



UFBA

UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
ESCOLA POLITÉCNICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA INDUSTRIAL - PEI

THIAGO FRANCISCO DE SOUZA

AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS NAS INFORMAÇÕES SOBRE
AS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO
DE ARGAMASSAS CIMENTÍCIAS COM LODO DE ETA



SALVADOR, 2025.



THIAGO FRANCISCO DE SOUZA

AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS NAS INFORMAÇÕES SOBRE
AS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO
DE ARGAMASSAS CIMENTÍCIAS COM LODO DE ETA

Tese de doutorado apresentada ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Industrial, da
Universidade Federal da Bahia, como requisito
parcial para a obtenção do grau de doutor.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo de Araújo Kalid

Coorientadores: Prof. Dr. Franco Dani Rico Amado
Prof. Dr. José Renato de Castro Pessôa

SALVADOR, 2025.

S729 Souza, Thiago Francisco de.

Avaliação das incertezas nas informações sobre as resistências à tração na flexão e compressão de argamassas cimentícias com lodo de ETA / Thiago Francisco de Souza. – Salvador, 2025.

193f.: il. color.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo de Araújo Kalid.

Coorientadores: Prof. Dr. Prof. Dr. Franco Dani Rico Amado
Prof. Dr. José Renato de Castro Pessôa.

Tese (doutorado) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia Industrial, Escola Politécnica, Universidade Federal da Bahia, 2025.

1. Argamassa. 2. Cimento. 3. Incerteza - medição. 4. Lodo de ETA. 5. Resistência. I. Kalid, Ricardo de Araújo. II. Amado, Franco Dani Rico. III. Pessôa, José Renato de Castro. IV. Universidade Federal da Bahia. V. Título.

CDD: 620.135

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Bernadete
Sinay Neves, Escola Politécnica – UFBA.

**“AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS NAS INFORMAÇÕES SOBRE AS
RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO DE ARGAMASSAS
CIMENTÍCIAS COM LODO DE ETA”.**

THIAGO FRANCISCO DE SOUZA

Tese submetida ao corpo docente do programa de pós-graduação em Engenharia Industrial da Universidade Federal da Bahia como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de doutor em Engenharia Industrial.

Examinada por:

Prof. Dr. Ricardo de Araújo Kalid _____
Doutor em Engenharia Química pela Universidade de São Paulo (USP), Brasil, 1999.

Documento assinado digitalmente
RICARDO DE ARAUJO KALID
Data: 31/10/2025 15:13:00-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Franco Dani Rico Amado _____
Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Brasil, 2006.

Documento assinado digitalmente
gov.br FRANCO DANI RICO AMADO
Data: 01/11/2025 11:14:45-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. José Renato de Castro Pessoa _____
Doutor em Modelagem Computacional, pela Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), Brasil, 2011.

Documento assinado digitalmente
gov.br JOSE RENATO DE CASTRO PESSOA
Data: 01/11/2025 09:26:38-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Joaquim Teixeira de Assis _____
Doutor em Engenharia Nuclear, pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, 1992

Documento assinado digitalmente

gov.br TATIANE BENVENUTI
Data: 02/11/2025 15:56:51-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dra. Tatiane Benvenuti _____
Doutora em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Brasil, 2017

Documento assinado digitalmente
gov.br WELINGTON FERREIRA DE MAGALHÃES
Data: 02/11/2025 20:49:38-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Wellington Ferreira de Magalhães _____
Doutor em Chimie Nucléaire pelo Université de Strasbourg, França, 1987

Documento assinado digitalmente
gov.br EVERTON JOSE DA SILVA
Data: 01/11/2025 19:58:41-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Everton José da Silva _____
Doutor em Desenvolvimento Regional e Meio Ambiente pela Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Brasil, 2016

Salvador, BA - BRASIL
Outubro de 2025

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema representativo dos processos de uma ETA convencional.	33
Figura 2 - Etapas necessárias para a realização do ensaio de Chapelle Modificado.	55
Figura 3 - (a) Fotos da mesa de espalhamento e de uma mistura após a aplicação dos 30 golpes de queda; (b) indicação das posições onde as 3 medidas de diâmetros foram obtidas; (c) momento da medição de um dos diâmetros com a régua metálica.	59
Figura 4 - Corpos de prova para ensaio de tração na flexão após os procedimentos de atividades preliminares.	63
Figura 5 - (a) máquina universal utilizada nos ensaios de tração na flexão; (b) corpo de prova posicionado no arranjo de ensaio; (c) corpos de prova após a realização dos ensaios (rompidos).	63
Figura 6 - (a) corpo de prova em posição para o início do ensaio de compressão; (b) corpos de prova antes do início do ensaio de compressão; (c) corpos de prova rompidos e descartados em caixas de papelão.	65
Figura 7 - Paquímetro com visor digital utilizado nas medições dos comprimentos dos lados dos corpos de prova.	71
Figura 8 – Ilustração da distância entre os centros dos apoios do arranjo de ensaio.	71
Figura 9 - Momento da medição do lado da seção transversal de um dos corpos de prova.	73
Figura 10 - Chapas auxiliares utilizadas nos ensaios de compressão e determinação das medidas dos lados que ficaram em contato com os corpos de prova.	82
Figura 11 - (a) lodo bruto na estufa elétrica antes da secagem; (b) lodo bruto após a secagem.	97
Figura 12 - Curva de secagem do lodo bruto para os tempos de 6 h, 12 h, 24 h e 48 h em temperatura de aproximadamente 110°C.	98

Figura 13 - (a) lodo seco após moagem em moinho de facas; (b) curva granulométrica do lodo seco após moagem.....	99
Figura 14 - Lodo de ETA após processo de calcinação em forno mufla.	100
Figura 15 - Fluxograma contendo as etapas para a produção das misturas utilizadas na para a moldagem dos corpos de prova.	101
Figura 16 - (a) misturas nos moldes metálicos após processo final de moldagem e vibração; (b) corpos de prova em processo de cura em água saturada de cal.....	102
Figura 17 - TGA do lodo seco.	106
Figura 18 - Difratogramas do lodo seco e do lodo calcinado.	107
Figura 19 – Resultados dos ensaios de Chapelle modificado para o lodos seco e calcinado). As barras pretas são as incertezas expandidas para as probabilidades de abrangência de 90 % e 95 %.	110
Figura 20 - Gráfico dos resultados do índice de consistência das misturas, em mm. As barras pretas são a incerteza padrão para mais e para menos do valor medido.	114
Figura 21 – Gráfico dos resultados de resistências à tração na flexão das misturas. As barras pretas são as incertezas expandidas (para uma PA de 90 %).....	118
Figura 22 - Gráfico dos resultados de resistência à compressão das misturas. As barras pretas são as incertezas expandidas (para uma PA de 90 %).	122

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Distribuições de probabilidades e suas respectivas incertezas padrão.....	43
Tabela 2 - Valores de graus de liberdade vi para a incerteza padrão do Tipo B de