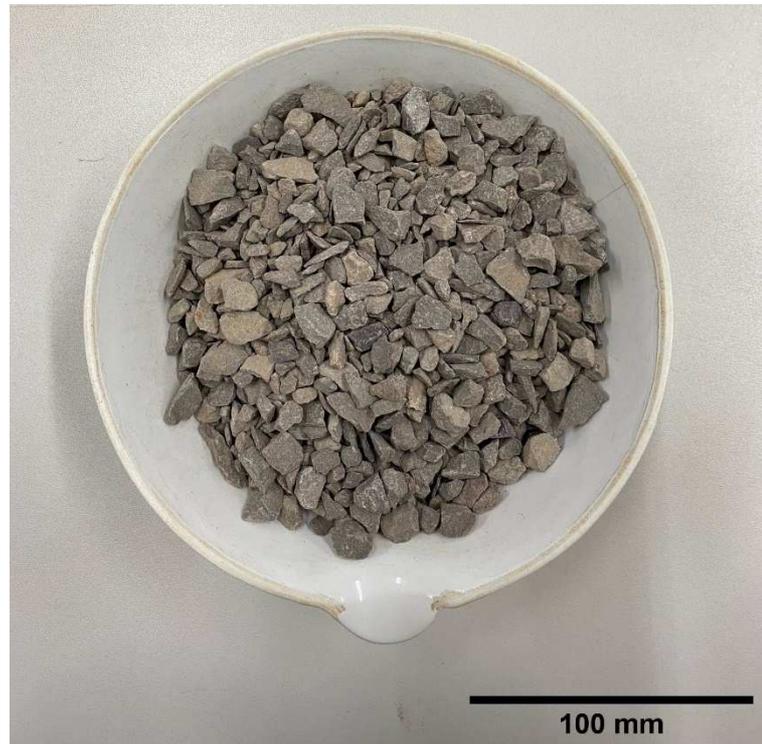
As Figuras 10, 11, 12 e 13 apresentam, respectivamente, a brita 1, brita 0, pó de pedra e dregs sem tratamento.

Figura 10 – Brita 1



Fonte: Registrada pela autora.

Figura 11 – Brita 0



Fonte: Registrada pela autora.

Figura 12 – Pó de pedra



Fonte: Registrada pela autora.

Figura 13 – Dregs sem tratamento



Fonte: Registrada pela autora.

### 3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS

As caracterizações aplicadas em cada um dos materiais estudados são descritas a seguir.

#### 3.2.1 Cimento Asfáltico de Petróleo (CAP)

Tendo em vista que o CAP utilizado na pesquisa foi de origem comercial, as características deste material, necessárias para interpretação dos resultados, são apresentadas de acordo com as especificações técnicas fornecidas pela fabricante:

- a) CAP 50/70;
- b) massa específica de 1,045 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.2.2 Agregados

Os agregados foram caracterizados quanto a sua granulometria pela norma DNIT 412/2019, que estabelece o método de ensaio para análise granulométrica de agregados graúdos e miúdos para misturas asfálticas através do uso de uma série de peneiras. A massa mínima por amostra deve obedecer aos valores estabelecidos na Tabela 11.

Tabela 11 – Massa mínima por amostra de ensaio

Tamanho máximo dos agregados, mm	Massa mínima de amostra para o ensaio, kg
4,75	0,3 a 0,5
9,50	1
12,50	2
19,00	5
25,00	10

Fonte: DNIT 412/2019 (p. 3).

A Tabela 12 apresenta a série de peneiras utilizada, com suas respectivas aberturas em mm. A pesquisa foi realizada com base na camada de rolamento do pavimento; portanto, a distribuição granulométrica dos agregados deveria atingir as porcentagens de material passante expressas na faixa de trabalho “B”.

Tabela 12 – Composição granulométrica dos agregados

Peneira de malha quadrada		% em massa, passando			
Série ASTM	Abertura (mm)	A	B	C	Tolerâncias
2"	50,8	100	-	-	-
1 ½"	38,1	95 - 100	100	-	± 7%
1"	25,4	75 - 100	95 - 100	-	± 7%
¾"	19,1	60 - 90	80 - 100	100	± 7%
½"	12,7	-	-	80 - 100	± 7%
3/8"	9,5	35 - 65	45 - 80	70 - 90	± 7%
N° 4	4,8	25 - 50	28 - 60	44 - 72	± 5%
N° 10	2,0	20 - 40	20 - 45	22 - 50	± 5%
N° 40	0,42	10 - 30	10 - 32	8 - 26	± 5%
N° 80	0,18	5 - 20	8 - 20	4 - 16	± 3%
N° 200	0,075	1 - 8	3 - 8	2 - 10	± 2%
Asfalto solúvel no CS2(+) (%)	4,0 - 7,0 Camada de ligação (Binder)	4,5 - 7,5 Camada de ligação e rolamento	4,5 - 9,0 Camada de rolamento		± 0,3%

Fonte: Adaptada de DNIT 031/2006 (p. 5).

Segundo a norma DNIT 412/2019, os materiais são classificados quanto a sua granulometria conforme o Quadro 4.

Quadro 4 – Classificação dos materiais conforme granulometria

Material	Definição
Agregado graúdo	Passante na peneira 3" (75 mm) e retido na peneira #4 (4,75 mm)
Agregado miúdo	Passante na peneira #4 (4,75 mm) e retido na peneira #100 (0,15 mm)
Fíler	Partículas inferiores a 0,075 mm, incluindo materiais solúveis em água

Fonte: Adaptado de DNIT 412/2019.

Realizada a composição granulométrica dos agregados, a densidade relativa real, densidade relativa aparente e massa específica dos agregados graúdos foi determinada de acordo com a norma DNIT 413/2019, que descreve o método de ensaio necessário para obtenção desses parâmetros. A amostra deve ser seca em estufa a 105 °C até constância de massa, resfriada à temperatura ambiente por aproximadamente 2 h, e então submersa em água também à temperatura ambiente, agitando ao longo do tempo para remover bolhas de ar. Ao final deste período, é necessário espalhar a amostra em pano absorvente e remover o excesso de água, enxugando as partículas. Então, determina-se a massa da amostra na condição saturada superfície seca (B). Após esse processo, deve-se aferir a massa do material em balança hidrostática, em um recipiente imerso em água à temperatura ambiente, registrando seu valor (C). Para finalizar o ensaio, realizar novamente a secagem da amostra em estufa a 105 °C e posterior resfriamento à temperatura ambiente por 2 h, e na sequência determinar a massa do agregado seco (A).

O cálculo para determinação da densidade relativa real dos grãos é expresso na Equação 1.

$$Gsa = \frac{A}{B-C} \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

Gsa = densidade relativa real do agregado;

A = massa do agregado seco em estufa [g];

B = massa do agregado na condição saturada superfície seca [g];

C = leitura da pesagem hidrostática com agregado submerso [g].

A Equação 2 determina a densidade relativa aparente dos grãos na condição saturada superfície seca.

$$Gsb = \frac{B}{B-C} \quad (\text{Equação 2})$$

Onde:

$Gsb$  = densidade relativa aparente do agregado na condição saturada superfície seca;

$B$  = massa do agregado na condição saturada superfície seca [g];

$C$  = leitura da pesagem hidrostática com agregado submerso [g].

Para determinação da massa específica real do agregado, utilizou-se a Equação 3. A constante 0,9971 refere-se à massa específica da água a 25 °C.

$$Me_{sa} = 0,9971 * \frac{A}{B-C} \quad (\text{Equação 3})$$

Onde:

$Me_{sa}$  = massa específica real do agregado;

$A$  = massa do agregado seco em estufa [g];

$B$  = massa do agregado na condição saturada superfície seca [g];

$C$  = leitura da pesagem hidrostática com agregado submerso [g].

Já para obter o valor da massa específica aparente do agregado na condição saturada superfície seca, utilizou-se a Equação 4.

$$Me_{sb} = 0,9975 * \frac{B}{B-C} \quad (\text{Equação 4})$$

Onde:

$Me_{sb}$  = massa específica aparente do agregado na condição saturada superfície seca;

$B$  = massa do agregado na condição saturada superfície seca [g];

$C$  = leitura da pesagem hidrostática com agregado submerso [g].

Como o ensaio foi realizado por frações granulométricas, a norma DNIT 413/2019 estabelece que a determinação da massa específica do agregado como um todo foi feita conforme a Equação 5.

$$G = \frac{1}{\frac{P_1}{100G_1} + \frac{P_2}{100G_2} + \dots + \frac{P_n}{100G_n}} \quad (\text{Equação 5})$$

Ainda nos cálculos por fração granulométrica, a absorção foi determinada conforme a Equação 6.

$$A = \frac{P_1A_1}{100} + \frac{P_2A_2}{100} + \dots + \frac{P_nA_n}{100} \quad (\text{Equação 6})$$

Para obtenção da massa específica do agregado miúdo (pó de pedra), foi utilizado o método do picnômetro, descrito pela norma DNIT 411/2019. O método consiste em separar uma amostra de aproximadamente 1 kg do agregado seco em estufa à temperatura de  $110 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , retirar o material da estufa e deixar resfriar até  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ , espalhar em uma fôrma e cobrir com água, reservando a amostra por 24h. Após esse período, deve ser realizada a secagem do material de modo que os grãos não fiquem muito aderidos – neste caso, foi utilizado um soprador para auxiliar no processo. Proceder com o teste do tronco de cone, que consiste em preencher o molde do tronco de cone com o material e compactar suavemente 2 camadas com 10 golpes cada uma, com o auxílio de um soquete. Nivelar a base e retirar o molde na vertical. O ponto ideal do agregado para esse ensaio é quando o mesmo desmorona de forma parcial quando o molde é retirado, indicando que o material atingiu a condição de saturado superfície seca (SSS). Com a amostra nesta condição, pesar 500 g do material e colocar dentro do picnômetro, preenchendo com água até aproximadamente 90% da sua capacidade volumétrica. As bolhas visíveis de ar contidas no picnômetro devem ser retiradas com agitação manual e/ou mecânica. Preencher com água até o nível de calibração do picnômetro, deixando-o em um recipiente com água por 1h, com o bocal para fora da água. Após esse período, retirar o material do picnômetro e deixá-lo em estufa à  $110 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  até secagem completa (constância de massa), resfriá-lo em temperatura ambiente e pesá-lo.

O ensaio foi realizado em duplicata. A Figura 14 apresenta os dois conjuntos contendo picnômetro, pó de pedra e água.

Figura 14 – Picnômetros com pó de pedra e água



Fonte: Registrada pela autora.

Neste processo, devem ser anotadas as seguintes massas para poder proceder com os cálculos de determinação da massa específica e absorção:

- a) material seco em estufa;
- b) picnômetro vazio;
- c) material na condição saturada superfície seca;
- d) conjunto picnômetro + água + material;
- e) picnômetro preenchido com água até sua marca de calibração.

As densidades relativas real e aparente do agregado miúdo (pó de pedra) foram obtidas através das Equações 7 e 8.

$$G_{sa} = \frac{A}{(B+B1-C)}$$

(Equação 7)

$$G_{sb} = \frac{B1}{(B+B1-C)} \quad (\text{Equação 8})$$

Onde:

$G_{sa}$  = densidade relativa real com base no agregado seco em estufa;

$G_{sb}$  = densidade relativa aparente com base no agregado na condição saturada superfície seca;

A = massa da amostra seca em estufa [g];

B = massa do picnômetro preenchido com água até a marca de calibração [g];

C = massa do picnômetro preenchido com a amostra e água até a marca de calibração [g];

B1 = massa da mostra na condição saturada superfície seca [g].

As massas específicas real e aparente foram calculadas conforme Equação 9 e 10.

$$ME_{sa} = \frac{0,9971 \cdot A}{(B+B1-C)} \quad (\text{Equação 9})$$

$$ME_{sb} = \frac{0,9971 \cdot B1}{(B+B1-C)} \quad (\text{Equação 10})$$

Onde:

$ME_{sa}$  = massa específica real [g/cm<sup>3</sup>];

0,9971 = massa específica da água a 25 °C [g/cm<sup>3</sup>].

Já a absorção do pó de pedra, em porcentagem, foi determinada através da Equação 11.

$$A = \frac{(B1-A)}{A} * 100 \quad (\text{Equação 11})$$

Os resultados de massa específica e absorção foram usados no cálculo da densidade máxima teórica da mistura de agregados. Esses mesmos parâmetros também têm influência direta no consumo de CAP, ou seja, na definição do teor ótimo de betume.

### 3.2.3 Dregs

A caracterização física, química e mineralógica dos dregs foi realizada através dos seguintes métodos:

- a) teor de umidade;
- b) granulometria a laser;
- c) área superficial por método BET;
- d) massa específica por picnometria a gás hélio;
- e) composição química por fluorescência de raios X (FRX);
- f) composição mineralógica por difração de raios X (DRX);
- g) adsorção de azul de metileno;
- h) determinação do pH;
- i) determinação da condutividade elétrica.

A caracterização foi feita com os dregs como são gerados no processo Kraft e após o tratamento apresentado no item 3.3.1.

O teor de umidade foi determinado através da secagem do material em estufa. Conforme Figura 15, foram preparadas 5 amostras de dregs em pequenas cápsulas de alumínio, anotando a massa de cada uma das amostras e submetendo-as à secagem em estufa a uma temperatura de  $100 \pm 5$  °C por 24 h. Ao final desse período, as amostras tiveram sua massa determinada novamente.

Figura 15 – Amostras de dregs para determinação do teor de umidade



Fonte: Registrada pela autora.

A Equação 12 estabelece a determinação do teor de umidade do dregs, levando em conta a perda de massa obtida durante a secagem do material.

$$U = \frac{(M_1 - M_2)}{M_1} * 100 \quad \text{(Equação 12)}$$

Onde:

U = umidade da amostra [%];

M<sub>1</sub> = massa da amostra antes da secagem [g];

M<sub>2</sub> = massa da amostra após a secagem [g].

Como valor final do teor de umidade, foi considerada a média das 5 amostras analisadas.

Os métodos de granulometria a laser, área superficial por BET, massa específica por picnometria a gás hélio e composição química por fluorescência de raios X (FRX) foram realizados pelo Laboratório de Caracterização e Valorização de Materiais (LCVMat) na Unisinos.

A técnica de granulometria a laser consiste em medir o tamanho das partículas através da variação angular de uma luz incidente, enquanto um feixe de laser interage com a amostra. Quanto maior a partícula, menor o ângulo da luz dispersa pela partícula em relação ao feixe de laser. A amostra foi determinada por via úmida, com o uso de um dispersante de partículas. Os resultados são apresentados através de uma tabela com o diâmetro da partícula (em µm) conforme a porcentagem de material passante, bem como o diâmetro médio da amostra como um todo. Através dos dados obtidos na tabela, é possível elaborar uma curva da distribuição granulométrica da amostra, podendo visualizar graficamente a relação entre o diâmetro da partícula e a porcentagem de material passante.

O método BET foi aplicado para verificar a área superficial específica do material, através da determinação do volume de gás adsorvido fisicamente na superfície da amostra. O método também permite a determinação da distribuição e tamanho dos poros. A amostra foi exposta a uma solução de nitrogênio líquido para que ocorra adsorção gasosa, obtendo-se o valor da área específica de adsorvente (em m<sup>2</sup>/g). Através dos resultados obtidos no ensaio, é possível realizar correlações

com determinadas propriedades do material, como seu potencial de reação, por exemplo.

Para obtenção da massa específica, a técnica de picnometria a gás hélio consiste em preencher um recipiente contendo o material a ser caracterizado com gás hélio, sendo possível determinar a massa específica do material através do valor conhecido da sua massa utilizada para caracterização juntamente com o volume de gás hélio, de valor também conhecido. O equipamento determina o volume do sólido através do volume da câmara e pressão aplicada. Com o valor do volume obtido e da massa inserida no amostrador, é possível determinar a densidade real do material através da relação da massa sobre o volume.

A composição química foi determinada por meio de fluorescência de raios X (FRX), método onde é possível verificar os componentes presentes na amostra. Foi utilizado o FRX qualitativo para identificar os elementos presentes nas amostras dos dregs. Identificam-se os elementos através da quantidade de raios-x emitidos pela amostra no tempo de ensaio, comparando as linhas espectrais obtidas com linhas de compostos conhecidos, sendo que a intensidade dos picos determina sua concentração. Os resultados obtidos são expressos conforme a porcentagem de cada elemento, subdivididos em:

- a) elementos majoritários ( $> 50\%$ );
- b) elementos em menor quantidade ( $5\% < X < 50\%$ );
- c) elementos traço ( $< 5\%$ ).

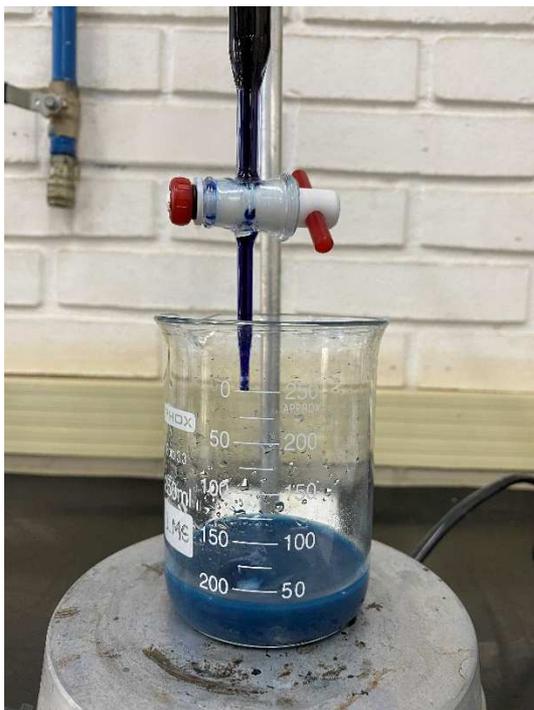
A técnica de difração de raios X (DRX) foi utilizada para identificar a composição mineralógica e a quantificação de fases (cristalinas e amorfas) dos dregs através da sua estrutura. Ainda é possível combinar seus resultados aos de outras técnicas de composição química, como FRX. A amostra em pó deve possuir um tamanho adequado das suas partículas; quando submetida a processos de redução granulométrica, deve-se tomar cuidado para que a amostra não chegue ao extremo de destruir suas partículas, alterando sua estrutura. O resultado obtido é um gráfico chamado difratograma, constando a relação da intensidade de picos (eixo das ordenadas) com o ângulo  $2\theta$  (eixo das abscissas). Com o uso de um software de análise de difratograma, é possível determinar a composição mineralógica da amostra dos dregs com base em fichas de materiais já conhecidos. Através da determinação

do background, constata-se a presença de conteúdo amorfo na amostra (halo amorfo), e os picos cristalinos são identificados pela intensidade de picos no eixo das ordenadas. O método foi executado no ITT Oceaneon e a análise dos difratogramas foi feita através do software HighScore Plus, com um banco de dados (ICDD) fornecido pelo próprio ITT Oceaneon.

Para determinação do teor impurezas ou matéria orgânica nos dregs, foi realizado o método de adsorção de azul de metileno, expresso pela ABNT NBR 14949:2017. O ensaio consiste em estimar o teor de matéria orgânica presente nas partículas inferiores a 75  $\mu\text{m}$  do agregado, indicando sua capacidade de reatividade superficial. Deve-se preparar uma amostra do material passante na peneira #200 (75  $\mu\text{m}$ ) e seca em estufa até constância de massa, pesar  $1,00 \pm 0,01$  g em um béquer de 250 ml e adicionar  $30,00 \pm 0,01$  g de água destilada, procedendo a dispersão com auxílio de um agitador magnético. Separadamente, preparar uma solução de azul de metileno a 0,1%, dissolvendo  $1,00 \pm 0,05$  g de azul de metileno em água destilada até atingir o volume de 1 L de solução. Proceder com a titulação de 0,5 mL da solução de azul de metileno na amostra, em constante agitação. Após 1 minuto, retirar uma porção pequena da suspensão com uma pipeta de vidro e pingar uma gota sobre a superfície de um papel-filtro, observando sua difusão. A norma indica que o ponto final da titulação ocorre quando há a formação de uma coroa azul ao redor da gota que se mantém por 5 minutos. Deve-se seguir a titulação de 0,5 mL até que o ponto final seja alcançado.

A Figura 16 mostra o conjunto utilizado para a execução do ensaio.

Figura 16 – Adsorção de azul de metileno



Fonte: Registrada pela autora.

O resultado do ensaio é expresso pela Equação 13.

$$VAM = \frac{C \cdot V}{W} \quad (\text{Equação 13})$$

Onde:

VAM = valor de azul de metileno [mg/g];

C = mg de azul de metileno por mL de solução [mg/mL];

V = volume de azul de metileno necessário para titulação [mL];

W = massa do material seco [g].

A norma DNIT 031/2006 não estabelece limites para esse ensaio. Porém, ressalta-se que valores mais altos indicam maior plasticidade do material, o que é negativo em se tratando de misturas contendo CAP. Portanto, em se tratando dos dregs com tratamento, resultados menores que os dregs sem tratamento e mais próximos a zero são melhores para a pesquisa.

Ao longo do tratamento dos dregs, foi realizada uma pré-caracterização a cada lavagem aplicada, na água extraída do processo de filtração. O pH foi determinado com o uso de medidor de pH de bancada, e a condutividade elétrica foi medida com

auxílio de um condutivímetro. No caso dos dregs em seu estado original, foi realizado o procedimento de obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos, expresso pela ABNT NBR 10006:2004. O procedimento consiste em pesar uma amostra de 250 g do material seco, adicionar 1 L de água deionizada, misturar com o auxílio de agitador magnético por 5 min, cobrir o frasco com plástico filme e deixá-lo em repouso por 7 dias em um ambiente de temperatura controlada de até 25 °C. Após esse período, filtra-se a amostra e o líquido extraído é definido como o extrato solubilizado do resíduo sólido, determinando o pH do líquido. Como a condutividade elétrica também seria analisada para as lavagens, foi realizada a determinação da condutividade elétrica nesse mesmo líquido. Esses dois parâmetros foram utilizados pois quanto mais neutro o pH e mais baixa a condutividade elétrica, melhores os resultados para a pesquisa, pois indicam redução no teor de sais solúveis.

### 3.3 MÉTODOS DE ENSAIO

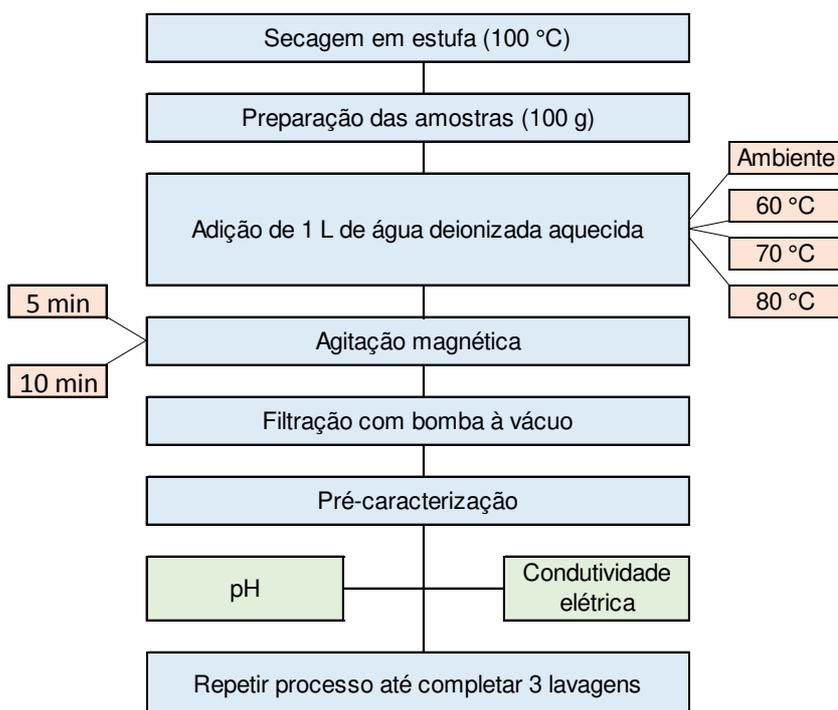
Os métodos de ensaio da pesquisa consistiram na realização do tratamento dos dregs (lavagem via filtração) e ensaios aplicados nas misturas betuminosas, com e sem o resíduo, a fim de avaliar seu emprego como fíler.

#### 3.3.1 TRATAMENTO DOS DREGS

Conforme apresentado anteriormente, em estudos realizados por outros autores, as misturas contendo dregs apresentaram menor resistência e maior sensibilidade à água por conta da presença de sais solúveis na sua composição. Logo, para possibilitar a aplicação desse resíduo como fíler, é necessário reduzir seu teor de sais solúveis. O tratamento do resíduo foi feito através de uma lavagem seguida de filtração com base no estudo de Modolo *et al.* (2010).

Para determinar o processo mais adequado para tratamento dos dregs, foram feitos ensaios preliminares com variáveis de temperatura e tempo de agitação. A Figura 17 apresenta o fluxograma inicial do tratamento aplicado nos dregs, bem como suas variáveis.

Figura 17 – Fluxograma inicial do tratamento dos dregs

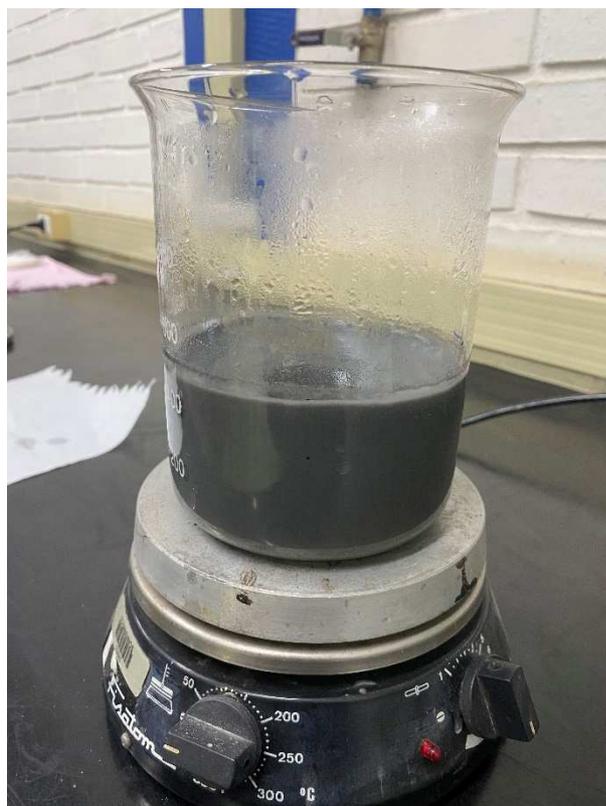


Fonte: Elaborada pela autora.

Para execução das lavagens, os dregs foram mantidos em estufa a uma temperatura de  $100 \pm 5$  °C. No momento da execução do ensaio, foram separadas amostras de 100 g do material. A amostra foi diluída em água deionizada para garantir a dissolução das partículas aglomeradas, com auxílio de agitador magnético. Foram aplicados tempos de agitação distintos de 5 min e 10 min. Para simular o processo de geração do resíduo, a água deionizada utilizada na lavagem foi aquecida a três temperaturas: 60 °C, 70 °C e 80 °C. Também foram feitas misturas com adição de água em temperatura ambiente a fim de atestar a necessidade de aquecimento para eficiência da lavagem. A concentração de massa do resíduo por volume de líquido foi de 1:10; ou seja, foi aplicado 1 L de água deionizada aquecida por amostra de 100 g.

A Figura 18 mostra a agitação magnética da mistura dos dregs com a água deionizada.

Figura 18 – Agitação magnética dos dregs



Fonte: Registrada pela autora.

Após a agitação magnética, foi realizada a filtração das amostras através do uso de bomba à vácuo, Kitassato e funil de Büchner com filtro de papel, conjunto apresentado na Figura 19.

Figura 19 – Conjunto para filtração dos dregs



Fonte: Registrada pela autora.

Após a lavagem, os dregs foram mantidos em estufa a  $100 \pm 5$  °C até secagem completa e massa constante (aproximadamente 24 h), colocados em discos de alumínio junto com o papel filtro utilizado na filtração, conforme Figura 20.

Figura 20 – Amostras de dregs armazenados em estufa

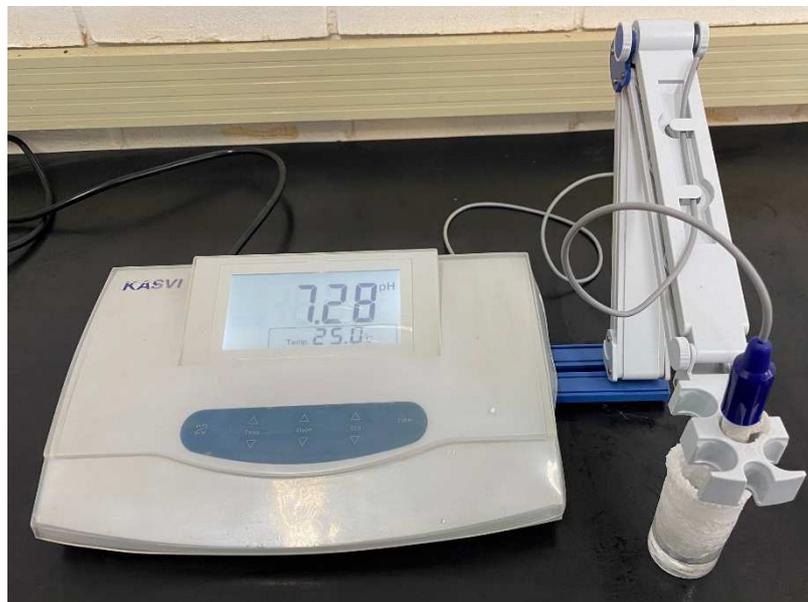


Fonte: Registrada pela autora.

A cada lavagem realizada, foi realizada a determinação do pH e da condutividade elétrica da água filtrada, sendo esses os parâmetros de controle da eficiência de lavagem. Os dados obtidos também foram utilizados para a construção das curvas de eficiência de lavagem. Quanto mais neutro o pH e mais baixa a condutividade elétrica, melhores os resultados para a pesquisa, pois indicam redução no teor de sais solúveis.

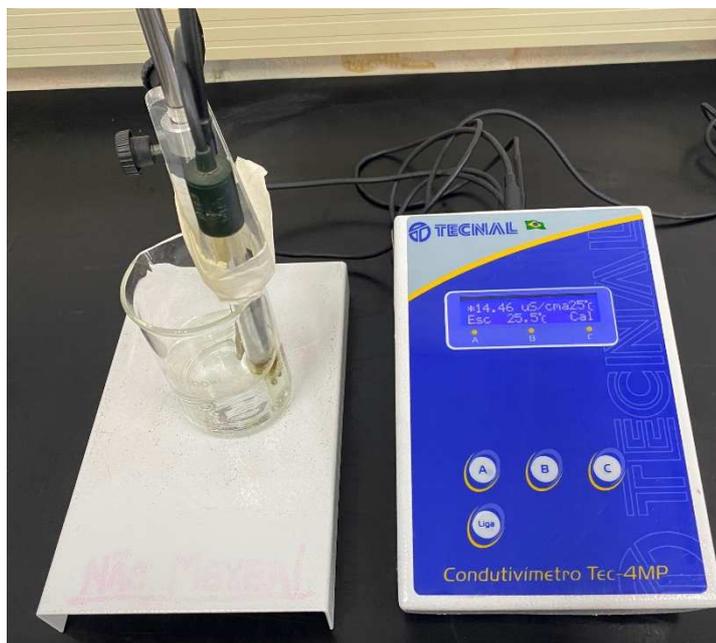
As Figuras 21 e 22 mostram, respectivamente, o peagâmetro e o condutímetro utilizados para obtenção desses parâmetros.

Figura 21 – Peagâmetro



Fonte: Registrada pela autora.

Figura 22 – Condutivímetro



Fonte: Registrada pela autora.

Todo o processo de filtração foi repetido na mesma amostra de dregs por 3 lavagens. Através da pré-caracterização, foi possível analisar os melhores resultados e estabelecer o tipo de lavagem a ser aplicado nos ensaios com misturas asfálticas.

Após estabelecido o tipo de lavagem empregado, sua eficiência foi aferida por meio de caracterização dos resíduos tratados. Portanto, as caracterizações feitas com o resíduo em seu estado original foram repetidas com os dregs pós-lavagem. Foram 26 amostras de dregs submetidas ao tratamento.

Ao final do tratamento, 5 amostras foram submetidas a mais 4 lavagens (totalizando 7 lavagens) para avaliar o efeito da continuação do tratamento nos dregs, identificando se as 3 lavagens foram suficientes para estabilizar os valores dos parâmetros analisados.

Conforme abordado no referencial teórico deste trabalho, o processo Kraft é autossuficiente, com geração de energia elétrica para alimentar o próprio sistema e até mesmo outras empresas próximas ao local. Logo, se o tratamento aqui proposto fosse analisado para incorporar o processo, a água utilizada na lavagem poderia ser reaproveitada no processo, e inclusive seu aquecimento poderia ser feito através de recuperadores de calor.

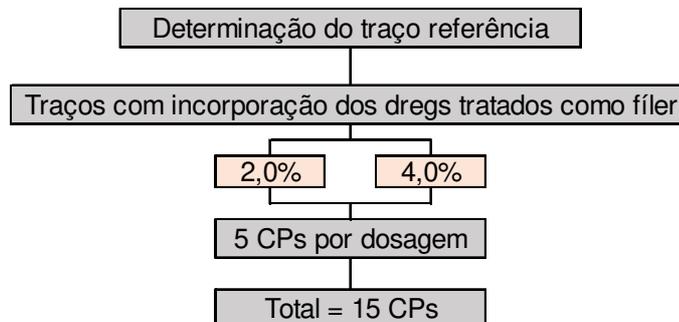
### 3.3.2 DOSAGEM MARSHALL

Para determinar a influência da incorporação dos resíduos nas misturas, foi realizado o ensaio Marshall, expresso pela norma DNER 043/95, que determina propriedades físicas (volume de vazios e relação betume/vazios) e mecânicas (estabilidade e fluência) das misturas asfálticas, aplicado em misturas contendo os dregs e em uma mistura de referência.

Primeiramente, foi verificada a adequação da composição granulométrica conforme a faixa de trabalho – neste caso a faixa “B”, camada de ligação e rolamento –, etapa descrita no capítulo de caracterização dos agregados. Como pode ser verificado na Tabela 12 (composição granulométrica dos agregados), o teor de asfalto nessa faixa varia de 4,5% a 7,5%. Para esta pesquisa, foi estabelecido um traço referência (REF) com teor de betume fixado em 5,2%.

A norma DNIT 031/2006 estabelece que a porcentagem de fíler da camada de rolamento deve ser de 3% a 8%, com uma tolerância de  $\pm 2\%$ . Portanto, foi feito um traço com teor de 2% de substituição (D2) do fíler por dregs tratados e outro traço com teor de 4% de substituição (D4), conforme Figura 23.

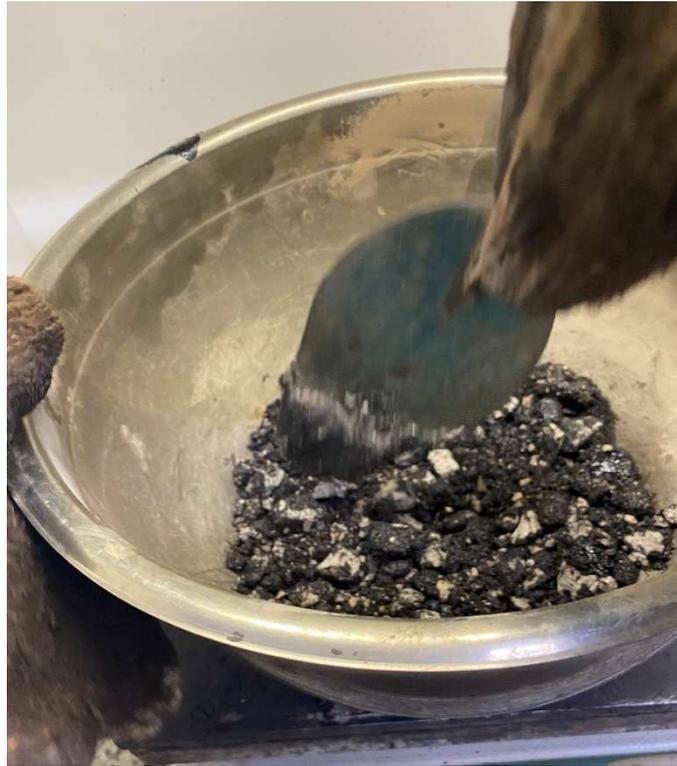
Figura 23 – Traços de pavimentos executados



Fonte: Elaborada pela autora.

Para cada dosagem, os agregados foram secos em estufa a 140 °C, já separados com base na massa de agregados a ser utilizada para cada CP. O CAP também foi mantido em estufa na mesma temperatura. Então, foi feita a mistura dos agregados e do ligante por 3 min, conforme Figura 24.

Figura 24 – Mistura do ligante e agregados para confecção dos pavimentos



Fonte: Registrada pela autora.

Conforme Figura 25, a mistura foi colocada em um molde cilíndrico, com 100 mm de diâmetro e 60 mm de altura, e compactada com o auxílio de um soquete Proctor de 4,54 kg em queda livre a uma altura de 457,2 mm, aplicando 75 golpes em cada face.

Figura 25 – Compactação dos corpos de prova com soquete Proctor



Fonte: Registrada pela autora.

Ao final da compactação, os corpos de prova (CPS) foram resfriados em temperatura ambiente por 24 h, pesados e então colocados em banho-maria à temperatura de 60 °C, mantendo-se em repouso de 20 a 30 min.

Os CPs foram submetidos a um ensaio de resistência diametral em prensa Marshall, constituída de um anel dinamométrico que registra a deformação sofrida pela amostra a partir da aplicação de uma carga diametral. A carga aplicada no ensaio foi de 50,8 mm/min, até ocorrer o rompimento da amostra. Dessa etapa, foram extraídas duas propriedades mecânicas:

- a) estabilidade – resistência máxima do CP à compressão radial [N];
- b) fluência – deformação total do CP antes da ruptura [mm].

A estabilidade ainda teve seu valor corrigido em função da altura do corpo de prova. O valor da “estabilidade lida” foi multiplicado por um fator calculado através da Equação 14.

$$f = 927,23 * h^{1,64} \quad \text{(Equação 14)}$$

Onde:

f = fator de multiplicação;

h = altura do corpo de prova.

A partir daí, foi possível determinar os índices físicos da amostra compactada (BALBO, 2007):

- a) densidade aparente – relação entre massa e volume;
- b) porcentagem de vazios – relação entre volume de vazios e volume total da amostra compactada;
- c) relação betume-vazios (RBV) – relação entre volume de vazios do agregado preenchidos por betume e o volume de vazios no agregado.

Para isso, foi determinado o volume ocupado por cada material na mistura: CAP, fíler, agregado miúdo e agregado graúdo. Calculou-se o volume através da Equação 15.

$$V = \frac{\%}{\gamma_{real}} \quad \text{(Equação 15)}$$

Onde:

V = volume do material;

% = porcentagem do material na mistura;

$\gamma_{real}$  = massa específica do material.

A Tabela 13 representa a distribuição das massas e volumes dos materiais na mistura compactada.

Tabela 13 – Massas e volumes na mistura asfáltica compactada

Massas			Volumes	
	(ar)	vazios	$V_v$	$V_t$
	$m_b$	asfalto	$V_b$	
$m_t$	$m_T$	filer	$V_T$	
	$m_{am}$	agregado miúdo	$V_{am}$	
	$m_{ag}$	agregado graúdo	$V_{ag}$	

Fonte: Balbo (2007, p. 174).

Posteriormente, determinou-se o peso específico aparente e o peso específico máximo teórico da mistura compactada, conforme as Equações 16 e 17, respectivamente.

$$\gamma_{ap} = \frac{m_t}{V_t} \quad (\text{Equação 16})$$

$$\gamma_{m\acute{a}x} = \frac{100}{\frac{\%AG}{\gamma_{real,AG}} + \frac{\%AM}{\gamma_{real,AM}} + \frac{\%F}{\gamma_{real,F}} + \frac{\%B}{\gamma_{real,B}}} \quad (\text{Equação 17})$$

Onde:

$\gamma_{ap}$  = peso específico aparente;

$m_t$  = massa total da mistura;

$V_t$  = volume total da mistura;

$\gamma_{m\acute{a}x}$  = peso específico máximo teórico.

O volume de vazios na mistura compactada se dá pela diferença entre o peso específico máximo teórico e o aparente, conforme Equação 18.

$$\%V_v = \frac{\gamma_{m\acute{a}x} - \gamma_{ap}}{\gamma_{m\acute{a}x}} * 100\% \quad (\text{Equação 18})$$

Onde:

$\%V_v$  = volume de vazios da mistura.

Por conta da existência de vazios preenchidos pelo betume e vazios não preenchidos no volume dos agregados compactados, determina-se o volume de vazios preenchidos de betume, conforme Equação 19.

$$\%V_{VCB} = \frac{V_B}{V_t} * 100\% \quad (\text{Equação 19})$$

Onde:

$\%V_{VCB}$  = volume de vazios preenchidos de betume;

$V_B$  = volume de betume.

Já o teor de vazios nos agregados é determinado pela Equação 20.

$$\%V_A = \%V_v + \%V_{VCB} \quad (\text{Equação 20})$$

Onde:

$\%V_A$  = volume de vazios do agregado.

Por fim, foi possível determinar a relação de betume-vazios, expressa pela Equação 21.

$$\%RBV = \frac{\%V_{VCB}}{\%V_A} * 100\% \quad (\text{Equação 21})$$

Onde:

$\%RBV$  = relação betume-vazios.

A norma DNIT 031/2006 estabelece os valores limites dos parâmetros físicos e mecânicos determinados pelo método Marshall, conforme Quadro 5.

Quadro 5 – Valores limites dos parâmetros

Características	Método de ensaio	Camada de Rolamento	Camada de Ligação (Binder)
Porcentagem de vazios, %	DNER-ME 043	3 a 5	4 a 6
Relação betume/vazios	DNER-ME 043	75 – 82	65 – 72
Estabilidade, mínima, (Kgf) (75 golpes)	DNER-ME 043	500	500
Resistência à Tração por Compressão Diametral estática a 25°C, mínima, MPa	DNER-ME 138	0,65	0,65

Fonte: DNIT 031/2006 (p. 5).

Com a execução dos traços contendo os dregs e o traço referência, foi possível analisar a influência do resíduo na mistura asfáltica através dos resultados dos parâmetros físicos e mecânicos estabelecidos pelo ensaio Marshall.

### 3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para realizar a análise estatística dos dados obtidos no programa experimental, foi utilizado o software “Past3”, aplicando análises descritivas e inferenciais em sequência.

Segundo Guimarães (2012), em se tratando de modelos paramétricos, quando as suposições são atendidas, as análises são mais eficientes quando comparados aos não paramétricos. As análises inferenciais foram feitas a fim de avaliar a adequação dos dados obtidos às suposições dos testes paramétricos; e caso os dados não se adequassem, foram aplicados testes não paramétricos.

Para compor a análise descritiva, foram utilizados os valores médios, desvios padrões e coeficientes de variação. Já na análise inferencial, foram utilizadas as etapas de verificação da homocedasticidade, análise de variância (ANOVA), análise de Post-hoc através do teste de Tuckey (1960), teste de Kruskal-Wallis (1952) e análise de Post-hoc através do teste de Dunn (1964).

Na etapa de verificação da homocedasticidade e da distribuição dos resíduos, é analisado se as variâncias dos parâmetros avaliados nas amostras são homogêneas. Essa etapa foi feita pelo teste de Levene (1960) para médias, com nível de significância de 95%, em que o teste considera a hipótese nula como a

homogeneidade da variância. Ou seja, quando o p valor for maior que 0,05 (5%), a hipótese nula não é rejeitada, evidenciando que as amostras possuem variâncias iguais. Para verificar a normalidade das distribuições levando em conta todo o conjunto de amostras na variável analisada, foi aplicado o teste de normalidade de Shapiro-Wilk (1965) com um nível de significância de 95%, em que o teste considera a hipótese nula como a distribuição normal das amostras. Ou seja, quando o p valor for maior que 0,05 (5%), a hipótese nula não é rejeitada, evidenciando a distribuição normal dos dados.

No caso de haver distribuição normal entre as amostras, foi feita a análise de variância através do teste paramétrico ANOVA, cujo objetivo é verificar se há diferenças significativas entre os grupos analisados a partir das suas médias, através do fator F (razão da variância entre grupos e variância dentro dos grupos). Com um nível de significância de 95%, quando o p valor for menor ou igual a 0,05 (5%), evidencia-se que há diferenças significativas entre os dados analisados

Quando foram identificadas diferenças significativas entre as médias das variáveis, foi aplicado o teste paramétrico de Tuckey (1960) para identificar onde se encontravam essas diferenças – pois a ANOVA apenas aponta se há diferenças e não as localiza. Com um nível de significância de 95%, quando o p valor for menor ou igual a 0,05 (5%), evidencia-se que há diferenças significativas entre os dados analisados.

O teste não paramétrico de Kruskal-Wallis (1952) foi utilizado nos casos em que as amostras não apresentassem homocedasticidade e/ou distribuição normal na variável em questão. Esse teste se difere da ANOVA pois é um teste não paramétrico e leva em conta as medianas dos grupos. Com um nível de significância de 95%, quando o p valor for menor ou igual a 0,05 (5%), evidencia-se que há diferenças significativas entre os dados analisados.

Por fim, caso fossem identificadas diferenças significativas entre as variáveis analisadas através das suas medianas, foi aplicado o teste de Dunn (1964), que é um teste não paramétrico e que mostra entre quais grupos se encontram essas diferenças que foram identificadas no teste de Kruskal-Wallis. Com um nível de significância de 95%, quando o p valor for menor ou igual a 0,05 (5%), evidencia-se que há diferenças significativas entre os dados analisados.

As análises estatísticas dos dados são apresentadas nos Apêndices deste trabalho.

## 4 APRESENTAÇÃO, ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os resultados do programa experimental proposto na pesquisa, bem como sua análise e discussão.

Os resultados são discutidos ao longo de sua apresentação, correlacionados entre um ensaio e outro para uma análise mais completa do trabalho.

### 4.1 TRATAMENTO DOS DREGS

O tratamento dos dregs foi feito através de lavagens via filtração. Para isso, os dregs foram mantidos em estufa a  $100 \pm 5$  °C para secagem completa. Como parâmetros da eficiência do tratamento aplicado, foi avaliado o pH e a condutividade elétrica da água remanescente do processo.

A determinação do pH e da condutividade elétrica dos dregs sem tratamento foi feito conforme o procedimento de obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos, expresso pela ABNT NBR 10006:2004. O pH obtido foi de 11,33 e a condutividade elétrica foi de 9,03 mS/cm. Ambos os valores são mais baixos do que os encontrados na literatura e abordados na fundamentação teórica (Tabela 4), com um valor próximo de 12 para o pH e condutividade elétrica de pelo menos 15,6 mS/cm conforme Gomes *et al.* (2020), atingindo um valor 26,21 mS/cm no estudo de Modolo *et al.* (2010).

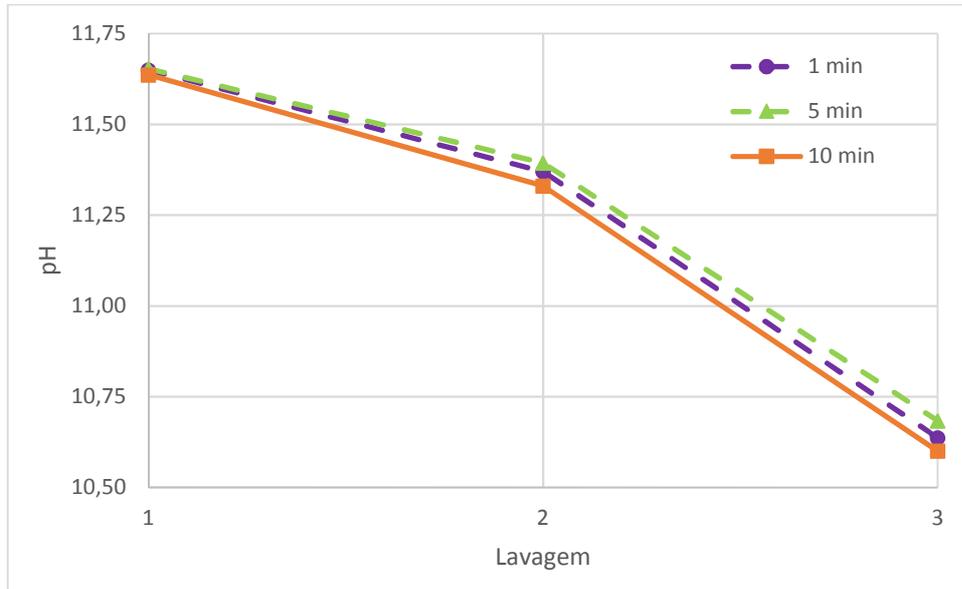
#### 4.1.1 Ensaio Preliminares

Os ensaios preliminares avaliaram os resultados do tempo de agitação e da temperatura da água da lavagem.

##### 4.1.1.1 Tempo de Agitação

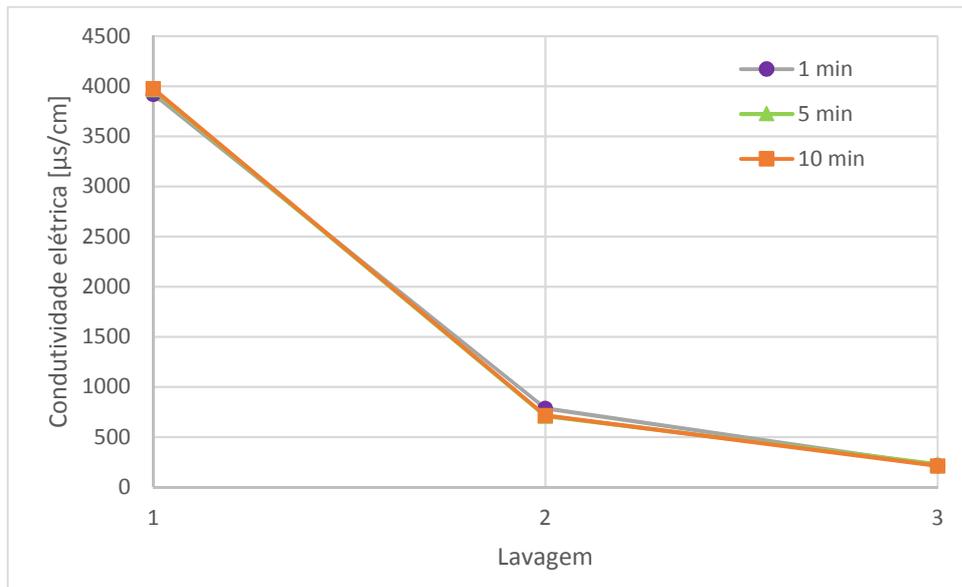
Inicialmente, foram feitos ensaios preliminares com os diferentes tempos de agitação propostos, com água em temperatura ambiente. Os Gráficos 9 e 10 apresentam, respectivamente, os resultados de pH e condutividade elétrica obtidos das lavagens realizadas com água em temperatura ambiente em diferentes tempos de agitação, com aplicação de 3 lavagens em cada amostra.

Gráfico 9 – pH nos diferentes tempos de agitação



Fonte: Elaborado pela autora.

Gráfico 10 – Condutividade elétrica nos diferentes tempos de agitação



Fonte: Elaborado pela autora.

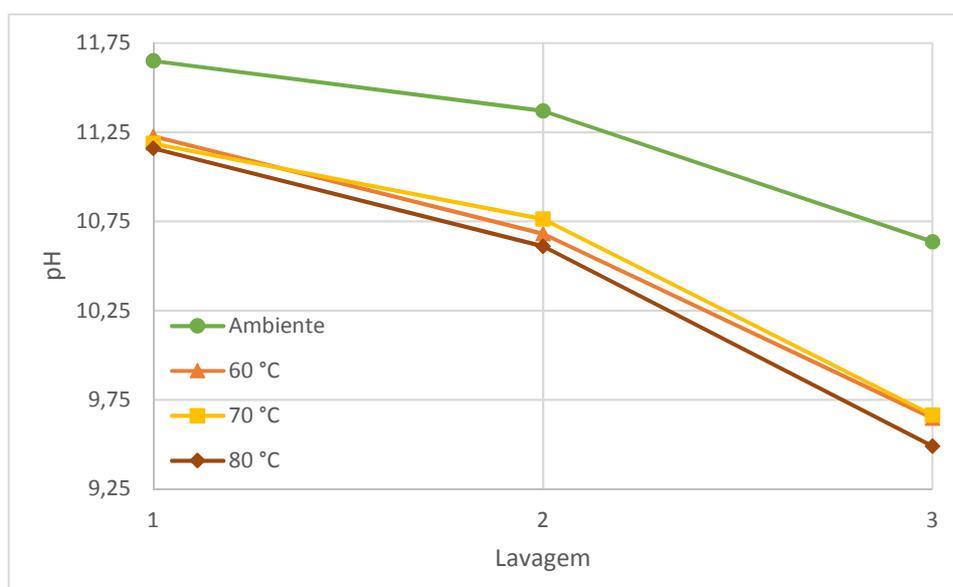
Os valores apresentados nos Gráficos 9 e 10 evidenciam que o tempo de agitação não influenciou nos parâmetros analisados, com valores muito aproximados entre as amostras filtradas, tanto no pH quanto na condutividade elétrica. A análise estatística confirmou a não influência do tempo de agitação na eficiência da lavagem. Visualmente, tampouco houve mudança entre os tempos de agitação aplicados. Também foi observado que uma mistura com menor quantidade de material facilitaria o processo de agitação. Com base nesses resultados, o tempo de agitação das

misturas com auxílio de agitador magnético foi fixado em 1 min, proporcionando um processo mais otimizado e com menor demanda de energia. A massa de dregs nas amostras para a primeira lavagem foi fixada em 50 g, utilizando a massa remanescente de cada filtração para o restante das lavagens, sempre respeitando a proporção 1:10. Ou seja: se após a primeira lavagem foi recuperada uma amostra de 45 g de dregs, na segunda lavagem foi utilizado um volume de 450 mL de água para realizar a próxima filtração; e assim por diante.

#### 4.1.1.2 Temperatura da Água

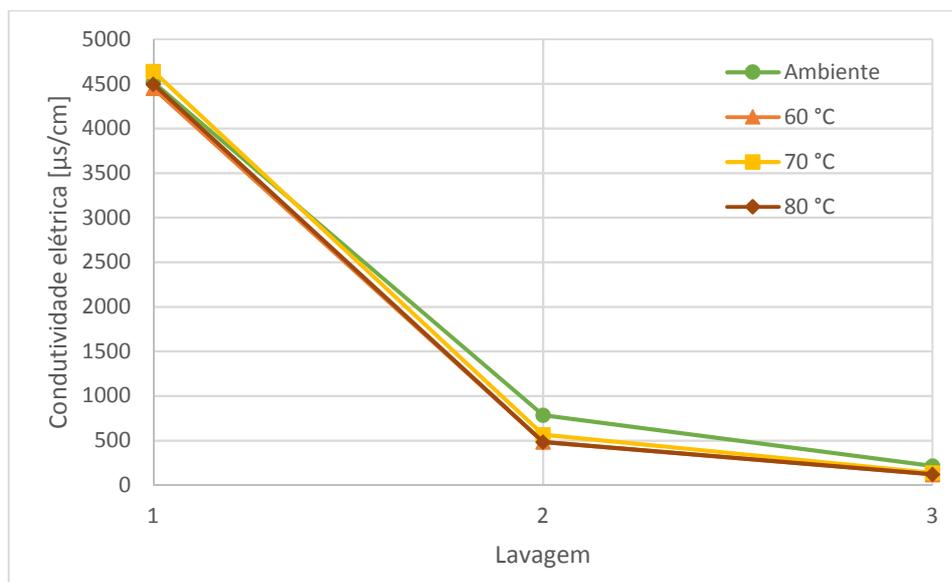
Seguindo os ensaios preliminares, foram realizadas lavagens com água deionizada em temperatura ambiente (entre 20 °C e 25 °C) e em três temperaturas de aquecimento: 60 °C, 70 °C e 80 °C. Esse aquecimento foi proposto para simular o processo de geração no resíduo no processo kraft. O tempo de agitação foi fixado em 1 min. Os Gráficos 11 e 12 apresentam as médias dos resultados obtidos das lavagens realizadas em diferentes temperaturas, com aplicação de 3 lavagens em cada amostra. As amostras em temperatura ambiente são as mesmas apresentadas nos ensaios preliminares dos tempos de agitação.

Gráfico 11 – pH nas diferentes temperaturas da água



Fonte: Elaborado pela autora.

Gráfico 12 – Condutividade elétrica nas diferentes temperaturas da água



Fonte: Elaborado pela autora.

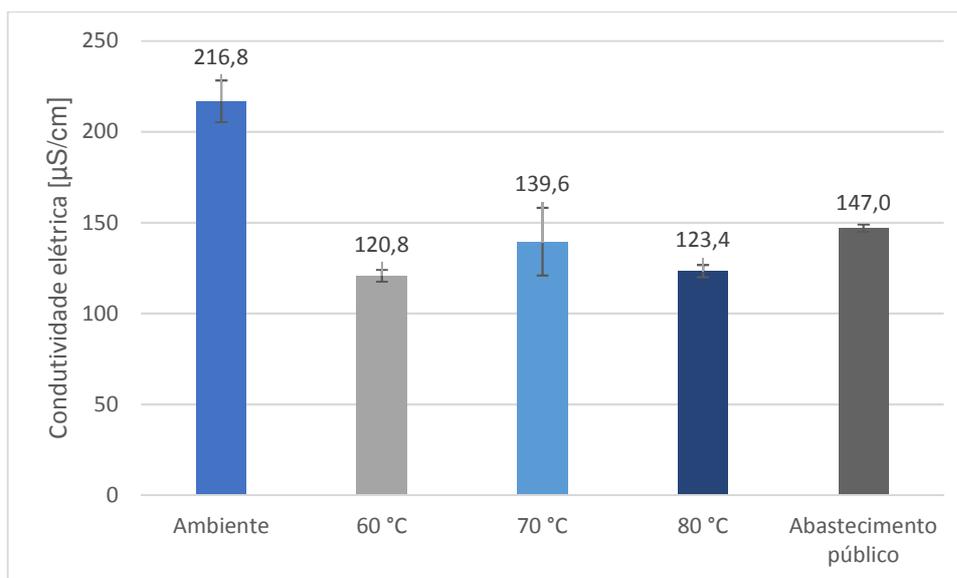
A partir dos resultados dos Gráficos 11 e 12, foi avaliado estatisticamente se a temperatura teve influência nas lavagens realizadas.

É possível verificar que, ao longo das 3 lavagens realizadas, tanto o pH quanto a condutividade elétrica da temperatura ambiente apresentaram valores mais distantes do restante das temperaturas testadas. A análise estatística evidenciou que as amostras em que foi utilizada água deionizada aquecida em qualquer temperatura apresentaram diferença quando comparadas às amostras filtradas com água em temperatura ambiente. No entanto, não foram identificadas diferenças significativas entre as três diferentes temperaturas de aquecimento. Conforme os Gráficos 11 e 12, todas as temperaturas de aquecimento da água apresentaram médias muito aproximadas, ficando inclusive com seus resultados sobrepostos nos gráficos. Ou seja, o aquecimento da água influencia no tratamento dos dregs, porém não há necessidade de aquecer até 80 °C, pois são obtidos resultados estatisticamente iguais de pH e condutividade elétrica a uma temperatura de 60 °C, demandando menos tempo e energia ao longo do processo.

Os valores de pH obtidos são inferiores aos de outros materiais da construção civil, como o cimento Portland e a cal hidratada. Em consulta a alguns exemplos de FISPQ (Ficha de Informações de Segurança de Produtos Químicos) em laboratório, o cimento Portland apresenta pH entre 12 e 14, e a cal hidratada entre 12,4 a 12,6.

As condutividades elétricas das temperaturas de aquecimento analisadas após as 3 lavagens ainda apresentaram valores inferiores ao da água de abastecimento público. O Gráfico 13 apresenta os valores das médias da condutividade elétrica nas temperaturas de aquecimento da água deionizada e na água de abastecimento público.

Gráfico 13 – Comparação da condutividade elétrica da água



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 13 evidencia novamente a diferença entre os resultados das lavagens com água aquecida e a lavagem com água em temperatura ambiente, que apresenta um valor médio superior às outras amostras aquecidas – que entre si pouco diferem nas suas médias, tendo inclusive o menor valor obtido na temperatura de 60 °C.

Portanto, por conta da condutividade elétrica da 3ª lavagem com água deionizada aquecida a 60 °C ter atingido um valor inferior ao da água de abastecimento público, foram mantidas as 3 lavagens para a definição do tratamento dos dregs.

#### 4.1.2 Definição do Tratamento

Com os resultados obtidos nos ensaios preliminares, foi possível estabelecer o tratamento a ser aplicado nos dregs.

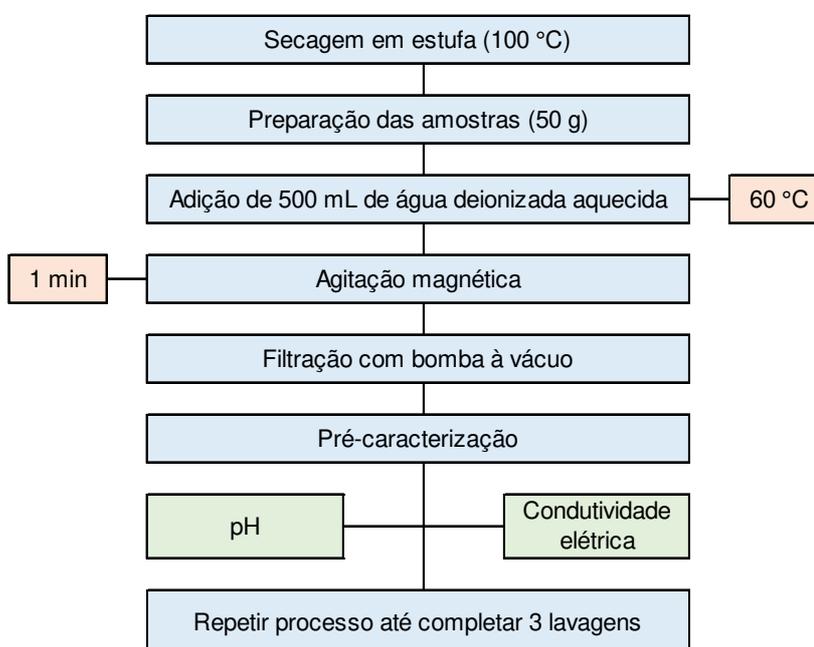
Em relação ao tempo de agitação, este foi fixado em 1 min com auxílio de agitador magnético. A temperatura de aquecimento da água deionizada foi

estabelecida em 60 °C, aquecida imediatamente antes da mistura. Essa temperatura refere-se ao exato momento em que foi adicionado o resíduo sólido à água; ou seja, quando iniciou-se a agitação, a água estava a 60 °C. Ao longo do 1 min de agitação magnética, a temperatura da água reduzia aproximadamente 5 °C.

O tratamento seguiu com 3 lavagens por amostra pois os ensaios preliminares apresentaram resultados consistentes na 3ª lavagem.

A Figura 26 apresenta o fluxograma final do tratamento aplicado dos dregs, um dos resíduos sólidos da indústria do papel e celulose.

Figura 26 – Fluxograma final do tratamento



Fonte: Elaborada pela autora.

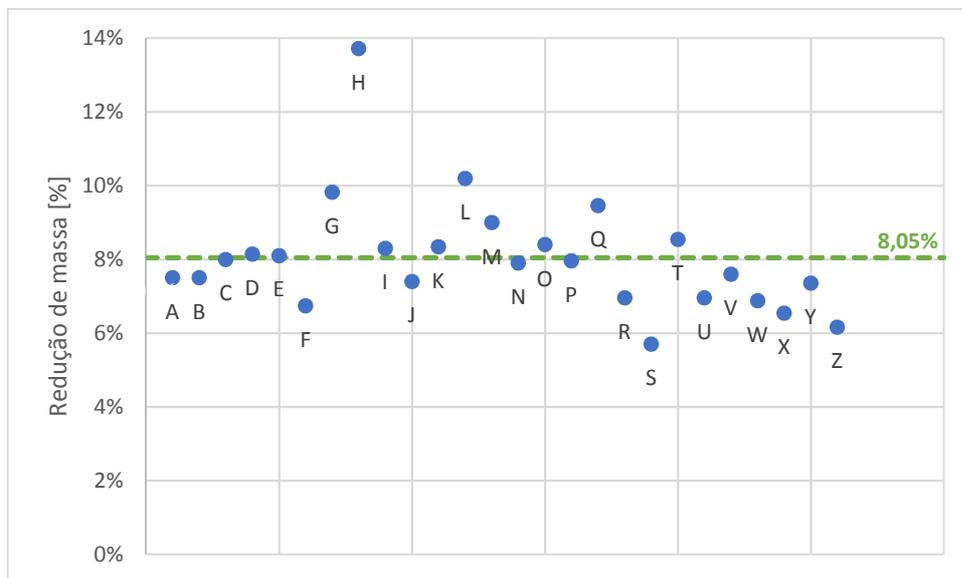
#### 4.1.3 Resultados das Lavagens

Com o tratamento estabelecido, foram realizadas as lavagens nos dregs. As lavagens foram realizadas em 26 amostras de dregs, onde todas iniciaram com uma massa de 50 g. Ao longo do tratamento, conforme a massa da amostra diminuía, a proporção 1:10 manteve-se intacta. Ou seja: se a massa da amostra fosse reduzida para 45 g por conta de eventuais perdas no processo, o volume de água deionizada na lavagem seria de 450 mL.

As massas das amostras de resíduos sólidos (dregs) sofreram reduções entre lavagens por conta de eventuais perdas do processo. Ao despejar a mistura dos dregs

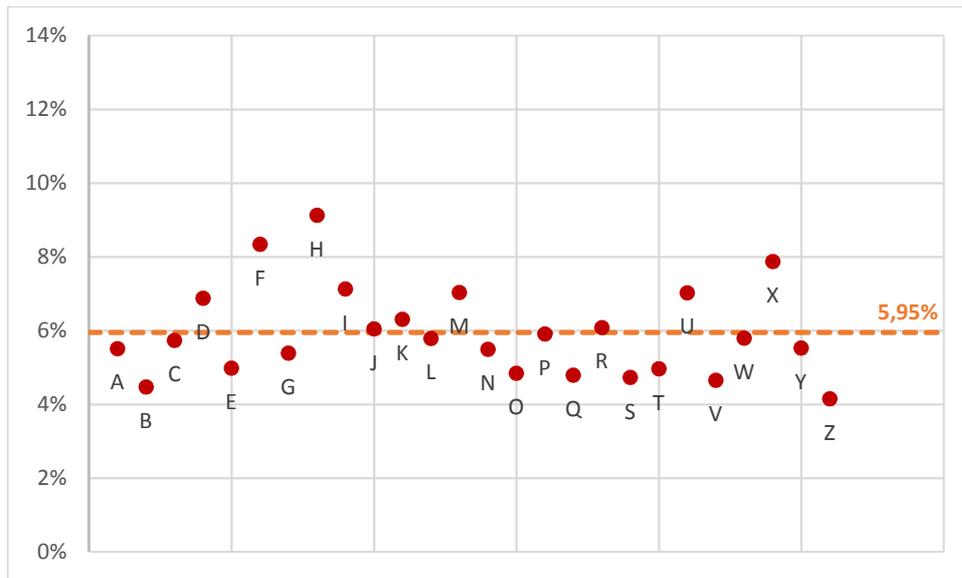
com água deionizada após agitação magnética, era necessário raspar o becker para retirar o máximo de material possível do fundo do recipiente. Já ao final da filtração, ao retirar do funil de Büchner o papel filtro contendo o material retido para colocá-lo em um disco de metal para posterior armazenamento em estufa, também era necessário raspar o funil para extrair o material que ficava aderido em suas paredes. Por conta desse processo de retirada do material, houve uma redução na massa das amostras de 8,05% entre a 1ª e 2ª lavagem e de 5,95% entre a 2ª e 3ª lavagem, em média, conforme apresentados nos Gráficos 14 e 15.

Gráfico 14 – Perda de massa de dregs entre 1ª e 2ª lavagem



Fonte: Elaborado pela autora.

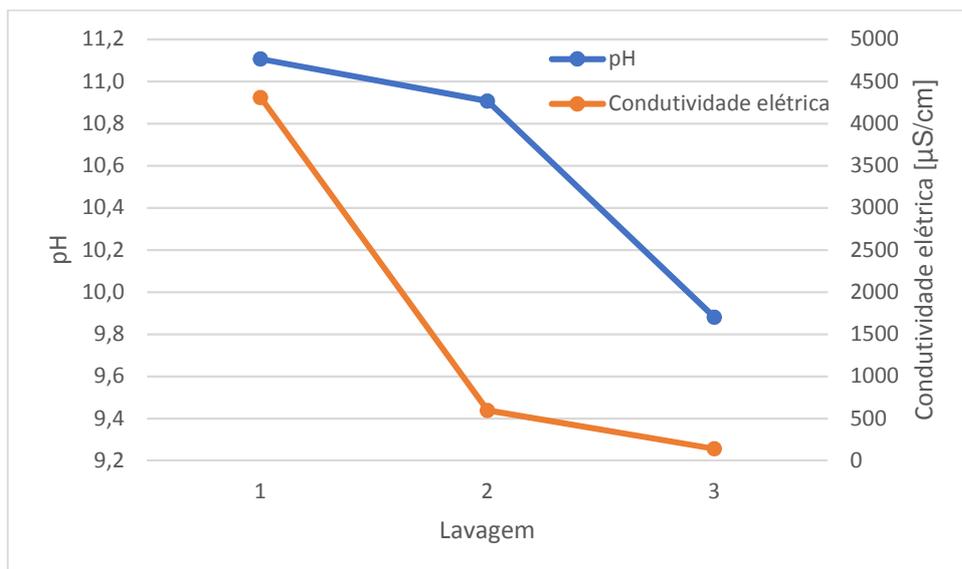
Gráfico 15 – Perda de massa de dregs entre 2ª e 3ª lavagem



Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando os parâmetros da água extraída no processo de filtração, todas as amostras apresentaram redução de pH e condutividade elétrica ao longo das lavagens executadas. O Gráfico 16 apresenta o comportamento das médias do pH e da condutividade elétrica ao longo do tratamento completo.

Gráfico 16 – Médias pH e condutividade elétrica

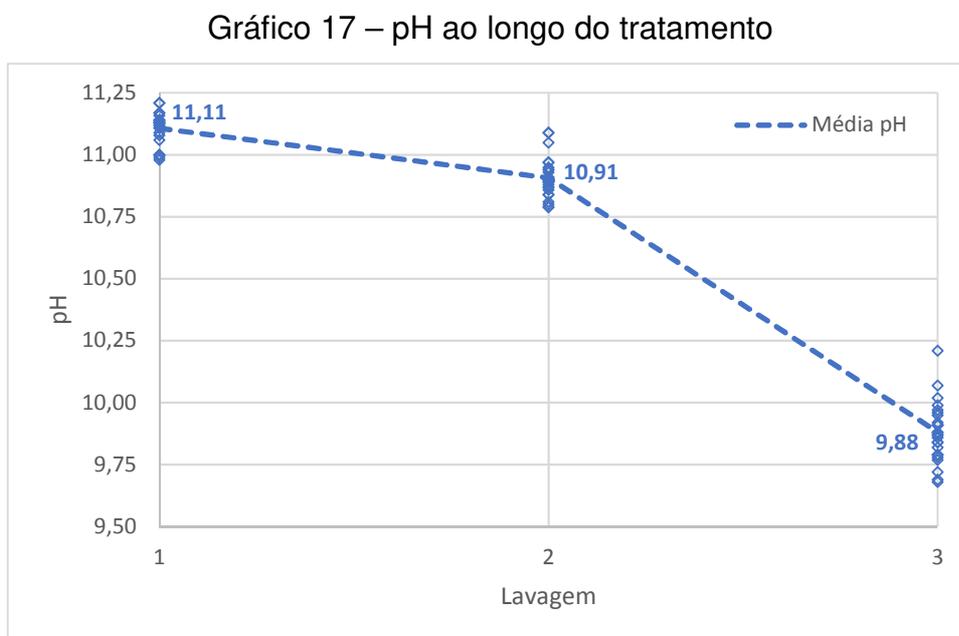


Fonte: Elaborado pela autora.

Analisando o Gráfico 16, é possível visualizar a diferença das reduções dos parâmetros analisados. Na média do pH, a redução do valor foi maior entre as lavagens 2 e 3. Já no caso da condutividade elétrica, o valor da média apresenta uma

redução maior entre a 1ª e a 2ª lavagem. De qualquer forma, todos os resultados apresentaram redução ao longo das lavagens aplicadas.

O Gráfico 17 apresenta os valores das médias do pH em cada uma das lavagens executadas.

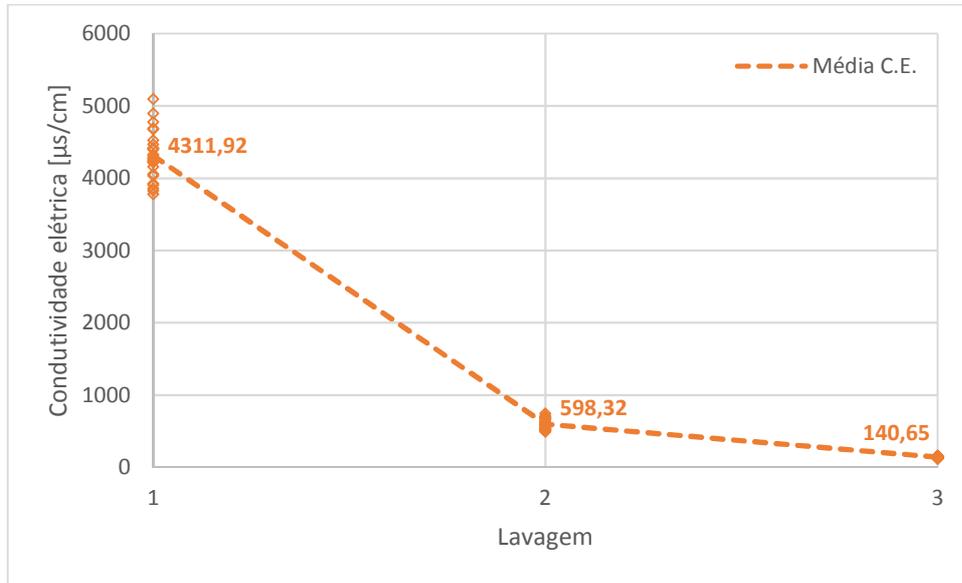


Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 17 evidencia a redução do pH ao longo das lavagens, com destaque entre a 2ª e 3ª lavagem, em que a média do pH reduziu de 10,91 para 9,88. Levando em conta o valor inicial de pH dos dregs sem tratamento (pH = 11,33), ao final das 3 lavagens, houve uma redução de 12,8% no pH dos dregs.

O Gráfico 18 apresenta os valores das médias da condutividade elétrica em cada uma das lavagens executadas.

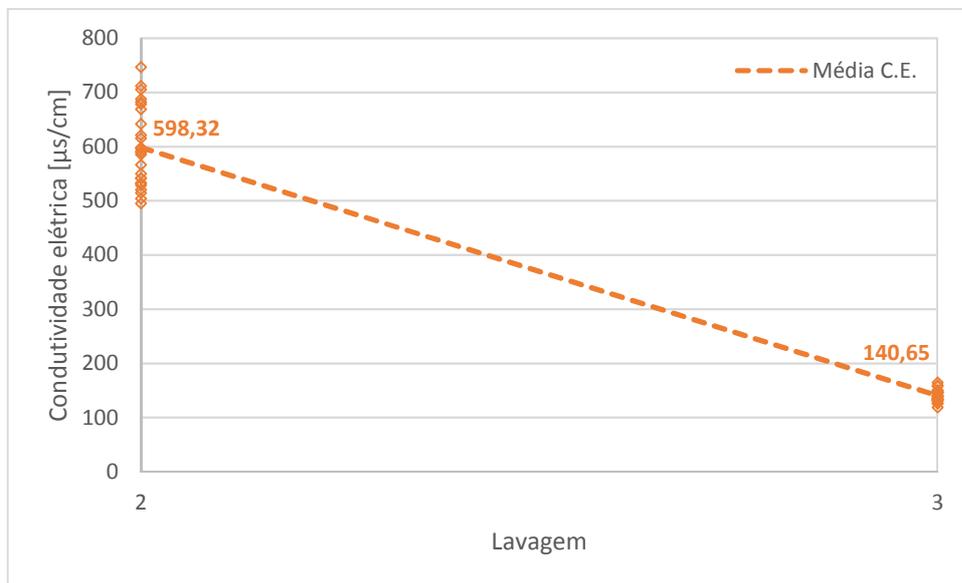
Gráfico 18 – Condutividade elétrica ao longo do tratamento



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 19 fornece uma visualização mais precisa dos valores entre as lavagens 2 e 3.

Gráfico 19 – Condutividade elétrica entre 2ª e 3ª lavagem



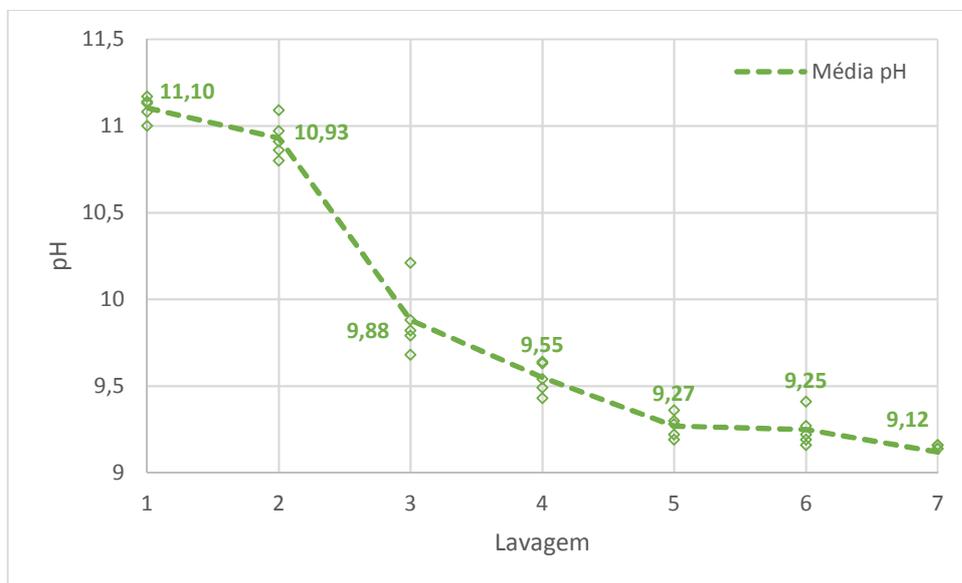
Fonte: Elaborado pela autora.

Em se tratando da condutividade elétrica, a redução mais expressiva dos valores obtidos é observada entre as lavagens 1 e 2, onde os valores da 2ª lavagem apresentaram uma redução superior a 80% em relação à 1ª lavagem. Seguindo para a 3ª lavagem, em comparação à 2ª lavagem, os valores ainda sofrem uma redução

de aproximadamente 75%. Ressalta-se que a condutividade elétrica obtida nos dregs sem tratamento foi de 9,03 mS/cm, um valor 64 vezes maior que a condutividade elétrica média na 3ª lavagem, indicando a redução da presença de sais solúveis nos dregs com a aplicação do tratamento.

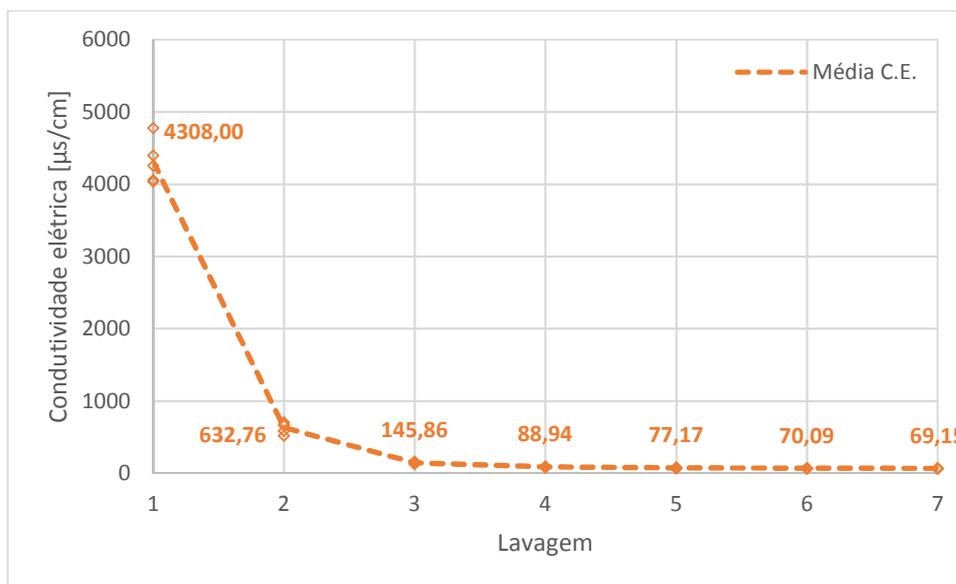
A análise estatística desses dados confirmou que há diferenças significativas entre as lavagens. Para verificar se os valores se estabilizaram ou não na 3ª lavagem, foi proposta a continuação das lavagens em 5 amostras de dregs, que foram submetidos até a 7ª lavagem. Os Gráficos 20 e 21 apresentam os resultados obtidos nessas amostras submetidas à continuação do tratamento.

Gráfico 20 – pH dos dregs com 7 lavagens



Fonte: Elaborado pela autora.

Gráfico 21 – Condutividade elétrica dos dregs com 7 lavagens



Fonte: Elaborado pela autora.

Conforme apresentado nos Gráficos 20 e 21, o pH e a condutividade elétrica seguiram sofrendo reduções até o final do tratamento. A partir da 4<sup>a</sup> lavagem, o pH ainda apresenta quedas nos seus valores, mantendo-se mais constante nas lavagens 5, 6 e 7. Já a condutividade elétrica apresentou valores mais próximos desde a 4<sup>a</sup> lavagem, reduzindo de 88,94 µS/cm para 69,15 µS/cm. A análise estatística dos dados mostrou que os valores tanto do pH quanto da condutividade elétrica se estabilizaram na 4<sup>a</sup> lavagem, comportamento que pode ser visualizado nos gráficos.

#### 4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS DREGS SEM E COM TRATAMENTO

Os resultados da caracterização dos dregs tratados são apresentados em conjunto aos dados obtidos na caracterização dos dregs sem tratamento para possibilitar a avaliação da eficiência do tratamento proposto.

A Tabela 14 apresenta os resultados do teor de umidade dos dregs sem tratamento, mantendo-os em estufa até secagem completa, anotando valores de massa inicial e final.

Tabela 14 – Teor de umidade dos dregs sem tratamento

<b>Amostra</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>
<b>Massa inicial [g]</b>	16,52	15,98	15,89	20,63	16,13
<b>Massa final [g]</b>	11,14	10,87	10,62	12,61	11,04
<b>Umidade [%]</b>	32,57	31,98	33,17	38,88	31,56
<b>Média = 33,63 %</b>					

Fonte: Elaborada pela autora.

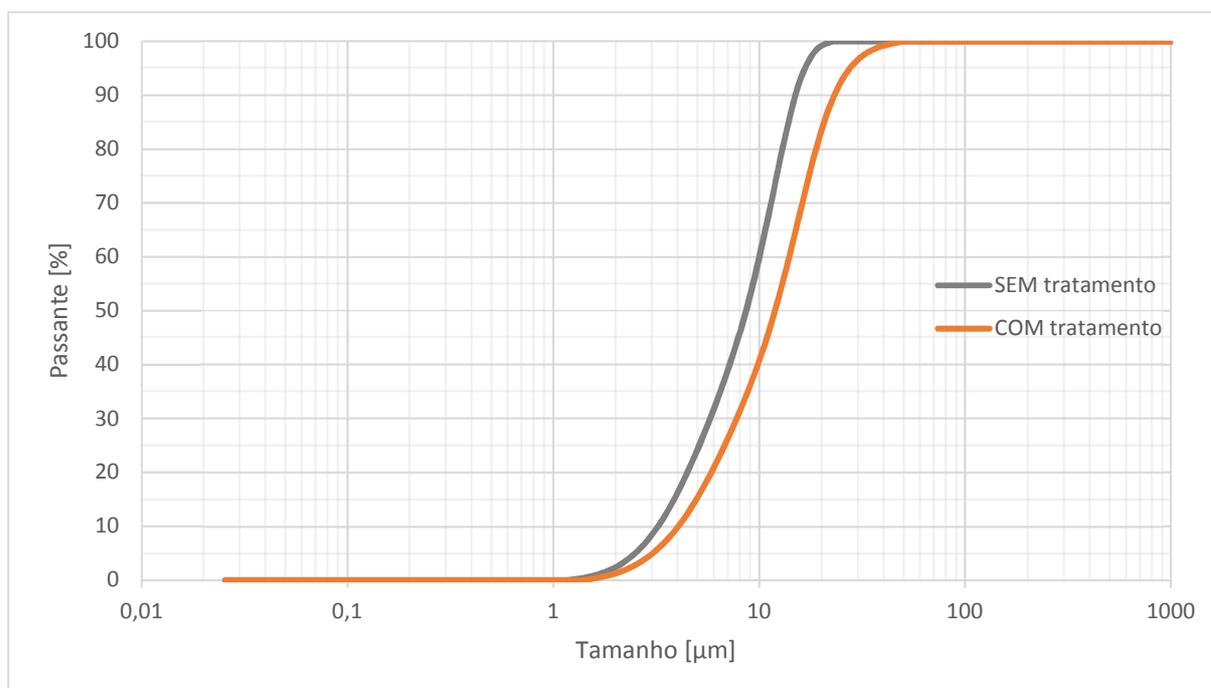
Com uma média de 33,63%, o teor de umidade obtido corrobora com o valor apresentado por Calheiro (2018), em que os dregs avaliados apresentaram umidade de 35,26%. O mesmo estudo identificou uma massa específica dos dregs idêntica à obtida nesta pesquisa, com valor de 2,58 g/cm<sup>3</sup>. A Tabela 15 mostra a caracterização física dos dregs com e sem tratamento, bem como o Gráfico 22 apresenta a curva granulométrica desses materiais.

Tabela 15 – Características físicas dos dregs sem tratamento

<b>Amostra</b>	<b>Massa específica</b>	<b>Diâmetro médio</b>	<b>Área superficial</b>
SEM tratamento	2,5821 g/cm <sup>3</sup>	8,76 µm	3,7601 ± 0,0010 m <sup>2</sup> /g
COM tratamento	2,6027 g/cm <sup>3</sup>	12,45 µm	6.1685 ± 0.0068 m <sup>2</sup> /g

Fonte: Elaborada pela autora.

Gráfico 22 – Curva granulométrica dos dregs sem e com tratamento



Fonte: Elaborado pela autora.

A curva granulométrica evidencia o aumento do tamanho das partículas na amostra de dregs submetidos ao tratamento. Isto pode ter ocorrido por conta de os

finos da amostra terem se solubilizado nas lavagens, mantendo as partículas maiores no filtro de papel, resultando em um diâmetro médio maior. Ainda assim, mesmo a maior partícula identificada na granulometria a laser dos dregs tratados é menor que 75  $\mu\text{m}$ , tamanho máximo que um material pode ter para ser classificado como fíler segundo o DNIT 412/2019.

Conforme abordado na fundamentação teórica, o estudo de Modolo *et al.* (2010) apresentou uma expressiva redução na granulometria dos dregs após a lavagem aplicada. Apesar do resultado dessa pesquisa ser oposto ao encontrado pelos autores citados, deve-se levar em conta que a granulometria dos dregs sem tratamento já apresentava valores baixos, com o material sendo 100% passante na #200 (0,075 mm), enquanto no estudo citado os dregs sem tratamento possuíam um percentual de apenas 43% passante na peneira de abertura 0,075 mm. Ou seja, a amostra como um todo já possuía partículas de diâmetros maiores, que sofreram redução após a aplicação das lavagens. Como o material desta pesquisa já possuía baixa granulometria, este parâmetro ainda sofreu redução por conta do que foi solubilizado na água utilizada nas lavagens.

Os valores de massa específica coincidem com o que foi apresentado na fundamentação teórica (Tabela 1), em que os estudos abordados apresentaram em média um valor de 2,61  $\text{g}/\text{cm}^3$ . O fato de os dregs com tratamento apresentarem uma massa específica ligeiramente superior aos não tratados (aumento de 0,2  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) pode estar relacionado à mesma hipótese do aumento da granulometria, em que partículas de menor massa específica se solubilizaram na lavagem, resultando em um material tratado mais denso.

Conforme apresentado na fundamentação teórica, os resultados de área superficial da literatura divergem bastante entre si, com valores que partem de 1,031  $\text{m}^2/\text{g}$  (TORRES *et al.*, 2020) até 17,675  $\text{m}^2/\text{g}$  (MÄKITALO *et al.* (2016). Nos dregs sem tratamento, foi identificada uma área superficial de 3,76  $\text{m}^2/\text{g}$ , com um aumento de 63% desse valor quando submetidos ao tratamento, chegando a 6,18  $\text{m}^2/\text{g}$ . Como os dregs beneficiados apresentaram maior granulometria e maior massa específica, indicando uma redução dos finos no material, essa diferença de área superficial entre as amostras analisadas indica uma possível mudança no formato das partículas após o tratamento, fazendo com que mais irregularidades na sua superfície consequentemente elevem o valor da área superficial. A discrepância entre valores ainda pode ser atribuída ao fato de que análises de área superficial de partículas

irregulares variam em função da escala e do ponto de vista do equipamento utilizado (BAGHERI *et al.*, 2015). Para trabalhos futuros, sugere-se analisar as amostras através de imagens aproximadas em alta definição das partículas, como Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

A composição química dos dregs com e sem tratamento, obtida por meio de FRX qualitativo, é apresentada na Tabela 16.

Tabela 16 – FRX qualitativo dos dregs com e sem tratamento

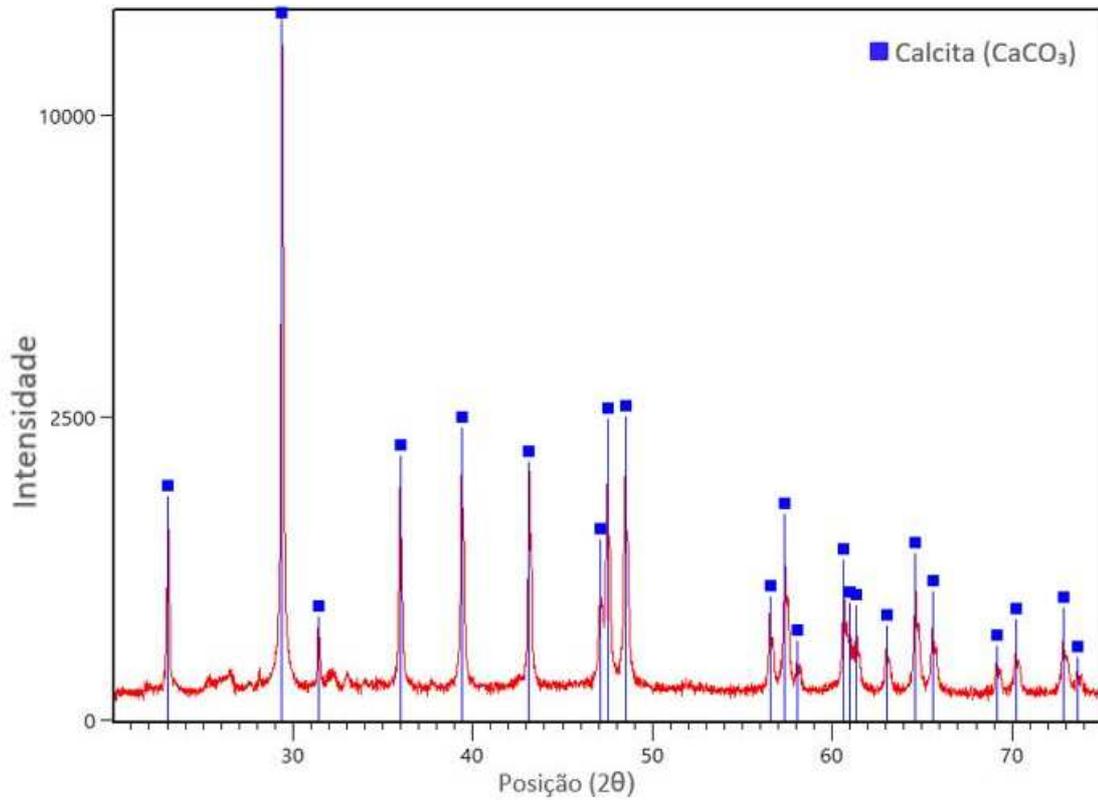
<b>Amostra</b>	<b>Elementos majoritários (&gt;50%)</b>	<b>Menor quantidade ( 5% &lt; x &lt; 50%)</b>	<b>Elementos traços (&lt;5%)</b>
Dregs SEM tratamento	Ca	-	Mg, Si, Sr, Cl, Fe, Mn, Al, K, S, Zn
Dregs COM tratamento	Ca	-	Mg, Si, Sr, Fe, Al, Mn, K, Zn

Fonte: Elaborada pela autora.

Os dregs com e sem tratamento apresentaram cálcio como elemento predominante, com mais de 50% de sua composição. A diferença entre as duas amostras analisadas se dá através dos elementos traços, onde os dregs submetidos ao tratamento não apresentam sequer traços de cloro, manganês e enxofre. Esses resultados são relevantes para a aplicação dos dregs tratados como fíler em misturas betuminosas pois indicam a remoção de elementos prejudiciais aos pavimentos, principalmente o cloro, pois a presença de sais solúveis pode acarretar degradação física do pavimento (OBIKA; FREER-HEWISH; NEWILL, 1992).

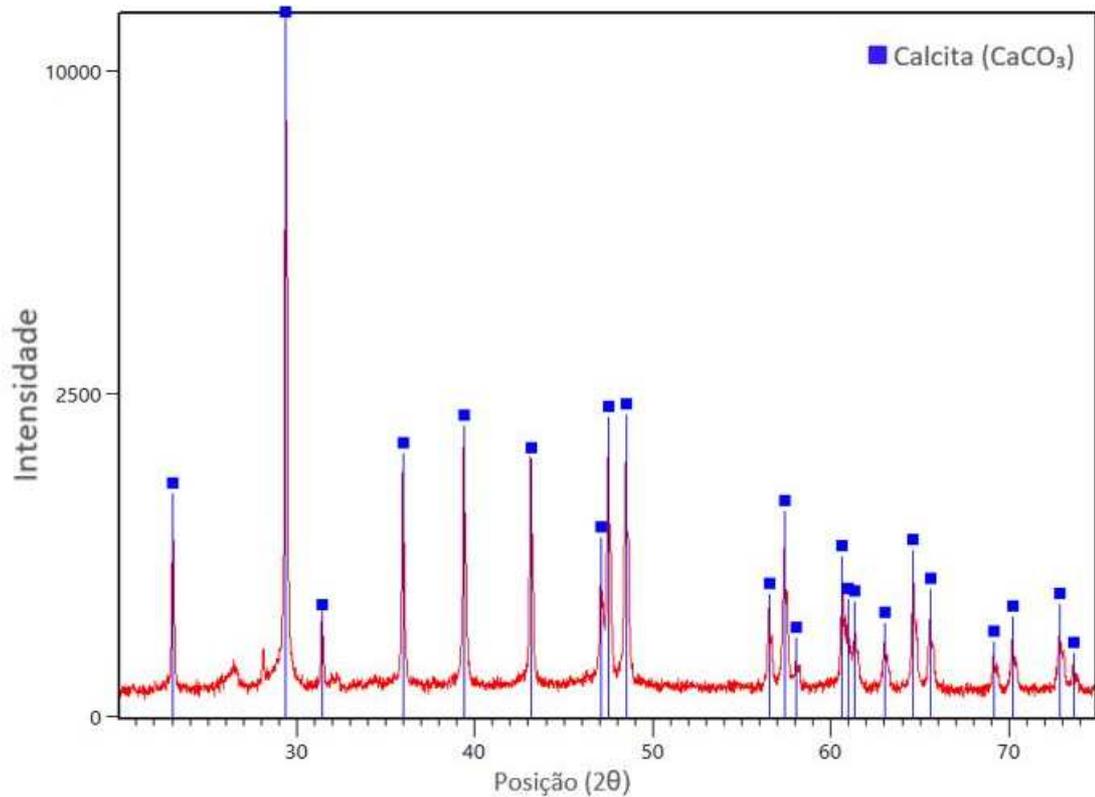
Os difratogramas dos materiais corroboram com os resultados encontrados no FRX. As Figuras 27 e 28 apresentam os difratogramas dos dregs sem e com tratamento, respectivamente, ambos com todos os picos identificados como mineral calcita (carbonato de cálcio –  $\text{CaCO}_3$ ). O mineral possui número de referência 01-081-2027 no banco de dados ICDD.

Figura 27 – Difratoograma dos dregs sem tratamento



Fonte: Elaborada pela autora.

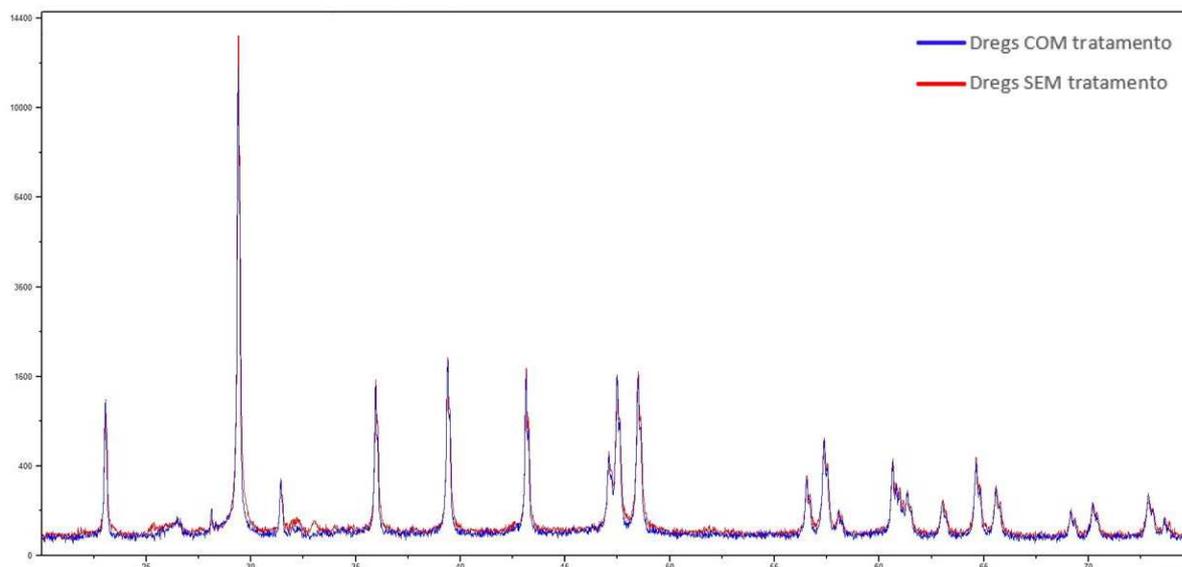
Figura 28 – Difratoograma dos dregs com tratamento



Fonte: Elaborada pela autora.

Para fins de comparação entre os difratogramas, a Figura 29 sobrepõe os dois resultados, proporcionando uma melhor visualização dos picos.

Figura 29 – Sobreposição dos difratogramas dos dregs com e sem tratamento

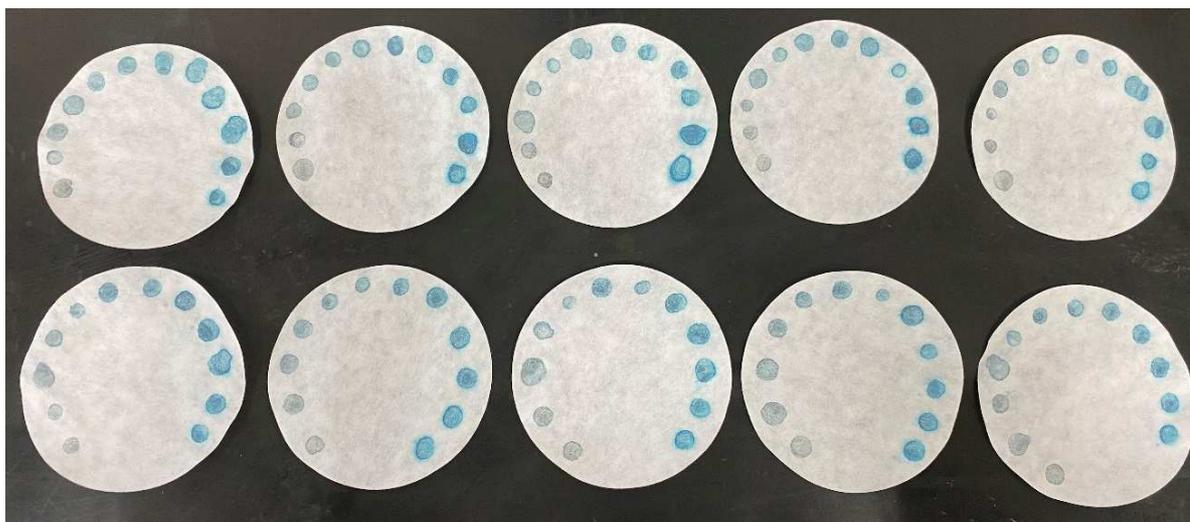


Fonte: Elaborada pela autora.

Os difratogramas de ambas as amostras apresentaram um comportamento muito semelhante, com picos localizados nos mesmos pontos e com alturas similares. Utilizando o banco de dados (ICDD) para análise dos difratogramas, todos os picos identificados nos dregs sem e com tratamento foram atribuídos ao mineral calcita ( $\text{CaCO}_3$ ), corroborando com todos os resultados de DRX abordados no referencial teórico deste trabalho, que apresentaram majoritariamente picos do mesmo mineral. Os resultados também condizem com os dados obtidos no FRX qualitativo, em que foi identificado mais de 50% das duas amostras sendo compostas por cálcio.

A Figura 30 e a Tabela 17 apresentam os resultados do ensaio de adsorção de azul de metileno, expresso pela ABNT NBR 14949:2017.

Figura 30 – Ensaio de adsorção de azul de metileno



Fonte: Registrada pela autora.

Tabela 17 – Adsorção de azul de metileno nos dregs com e sem tratamento

Amostra	C [mg/mL]	V [mL]	W [g]	VAM [mg/g]	VAM médio [mg/g]
<b>SEM tratamento</b>	1	1	5	1,00	5
	2	1	4,5	1,00	4,5
	3	1	5	1,00	5
	4	1	5	1,00	5
	5	1	4	1,00	4
<b>COM tratamento</b>	1	1	4	1,00	4
	2	1	4	1,00	4
	3	1	3,5	1,00	3,5
	4	1	4	1,00	4
	5	1	4	1,00	4

Fonte: Elaborada pela autora.

Os resultados obtidos são divergentes quando comparados aos resultados obtidos por Modolo *et al.* (2010). Fazendo uma conversão dos dados para ficarem com a mesma unidade, o estudo dos autores apresentou um VAM (valor de azul de metileno) de 1,9 mg/g nos dregs sem tratamento, e um VAM de 0,5 mg/g nos dregs submetidos a lavagens. Já nesta pesquisa, os dregs sem e com tratamento apresentarem valores médios de 4,7 mg/g e 3,9 mg/g, respectivamente. O VAM é relacionado à capacidade de troca catiônica do material. A redução deste valor quando comparadas as duas amostras entre si é positiva, indicando a redução no comportamento plástico no material tratado. Quanto menor o VAM, menos plástico é o material, e conseqüentemente consome menos CAP na mistura betuminosa (MODOLO *et al.*, 2010).

### 4.3 ENSAIO MARSHALL

Para execução do ensaio Marshall, primeiramente é necessário determinar características físicas dos agregados a serem utilizados nas misturas. O agregado miúdo (pó de pedra) e os agregados graúdos (brita 0 e brita 1) foram caracterizados quanto a sua granulometria e massa específica. No caso dos agregados graúdos, a massa específica já foi calculada considerando ambas as frações de brita 0 e brita 1, obtendo um valor como um todo da amostra de agregado graúdo.

A Tabela 18 apresenta os resultados da granulometria a seco dos agregados utilizados nas misturas betuminosas. Os dregs tratados utilizados como fíler já possuíam granulometria inferior a 0,075 mm (peneira #200), conforme apresentado no item de caracterização dos dregs.

Tabela 18 – Granulometria dos agregados

<b>Peneira</b>	<b>Abertura [mm]</b>	<b>Brita 0</b>	<b>Brita 1</b>	<b>Pó de pedra</b>
<b>1 1/2"</b>	<b>38,1</b>	100,00	100,00	100,00
<b>1"</b>	<b>25,4</b>	100,00	100,00	100,00
<b>3/4"</b>	<b>19,1</b>	92,42	100,00	100,00
<b>3/8"</b>	<b>9,5</b>	3,40	99,12	100,00
<b>n 4</b>	<b>4,8</b>	0,15	29,30	92,70
<b>n 10</b>	<b>2</b>	0,00	5,08	76,80
<b>n 40</b>	<b>0,3</b>	0,00	2,05	36,10
<b>n 100</b>	<b>0,15</b>	0,00	1,34	25,82
<b>n 200</b>	<b>0,075</b>	0,00	0,25	15,30

Fonte: Elaborada pela autora.

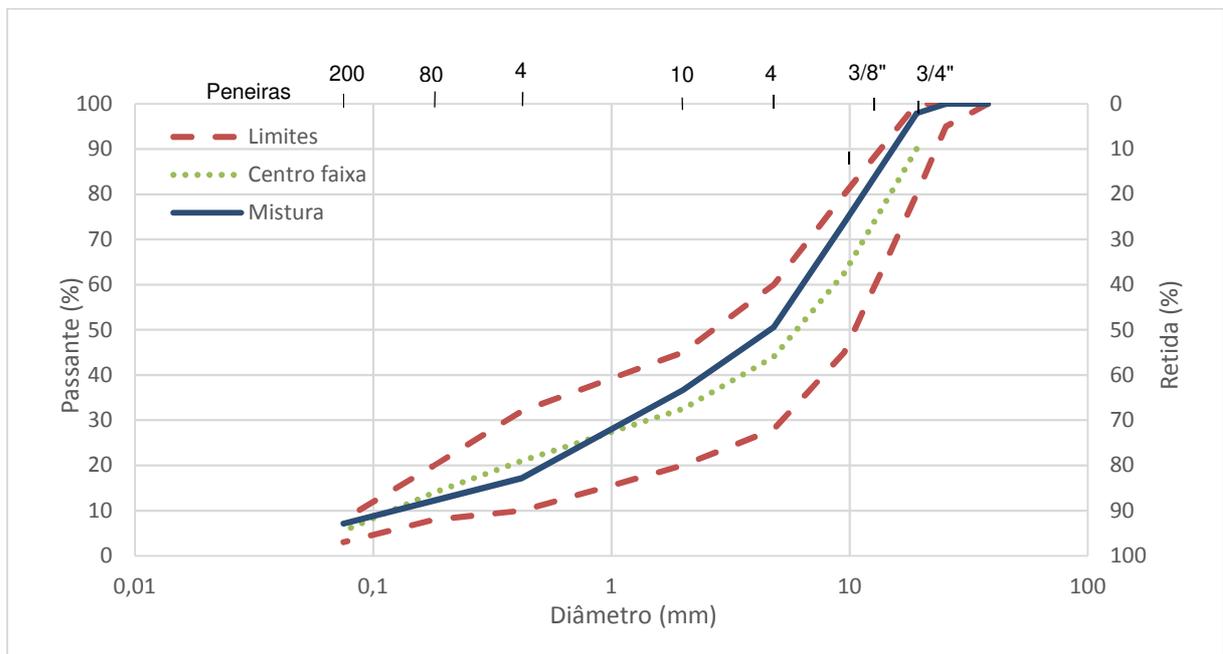
A partir da granulometria obtida, foi necessário realizar a dosagem dos agregados de forma que se encaixassem dentro dos limites estabelecidos na Faixa B (camada de ligação e rolamento) pela norma DNIT 031/2006. A Tabela 19 apresenta a composição da mistura considerando uma fração de 27% de brita 0, 27% de brita 1 e 46% de pó de pedra.

Tabela 19 – Composição dos agregados na mistura

Fração na mistura [%]		27	27	46
Peneira	Abertura [mm]	Brita 0	Brita 1	Pó de Pedra
1 1/2"	38,1	27,0	27,0	46,0
1"	25,4	27,0	27,0	46,0
3/4"	19,1	25,0	27,0	46,0
3/8"	9,5	0,9	26,8	46,0
n 4	4,8	0,0	7,9	42,6
n 10	2	0,0	1,4	35,3
n 40	0,3	0,0	0,6	16,6
n 100	0,15	0,0	0,4	11,9
n 200	0,075	0,0	0,1	7,0

Fonte: Elaborada pela autora.

Gráfico 23 – Curva granulométrica dos agregados e limites da Faixa B



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir dos resultados obtidos na granulometria dos agregados, foi possível determinar o percentual de cada material na mistura completa, levando em conta as substituições do pó de pedra por dregs (2% e 4% em função da mistura completa dos materiais) e os 1200 g de massa de cada corpo de prova. A Tabela 20 apresenta os o teor de cada material em cada traço executado.

Tabela 20 – Dosagem das misturas

Traço	Percentual [%]				
	Brita 0	Brita 1	Pó de pedra	Dregs	CAP
Referência	25,6	25,6	43,6	-	5,2
2%	25,6	25,6	42,7	0,9	5,2
4%	25,6	25,6	41,9	1,7	5,2

Fonte: Elaborada pela autora.

Conforme o respectivo percentual de cada material, a Tabela 21 apresenta a massa de cada material utilizado em cada corpo de prova para os três traços propostos.

Tabela 21 – Massa dos materiais e ligante utilizados nas misturas

Traço	Massa [g]					
	Brita 0	Brita 1	Pó de pedra	Dregs	CAP	Soma
Referência	307,15	307,2	523,3	0	62,4	1200
2%	307,15	307,2	512,83	10,47	62,4	1200
4%	307,15	307,2	502,36	20,94	62,4	1200

Fonte: Elaborada pela autora.

As Tabelas 22, 23 e 24 apresentam os valores de densidade teórica de cada traço, bem como as massas específicas obtidas para cada um dos materiais empregados nas misturas.

Tabela 22 – Densidade teórica do traço referência

REFERÊNCIA	Agregado graúdo	Agregado miúdo	Ligante	Dregs	Mistura
<b>Massa específica</b>	2,81	2,72	1,045	2,60	-
<b>Porcentagem</b>	51,2	43,6	5,2	-	-
<b>Densidade teórica</b>	18,22	16,03	4,98	-	2,55

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 23 – Densidade teórica do traço com 2% de dregs

2% DREGS	Agregado graúdo	Agregado miúdo	Ligante	Dregs	Mistura
<b>Massa específica</b>	2,81	2,72	1,045	2,60	-
<b>Porcentagem</b>	51,2	42,7	5,2	0,9	-
<b>Densidade teórica</b>	18,22	15,70	4,98	0,35	2,55

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 24 – Densidade teórica do traço com 4% de dregs

4% DREGS	Agregado graúdo	Agregado miúdo	Ligante	Dregs	Mistura
<b>Massa específica</b>	2,81	2,72	1,045	2,60	-
<b>Porcentagem</b>	51,2	41,9	5,2	1,7	-
<b>Densidade teórica</b>	18,22	15,40	4,98	0,65	2,55

Fonte: Elaborada pela autora.

A Figura 31 apresenta os corpos de prova já desmoldados dos três traços executados.

Figura 31 – Corpos de prova das misturas betuminosas executadas



Fonte: Registrada pela autora.

Os corpos de provas tiveram suas massas e dimensões aferidas após o processo de desmolde. A Tabela 25 apresenta as médias desses valores, onde REF é o traço referência, D2 o traço com 2% de dregs e D4 o traço com 4% de dregs.

Tabela 25 – Médias das dimensões e massas dos corpos de prova

Traço	Diâmetro [mm]	Altura [mm]	Volume [cm <sup>3</sup> ]	Massa [g]	Peso hidrostático [g]
REF	101,7	60,1	488,3	1191,1	715,4
D2	101,8	60,2	489,9	1189,3	712,7
D4	101,8	60,7	494,9	1191,7	713,9

Fonte: Elaborada pela autora.

A Tabela 26 apresenta os valores obtidos a partir dos ensaios na prensa Marshall, como estabilidade, fluência e percentual de vazios de cada um dos materiais utilizados nas misturas, bem como os limites estabelecidos pela norma DNIT 031/2006 para cada um desses parâmetros. A fluência não tem limites definidos pela referida norma.

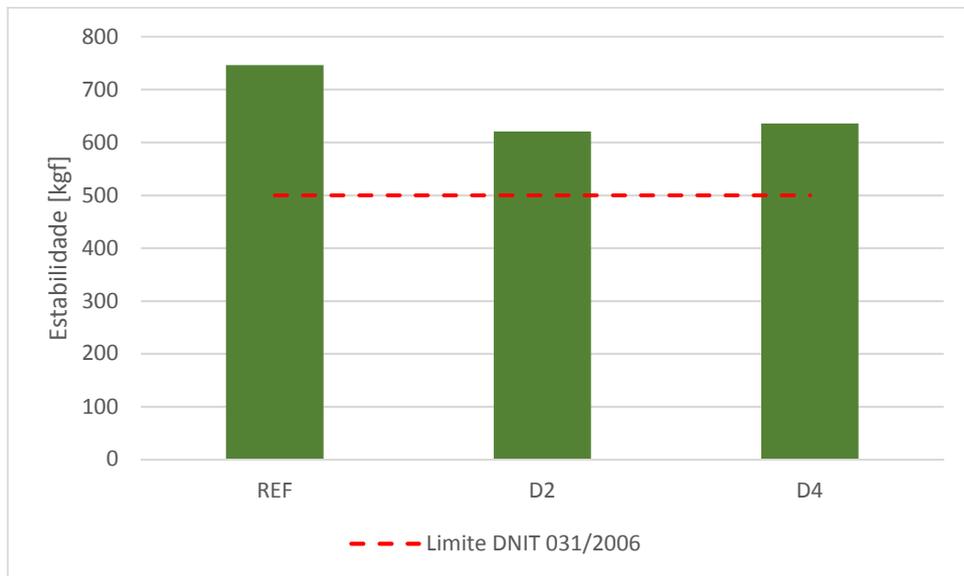
Tabela 26 – Resultados do ensaio Marshall

Traço	Fluência [mm]	Estabilidade corrigida [kgf]	%Vv	%RBV
REF	4,494	746,27	4,54	72,93
D2	4,682	620,69	5,04	70,75
D4	4,156	635,50	5,90	67,16
Limites DNIT 031/2006		> 500	4% a 6%	65% a 72%

Fonte: Elaborada pela autora.

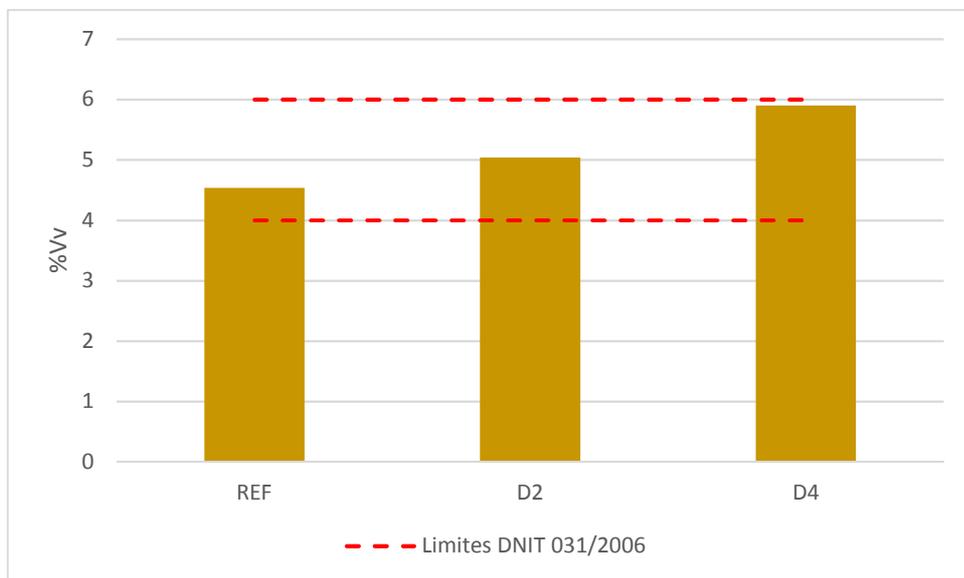
Os Gráficos 24, 25 e 26 apresentam os resultados dos traços submetidos ao ensaio Marshall em comparação aos limites estabelecidos pela norma DNIT 031/2006.

Gráfico 24 – Estabilidade dos traços executados



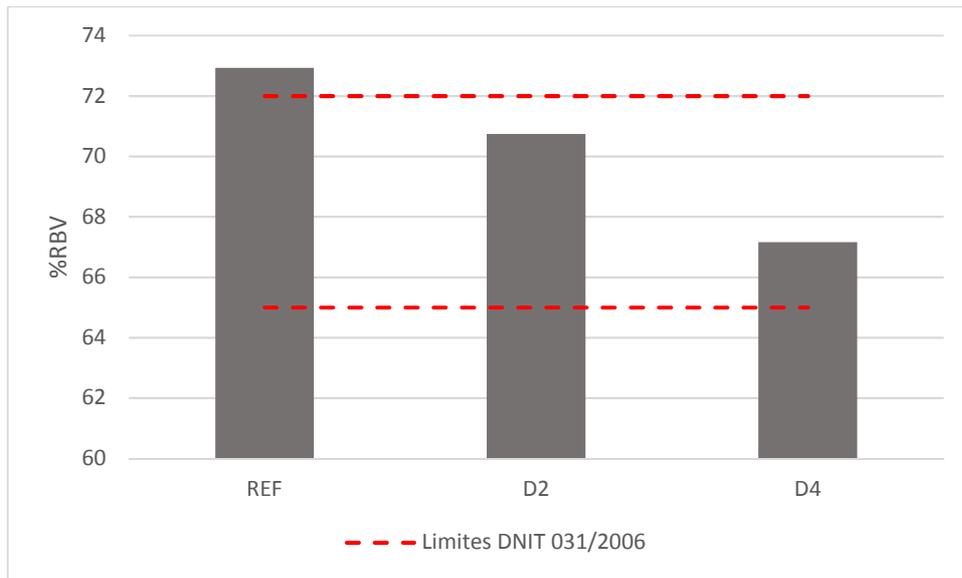
Fonte: Elaborado pela autora.

Gráfico 25 – Volume de vazios dos traços executados



Fonte: Elaborado pela autora.

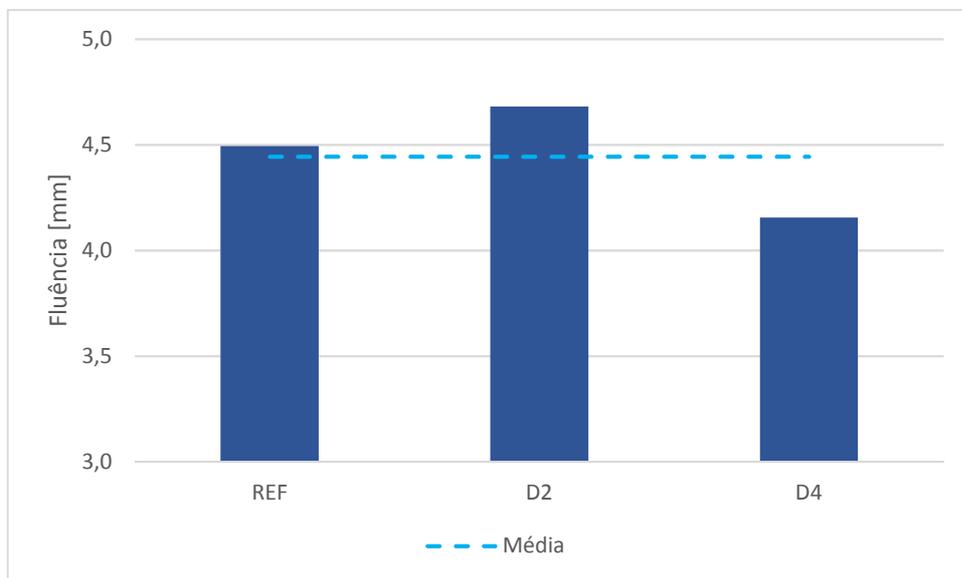
Gráfico 26 – Relação betume-vazios dos traços executados



Fonte: Elaborado pela autora.

O Gráfico 27 apresenta os resultados obtidos quanto à fluência dos traços em comparação a sua média, ou seja, a deformação em milímetros identificada no ensaio.

Gráfico 27 – Fluência dos traços executados



Fonte: Elaborado pela autora.

Conforme os resultados apresentados nos gráficos, é possível visualizar que com exceção da relação betume-vazios do traço referência, todos os traços atenderam aos limites estabelecidos pela norma. Salienta-se que o traço referência apresentou uma RBV de apenas 0,93% acima do limite superior, com valores de

estabilidade e volume de vazios bem distantes dos limites de cada um desses parâmetros.

Quanto aos traços contendo dregs, todos os parâmetros foram atendidos nos 2 teores de substituição aplicados. No caso do traço com 2% de dregs, a fluência apresentou um valor de 0,188 mm superior ao traço referência, enquanto o traço com 4% de dregs atingiu deformações inferiores ao traço referência, com uma diferença de 0,338 mm nas médias da fluência de cada traço.

Mesmo com estabilidades inferiores ao traço referência, os traços D2 e D4 apresentaram resultados superiores ao valor de 500 kgf definido por norma, indicando um bom desempenho mecânico das misturas com a incorporação dos resíduos sólidos.

Destaca-se que o traço contendo 4% de dregs obteve resultados mais satisfatórios quanto à estabilidade e a fluência, pois apresentou uma estabilidade superior ao traço contendo 2% de dregs e com uma menor deformação dos corpos de prova. O volume de vazios de 5,90% do traço D4 se aproximou bastante do limite de 6% estabelecido por norma, ainda atendendo completamente a todos os requisitos analisados.

## 5 CONCLUSÃO

Neste item são apresentadas as considerações finais do trabalho a partir da análise de resultados das caracterizações e métodos de ensaio, bem como sugestões para futuras pesquisas.

### 5.1 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O estudo da aplicação de dregs como fíler em misturas betuminosas teve como norte a produção de um pavimento mais sustentável e que atendesse aos parâmetros exigidos por normas vigentes, evitando a disposição desses resíduos sólidos em aterros e uma possível consequente contaminação do solo e da água.

A pesquisa visou buscar uma alternativa para aplicação dos dregs em materiais da construção civil, sem adição de outros produtos químicos ao processo e de maneira que apresentasse viabilidade da incorporação deste tratamento ao processo kraft, de onde são originados os dregs.

A temperatura da água utilizada no tratamento se demonstrou fundamental para melhores resultados ao longo das lavagens. O aquecimento da água foi proposto com base no processo kraft, que já utiliza água aquecida ao longo de suas etapas. Conforme abordado na fundamentação teórica, ressalta-se que o processo kraft é autossuficiente, demonstrando o potencial da adição de uma etapa de lavagem dos dregs com água aquecida ao final do processo, de maneira que o aquecimento da água seja feito no próprio sistema já existente.

Os parâmetros analisados ao longo do tratamento obtiveram reduções expressivas, com uma queda brusca superior a 98% na condutividade elétrica medida na água remanescente das lavagens, o que indica a redução dos sais solúveis presentes no material e potencial para aplicação em diversos materiais da construção civil. As amostras submetidas a mais lavagens demonstraram estabilidade de seus parâmetros já na 3ª lavagem, evidenciando a eficiência do tratamento proposto com 3 lavagens.

As características físicas dos dregs tratados evidenciaram a redução na presença de finos do material, resultando em um material de maior diâmetro médio. Para uma análise mais aprofundada da área superficial, que quase dobrou em relação aos dregs não tratados, sugere-se submeter o material a uma análise com imagens

em alta definição para verificar a hipótese levantada de que sua superfície ficou mais irregular ao final do tratamento, justificando o aumento identificado nesse parâmetro.

Quanto à aplicação dos dregs como fíler nas misturas betuminosas, os traços contendo os resíduos sólidos tratados atenderam a todos os limites estabelecidos pela norma DNIT 031/2006, com destaque para o traço contendo 4% de dregs, em que foi obtida uma estabilidade média de 635 kgf, ao mesmo tempo que a fluência medida foi inferior à fluência do traço referência do estudo.

Os resultados obtidos com lavagens dos dregs utilizando apenas água no processo de filtração mostram o potencial de aplicação desses resíduos sólidos tratados. Além de ser uma alternativa de material de enchimento para a construção civil, evita a disposição inadequada desses resíduos, trazendo mais sustentabilidade ao setor.

## 5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Ao decorrer do trabalho, foram levantadas hipóteses de diferentes estudos para aprimoração do tema:

- a) testar menores proporções de sólido-líquido para tratamento dos dregs, para avaliar a possibilidade de utilizar menos água no processo;
- b) composição química quantitativa dos dregs, com posterior aplicação do tratamento proposto, a fim de determinar o percentual de redução dos elementos presentes no resíduo sólido;
- c) análise de imagens em alta definição das partículas dos dregs tratados e não tratados, como por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para identificar possíveis mudanças nas partículas do material e correlacionar à caracterização física;
- d) aplicação dos dregs tratados com compostos cimentícios, para avaliar a compatibilidade do material com o cimento Portland.

## REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, H. C. *et al.* Composição química de um resíduo alcalino da indústria de papel e celulose (dregs). **Química Nova**, v. 30, n. 7, p. 1669-1672, 2007.
- ALVES, E. D. *et al.* Estudo do processo de obtenção celulose Kraft com ênfase no forno de cal. **Revista Liberato**, v. 16, n. 26, p. 205–217, 2015.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 10006**: procedimento para obtenção de extrato solubilizado de resíduos sólidos. Rio de Janeiro: ABNT, 2004.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 13281**: argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – requisitos. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 14949**: microrrevestimentos asfálticos – caracterização da fração fina por meio da absorção de azul de metileno. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 6457**: amostras de solo – preparação para ensaios de compactação e ensaios de caracterização. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.
- BALBO, J. T. **Pavimentação asfáltica** – materiais, projeto e restauração. São Paulo: Oficina de Textos, 2007.
- BARDINI, V. S. S.; KLINSKY, L. M. G.; FERNANDES JR., J. L. A importância do fíler para o bom desempenho de misturas asfálticas. **Minerva**, v. 7, n. 1, p. 71-78, 2010.
- BERNUCCI, L. B. *et al.* **Pavimentação asfáltica** – formação básica para engenheiros. Rio de Janeiro: Petrobras: ABEDA, 2006.
- BRASIL. **Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010**. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei no 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Brasília, DF: Presidência da República, 2010. Disponível em: [http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/\\_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm). Acesso em: 18 nov. 2019.
- BURUBERRI, L. H.; SEABRA, M. P.; LABRINCHA, J. A. Preparation of clinker from paper pulp industry wastes. **Journal of Hazardous Materials**, v. 286, p. 252-260, 2015.
- CABRAL, F. *et al.* Use of pulp mill inorganic wastes as alternative liming materials. **Bioresource Technology**, v. 99, n. 17, p. 8294-8298, 2008.
- CALHEIRO, D. **Obtenção de wollastonita a partir de formulação de coprodutos a base de silício e cálcio**. 2018. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, 2018.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM (DNER). **DNER 043-95**: misturas betuminosas a quente – ensaio Marshall. Rio de Janeiro: DNER, 1995.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM (DNER). **DNER 081-98**: agregados – determinação da absorção e da densidade de agregado graúdo. Rio de Janeiro: DNER, 1998.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES (DNIT). **DNIT 031/2006**: pavimentos flexíveis – concreto asfáltico – especificações de serviço. Rio de Janeiro: DNIT, 2006.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES (DNIT). **DNIT 411/2019**: pavimentação – misturas asfálticas – massa específica, densidade relativa e absorção de agregado miúdo para misturas asfálticas – método de ensaio. Rio de Janeiro: DNIT, 2019.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES (DNIT). **DNIT 412/2019**: pavimentação – misturas asfálticas – análise granulométrica de agregados graúdos e miúdos e misturas de agregados por peneiramento – método de ensaio. Rio de Janeiro: DNIT, 2019.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES (DNIT). **DNIT 413/2019**: pavimentação – misturas asfálticas – massa específica, densidade relativa e absorção de agregado graúdo para misturas asfálticas – método de ensaio. Rio de Janeiro: DNIT, 2019.

DUNN, O. J. Multiple comparisons using rank sums. **Technometrics**, v. 6, n. 3, p. 241-52, 1964.

FIBRIA. **O processo de produção da celulose na Fibria – Completo**. 22 out. 2014. 1 vídeo (5 min 49 s). Disponível em: [https://www.youtube.com/watch?v=zIsN\\_Sw5oyM&ab\\_channel=FibriaBrasil](https://www.youtube.com/watch?v=zIsN_Sw5oyM&ab_channel=FibriaBrasil). Acesso em: 10 fev. 2021.

FOELKEL, C. E. B. **Resíduos sólidos industriais do processo de fabricação de celulose Kraft de eucalipto** – parte 05: resíduos minerais. [S.l.]: ABTCP, 2011. Disponível em: [http://www.eucalyptus.com.br/capitulos/PT05\\_residuos.pdf](http://www.eucalyptus.com.br/capitulos/PT05_residuos.pdf). Acesso em: 10 dez. 2020.

FOELKEL, C. E. B.; BARRICHELO, L. E. G. **Tecnologia de celulose e papel**. Piracicaba: Centro Acadêmico Luiz de Queiroz – USP, 1975.

GOMES, L. A. *et al.* Thermal dehydration of urban biosolids with green liquor dregs from pulp and paper mill. **Journal of Environmental Management**, v. 261, 2020.

GUIMARÃES, P. R. B. **Métodos quantitativos estatísticos**. Curitiba, PR: IESDE Brasil, 2012.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES (IBÁ). **Cenários IBÁ** – 4º trimestre 2020. 64. ed. Brasília: IBÁ, 2021. Disponível em: <https://iba.org/datafiles/publicacoes/cenarios/64-cenarios.pdf>. Acesso em: 02 mar 2021.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES (IBÁ). **Dados estatísticos**. Brasília: IBÁ, 2020a. Disponível em: <https://iba.org/dados-estatisticos>. Acesso em: 21 ago 2020.

INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES (IBÁ). **Histórico de desempenho**. Brasília: IBÁ, 2020b. Disponível em: <https://iba.org/historico-de-desempenho>. Acesso em: 21 ago 2020.

KRUSKAL, W. H.; WALLIS, W. A. Use of ranks in one-criterion variance analysis. **Journal of the American Statistical Association**, v. 47, p. 583-621, 1952.

LEVENE, H. Robust tests for equality of variances. *In*: OLKIN, I. (ed.). **Contributions to probability and statistics: essays in honor of Harold Hotelling**. Stanford: Stanford University Press, 1960. p. 278-292.

MÄKITALO, M. *et al.* An evaluation of using various admixtures of green liquor dregs, a residual product, as a sealing layer on reactive mine tailings. **Mine Water and the Environment**, v. 35, n. 3, p. 283-293, 2016.

MARQUES, M. A. *et al.* Potencialidades do uso de resíduos de celulose (dregs/grits) como agregado em argamassas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 16, n. 4, p. 423-431, 2014.

MARTÍNEZ-LAGE, I. *et al.* Concretes and mortars with waste paper industry: Biomass ash and dregs. **Journal of Environmental Management**, v. 181, p. 863-873, 2016.

MARTINS, F. M. *et al.* Mineral phases of green liquor dregs, slaker grits, lime mud and wood ash of a Kraft pulp and paper mill. **Journal of Hazardous Materials**, v. 147, n. 1-2, p. 610-617, 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.01.057>.

MEDINA, J.; MOTTA, L. M. G. **Mecânica dos pavimentos**. 3. ed. Rio de Janeiro: Interciência, 2015.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: microstructure, properties and materials**. 4. ed. Nova Iorque: McGraw-Hill Education, 2014.

MODOLO, R. C. E. *et al.* Pulp and paper plant wastes valorisation in bituminous mixes. **Waste Management**, v. 30, n. 4, p. 685-696, 2010.

MODOLO, R. C. E. **Valorização de resíduos sólidos da indústria de celulose e papel**. 2014. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia do Ambiente) – Universidade de Aveiro, Aveiro, Portugal, 2014.

MÜLLER, L. M. **Durabilidade da argamassa mista de revestimento interno contendo dregs-grits em substituição à areia**. 2012. 70 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

OBIKA, B.; FREER-HEWISH, R. J.; NEWILL, D. Physico-chemical aspects of soluble salt damage to thin bituminous road surfacing. *In*: PRE-CONFERENCE PROCEEDINGS OF INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE IMPLICATIONS OF GROUND CHEMISTRY AND MICROBIOLOGY FOR CONSTRUCTION, Bristol,

1992. **Anais** [...]. Bristol: Universidade de Bristol, 1992. Disponível em: <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.642.1975&rep=rep1&type=pdf>. Acesso em: 16 mar. 2022.

PINTO, S.; PINTO, I. E. **Pavimentação asfáltica**: conceitos fundamentais sobre materiais e revestimentos asfálticos. Rio de Janeiro: LTC, 2015.

POPULATION REFERENCE BUREAU (PRB). **2019 world population data sheet**. Washington, DC: PRB, 17 set. 2019. Disponível em: <https://www.prb.org/worldpopdata>. Acesso em: 18 nov. 2020.

RIBEIRO, A. P. **Avaliação do uso de resíduos sólidos inorgânicos da produção de celulose em materiais cerâmicos**. 2010. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo (USP), São Paulo, 2010.

RIBEIRO, A. S. **Estudo e otimização do processo de produção de gesso reciclado a partir de resíduos da construção civil**. 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.

RODRIGUES, L. R. *et al.* Caracterização de resíduos sólidos da indústria de celulose tipo Kraft visando sua aplicação no desenvolvimento de materiais cerâmicos. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS (CBECiMat)*, 22., 2016, Natal. **Anais eletrônicos** [...]. Natal: Metallum, 2016, p. 750-760. Disponível em: <http://www.metallum.com.br/22cbecimat/anais/PDF/104-057.pdf>. Acesso em: 15 mar. 2021.

SIMÃO, L. *et al.* Wastes from pulp and paper mills – a review of generation and recycling alternatives. **Cerâmica**, v. 64, p. 443-453, 2018.

TORRES, C. M. M. E. *et al.* Dregs and grits from Kraft pulp mills incorporated to Portland cement clinker. **Journal of Material Cycles and Waste Management**, v. 22, n. 3, p. 851-861, 2020.

TUCKEY, J. W. A survey of sampling from contaminated distributions. **Contributions to probability and statistics**, v. 2, p. 448-485, 1960.

UNITED NATIONS STATISTICS DIVISION (UNSD). **Pulp and paper**. *In: UNData*. [S.l.], 2020. Disponível em: <http://data.un.org/Data.aspx?d=FAO&f=itemCode%3a1878>. Acesso em: 17 mar. 2021.

WASTOWSKI, A. D. **Química da madeira**. Rio de Janeiro: Interciência, 2018. *E-book*.

ZANELLA, B. P. **Aproveitamento de resíduos da indústria da celulose e papel em argamassa mista de revestimento interno**. 2011. 66 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil e Ambiental) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil e Ambiental, Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2011.

## APÊNDICE A – RESULTADOS DOS ENSAIOS PRELIMINARES

Tabela 27 – Lavagens com diferentes tempos de agitação

Tempo de agitação	Amostra	Parâmetro	Lavagem		
			1ª	2ª	3ª
1 min	A11	pH	11,66	11,44	10,66
		C.E.	3750	858	214,7
	A12	pH	11,64	11,3	10,66
		C.E.	4140	646	229,2
	A13	pH	11,65	11,37	10,59
		C.E.	3870	854,3	206,5
5 min	A51	pH	11,66	11,42	10,69
		C.E.	4080	728	230,1
	A52	pH	11,68	11,4	10,69
		C.E.	3930	665,4	232,8
	A53	pH	11,62	11,36	10,67
		C.E.	3890	735	222
10 min	A101	pH	11,64	11,33	10,6
		C.E.	3880	770	210,2
	A102	pH	11,61	11,29	10,61
		C.E.	4120	668,8	224
	A103	pH	11,66	11,37	10,59
		C.E.	3930	713,5	205,5

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 28 – Lavagens com diferentes temperaturas

Temperatura	Amostra	Parâmetro	Lavagem		
			1ª	2ª	3ª
Ambiente	A	pH	11,66	11,44	10,66
		C.E.	4750	858	214,7
	B	pH	11,64	11,3	10,66
		C.E.	4140	646	229,2
	C	pH	11,65	11,37	10,59
		C.E.	4670	854,3	206,5
60 °C	D	pH	11,15	10,54	9,51
		C.E.	4250	418,2	117,1
	E	pH	11,27	10,76	9,71
		C.E.	4710	522,9	122,8
	F	pH	11,26	10,74	9,72
		C.E.	4710	510,4	122,6
70 °C	G	pH	11,2	10,73	9,53
		C.E.	4620	571,8	160,9
	H	pH	11,18	10,83	9,83
		C.E.	4650	616,8	131,2
	I	pH	11,18	10,73	9,63
		C.E.	4650	518,4	126,6
80 °C	J	pH	11,12	10,54	9,37
		C.E.	4300	443,4	121,4
	K	pH	11,18	10,63	9,55
		C.E.	4760	494,2	127,3
	L	pH	11,18	10,66	9,55
		C.E.	4430	514,1	121,5

Fonte: Elaborada pela autora.

## APÊNDICE B – RESULTADOS DO TRATAMENTO DOS DREGS

Tabela 29 – Resultados do tratamento com 3 lavagens

Amostra	Massa			pH			Condutividade elétrica		
	1ª	2ª	3ª	1ª	2ª	3ª	1ª	2ª	3ª
A	50	46,25	43,70	10,99	10,79	9,87	3780	566,9	135,0
B	50	46,25	44,18	11,00	10,84	9,95	3930	532,3	146,9
C	50	46,00	43,36	11,00	10,86	9,79	4060	678,5	149,0
D	50	45,93	42,77	10,98	10,81	9,84	3860	598,7	132,2
E	50	45,95	43,66	11,00	10,89	9,96	4160	529,3	141,2
F	50	46,63	42,74	11,13	10,89	9,77	4280	642,2	139,0
G	50	45,09	42,66	11,11	10,84	9,78	4420	504,4	133,7
H	50	43,14	39,20	11,13	10,97	9,87	4420	615,8	145,8
I	50	45,85	42,58	11,08	10,97	9,82	4400	589,8	134,5
J	50	46,30	43,50	11,13	11,09	10,21	4260	669,2	146,9
K	50	45,83	42,94	11,06	10,87	10,07	4220	515,0	119,1
L	50	44,90	42,30	11,12	10,90	9,99	4680	532,9	130,5
M	50	45,50	42,30	11,09	10,87	9,88	4470	495,6	126,5
N	50	46,05	43,52	11,13	10,90	10,02	4530	591,3	126,1
O	50	45,80	43,58	11,12	10,93	9,79	4240	596,3	140,6
P	50	46,02	43,30	11,11	10,94	9,91	4280	621,6	145,4
Q	50	45,27	43,10	11,14	10,91	9,86	4330	542,0	132,4
R	50	46,52	43,69	11,17	10,91	9,88	4780	705,5	164,9
S	50	47,15	44,92	11,16	11,09	9,97	4900	746,7	160,0
T	50	45,73	43,46	11,21	11,05	9,91	5100	682,8	151,1
U	50	46,52	43,25	11,13	10,94	9,69	4690	542,3	139,5
V	50	46,20	44,05	11,14	10,90	9,91	4310	688,2	158,2
W	50	46,56	43,86	11,21	10,95	9,92	3910	712,1	149,7
X	50	46,73	43,05	11,14	10,80	9,68	4040	520,8	134,0
Y	50	46,32	43,76	11,17	10,79	9,72	3830	550,5	135,8
Z	50	46,92	44,97	11,13	10,88	9,84	4230	585,6	138,9
<b>Média</b>		45,98	43,25	11,11	10,91	9,88	4311,92	598,32	140,65
<b>Desvio padrão</b>		0,787	1,066	0,065	0,081	0,118	333,515	72,523	10,901
<b>Coefficiente de variação</b>		1,71%	2,46%	0,59%	0,74%	1,19%	7,73%	12,12%	7,75%

Fonte: Elaborada pela autora.

## APÊNDICE C – RESULTADOS DOS DREGS COM 7 LAVAGENS

Tabela 30 – Resultados do tratamento com 7 lavagens

<b>Amostra</b>	<b>Parâmetro</b>	<b>1ª</b>	<b>2ª</b>	<b>3ª</b>	<b>4ª</b>	<b>5ª</b>	<b>6ª</b>	<b>7ª</b>
C	Massa [g]	50	46	43,36	40,68	38,84	36,47	34,28
	pH	11	10,86	9,79	9,43	9,3	9,19	9,14
	C.E. [ $\mu\text{s/cm}$ ]	4060	678,5	149	86,05	69,29	66,1	68,71
I	Massa [g]	50	45,85	42,58	40,73	38,38	35,25	33,26
	pH	11,08	10,97	9,82	9,54	9,19	9,41	8,98
	C.E. [ $\mu\text{s/cm}$ ]	4400	589,8	134,5	84	79,53	70,85	73,42
J	Massa [g]	50	46,3	43,5	40,09	37,9	35,65	33,83
	pH	11,13	11,09	10,21	9,49	9,22	9,16	9,14
	C.E. [ $\mu\text{s/cm}$ ]	4260	669,2	146,9	88,1	79,72	69,23	72,18
R	Massa [g]	50	46,52	43,69	42,13	40,08	37,95	35,68
	pH	11,17	10,91	9,88	9,63	9,36	9,27	9,16
	C.E. [ $\mu\text{s/cm}$ ]	4780	705,5	164,9	99,8	78,41	73,38	66,4
X	Massa [g]	50	46,73	43,05	41,09	38,64	36,5	34,5
	pH	11,14	10,8	9,68	9,64	9,28	9,22	9,16
	C.E. [ $\mu\text{s/cm}$ ]	4040	520,8	134	86,74	78,9	70,88	65,06

Fonte: Elaborada pela autora.

## APÊNDICE D – RESULTADOS DO ENSAIO MARSHALL

Tabela 31 – Resultados individuais dos corpos de prova

Traço	CP	Øm [mm]	Hm [mm]	V [cm <sup>3</sup> ]	Massa [g]	Peso hidro [g]	Est. Lida	FC	Est. Corr.	Fluência [mm]
REF	REF1	101,5725	59,26	480,20	1180,5	709,7	551	1,15	632,4	4,85
	REF2	101,91	60,59	494,18	1189,95	713,3	804	1,11	889,9	5,48
	REF3	101,65	60,57	491,50	1195,54	716,0	696	1,11	770,8	3,54
	REF4	101,79	59,30	482,58	1189,84	717,9	670	1,15	768,1	3,80
	REF5	101,64	60,75	492,87	1199,63	720,0	608	1,10	670,1	4,80
D2	D21	101,7525	62,27	506,38	1215,45	727,2	560	1,06	592,6	6,37
	D22	101,94	59,76	487,76	1183,42	714,9	571	1,13	646,4	3,47
	D23	101,68	60,92	494,70	1188,83	711,5	543	1,10	595,6	4,17
	D24	101,5225	59,72	483,43	1175,64	703,6	485	1,13	549,7	3,40
	D25	102,20	58,18	477,27	1182,91	706,3	608	1,18	719,3	6,00
D4	D41	101,6925	60,15	488,52	1197,15	720,6	579	1,12	648,6	4,35
	D42	101,8625	60,19	490,52	1189,96	714,3	612	1,12	684,7	6,07
	D43	101,70	60,67	492,79	1189,17	710,4	495	1,10	546,7	2,55
	D44	102,32	61,60	506,47	1189,77	710,2	546	1,08	588,2	3,78
	D45	101,6525	61,11	495,95	1192,22	713,9	650	1,09	709,4	4,03

Fonte: Elaborada pela autora.

## APÊNDICE E – ANÁLISE ESTATÍSTICA

As tabelas a seguir apresentam a análise de homocedasticidade (Saphiro-Wilk e Levene) das variáveis analisadas, seguida da análise de variância por ANOVA ou Kruskal-Wallis. Quando foram identificadas diferenças significativas entre grupos, apresenta-se em sequência a análise de Post-hoc por teste de Tuckey ou teste de Dunn.

Tabela 32 – Análise estatística do tempo de agitação

Efeito	Número lavagem	Variável	Teste	p	Método	Grupo	SQ	DF	MQ	F	p
Tempo de agitação	1	pH	Shapiro-Wilk	0,6378	ANOVA	Entre	0,000467	2	0,000233	0,42	0,675
			Levene	0,2963		Dentro	0,003333	6	0,000556		
						Total	0,0038	8	6,65E-01		
Tempo de agitação	2	pH	Shapiro-Wilk	0,9773	ANOVA	Entre	0,006156	2	0,003078	1,242	0,3537
			Levene	0,5567		Dentro	0,014867	6	0,002478		
						Total	0,021022	8	3,52E-01		
Tempo de agitação	3	pH	Shapiro-Wilk	0,2072	Kruskal-Wallis	H	5,756	-	-	-	0,05226
			Levene	0,02573		Hc	5,903	-	-		
Tempo de agitação	1	C.E.	Shapiro-Wilk	0,3097	ANOVA	Entre	5488,89	2	2744,44	0,1248	0,8849
			Levene	0,4041		Dentro	131933	6	21988,9		
						Total	137422	8	8,64E-01		
Tempo de agitação	2	C.E.	Shapiro-Wilk	0,3045	ANOVA	Entre	10651,2	2	5325,62	0,8514	0,4726
			Levene	0,06542		Dentro	37530,1	6	6255,02		
						Total	48181,3	8	4,87E-01		
Tempo de agitação	3	C.E.	Shapiro-Wilk	0,5963	ANOVA	Entre	371,976	2	185,988	2,178	0,1945
			Levene	0,4925		Dentro	512,367	6	85,3944		
						Total	884,342	8	2,18E-01		

Fonte: Elaborada pela autora.

Tabela 33 – Análise estatística das temperaturas da água

Efeito	Número lavagem	Variável	Teste	p	Método	Grupo	SQ	DF	MQ	F	p
Temperatura	1	pH	Shapiro-Wilk	0,2336	Kruskal-Wallis	H	7,308	-	-	-	0,05573
			Levene	0,01122		Hc	7,572	-	-		
Temperatura	2	pH	Shapiro-Wilk	0,2579	ANOVA	Entre	1,09282	3	0,364275	54,1	1,18E-05
			Levene	0,2762		Dentro	0,053867	8	0,006733		
						Total	1,14669	11	3,39E-03		
Temperatura	3	pH	Shapiro-Wilk	0,3204	ANOVA	Entre	2,47289	3	0,824297	66,21	5,44E-06
			Levene	0,2278		Dentro	0,0996	8	0,01245		
						Total	2,57249	11	5,15E-03		
Temperatura	1	C.E.	Shapiro-Wilk	0,1641	Kruskal-Wallis	H	5,359	-	-	-	0,1449
			Levene	0,02371		Hc	5,397	-	-		
Temperatura	2	C.E.	Shapiro-Wilk	0,2345	ANOVA	Entre	183238	3	61079,4	11,23	0,003067
			Levene	0,06432		Dentro	43500	8	5437,5		
						Total	226738	11	2,37E-03		
Temperatura	3	C.E.	Shapiro-Wilk	0,3516	Kruskal-Wallis	H	8,744	-	-	-	0,0329
			Levene	0,03113		Hc	8,744	-	-		

Fonte: Elaborada pela autora.

Quadro 6 – Análise estatística Post-hoc das temperaturas da água

	AMB-2-pH	60-2-pH	70-2-pH	80-2-pH		AMB-3-pH	60-3-pH	70-3-pH	80-3-pH
AMB-2-pH		0,00003178	0,00008222	0,0000154	AMB-3-pH		0,00002127	0,00002416	0,000007031
60-2-pH	14,56		0,6191	0,7297	60-3-pH	15,37		0,9976	0,3742
70-2-pH	12,81	1,759		0,1799	70-3-pH	15,11	0,2587		0,299
80-2-pH	16,04	1,478	3,237		80-3-pH	17,8	2,432	2,691	
	AMB-2-CE	60-2-CE	70-2-CE	80-2-CE		AMB-3-CE	60-3-CE	70-3-CE	80-3-CE
AMB-2-CE		0,004511	0,02848	0,004517	AMB-3-CE		0,009208	0,2575	0,01742
60-2-CE	7,1		0,5251	1	60-3-CE	0,009208		0,141	0,8208

70-2-CE	5,099	2		0,5257	70-3-CE	0,2575	0,141		0,2129
80-2-CE	7,098	0,001566	1,999		80-3-CE	0,01742	0,8208	0,2129	

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 34 – Análise estatística do tratamento com 3 lavagens

Efeito	Variável	Teste	p	Método	Grupo	SQ	DF	MQ	F	p
Quantidade de lavagens	pH	Shapiro-Wilk	0,0174	Kruskal-Wallis	H	95,62	-	-	-	8,48E-18
		Levene	-		Hc	95,66	-	-	-	
Quantidade de lavagens	C.E.	Shapiro-Wilk	1,6E-12	Kruskal-Wallis	H	96,7	-	-	-	5,18E-18
		Levene	-		Hc	96,7	-	-	-	

Fonte: Elaborada pela autora.

Quadro 7 – Análise estatística Post-hoc do tratamento com 3 lavagens

	pH lav 1	pH lav 2	pH lav 3	pH lav 4	pH lav 5	pH lav 6	pH lav 7	pH lav 8
pH lav 1		0,003151	6,26E-10	0,000004768	3,871E-07	1,935E-07	1,306E-08	8,374E-09
pH lav 2	0,003151		0,001233	0,003758	0,0006782	0,0004179	0,00006114	0,00004431
pH lav 3	6,26E-10	0,001233		0,288	0,118	0,0904	0,02977	0,02454
pH lav 4	0,000004768	0,003758	0,288		0,6992	0,6263	0,3912	0,3598
pH lav 5	3,871E-07	0,0006782	0,118	0,6992		0,9199	0,6376	0,5966
pH lav 6	1,935E-07	0,0004179	0,0904	0,6263	0,9199		0,711	0,6681
pH lav 7	1,306E-08	0,00006114	0,02977	0,3912	0,6376	0,711		0,9536
pH lav 8	8,374E-09	0,00004431	0,02454	0,3598	0,5966	0,6681	0,9536	
	C.E. lav 1	C.E. lav 2	C.E. lav 3	C.E. lav 4	C.E. lav 5	C.E. lav 6	C.E. lav 7	C.E. lav 8
C.E. lav 1		0,001703	3,49E-10	0,000003719	2,455E-07	1,046E-08	6,968E-09	1,464E-07
C.E. lav 2	0,001703		0,001703	0,004449	0,0007273	0,00008111	0,00006081	0,0005108
C.E. lav 3	3,49E-10	0,001703		0,2881	0,1103	0,03085	0,02591	0,09046
C.E. lav 4	0,000003719	0,004449	0,2881		0,6798	0,3971	0,3683	0,6263
C.E. lav 5	2,455E-07	0,0007273	0,1103	0,6798		0,6643	0,6263	0,9409
C.E. lav 6	1,046E-08	0,00008111	0,03085	0,3971	0,6643		0,9578	0,7189
C.E. lav 7	6,968E-09	0,00006081	0,02591	0,3683	0,6263	0,9578		0,6798
C.E. lav 8	1,464E-07	0,0005108	0,09046	0,6263	0,9409	0,7189	0,6798	

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 35 – Análise estatística do tratamento com 7 lavagens

Efeito	Variável	Teste	p	Método	Grupo	SQ	DF	MQ	F	p
Quantidade de lavagens	pH	Shapiro-Wilk	0,02815	Kruskal-Wallis	H	90,19	-	-	-	2,71E-17
		Levene	-		Hc	90,23	-	-	-	
Quantidade de lavagens	C.E.	Shapiro-Wilk	8,60E-12	Kruskal-Wallis	H	91,36	-	-	-	1,58E-17
		Levene	-		Hc	91,37	-	-	-	

Fonte: Elaborada pela autora.

Quadro 8 – Análise estatística Post-hoc do tratamento com 7 lavagens

	pH lav 1	pH lav 2	pH lav 3	pH lav 4	pH lav 5	pH lav 6	pH lav 7
pH lav 1		0,001918	8,148E-11	0,000001531	1,177E-07	6,225E-08	4,273E-09
pH lav 2	0,001918		0,0006856	0,002327	0,0004081	0,0002622	0,00003938
pH lav 3	8,148E-11	0,0006856		0,2642	0,1082	0,08513	0,02906
pH lav 4	0,000001531	0,002327	0,2642		0,7053	0,6403	0,4104
pH lav 5	1,177E-07	0,0004081	0,1082	0,7053		0,9291	0,6563
pH lav 6	6,225E-08	0,0002622	0,08513	0,6403	0,9291		0,7219
pH lav 7	4,273E-09	0,00003938	0,02906	0,4104	0,6563	0,7219	
	C.E. lav 1	C.E. lav 2	C.E. lav 3	C.E. lav 4	C.E. lav 5	C.E. lav 6	C.E. lav 7
C.E. lav 1		0,0009775	4,286E-11	0,000001166	0,00000012	1,221E-08	8,694E-09
C.E. lav 2	0,0009775		0,0009775	0,0028	0,000624	0,0001312	0,0001036
C.E. lav 3	4,286E-11	0,0009775		0,2643	0,1215	0,05097	0,0445

C.E. lav 4	0,000001166	0,0028	0,2643		0,7386	0,5189	0,4905
C.E. lav 5	0,00000012	0,000624	0,1215	0,7386		0,7555	0,7219
C.E. lav 6	1,221E-08	0,0001312	0,05097	0,5189	0,7555		0,9645
C.E. lav 7	8,694E-09	0,0001036	0,0445	0,4905	0,7219	0,9645	

Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 36 – Análise estatística dos pavimentos

Efeito	Variável	Teste	p	Método	Grupo	SQ	DF	MQ	F	p
Estabilidade corrigida	Quantidade de dregs	Shapiro-Wilk	0,9088	ANOVA	Entre	47071,1	2	23535,6	3,741	0,05461
		Levene	0,561		Dentro	75495,3	12	6291,28		
					Total	122566	14	5,19E-02		
Fluência	Quantidade de dregs	Shapiro-Wilk	0,6206	ANOVA	Entre	0,71044	2	0,35522	0,251	0,782
		Levene	0,3529		Dentro	16,9829	12	1,41524		
					Total	17,6934	14	7,77E-01		

Fonte: Elaborada pela autora.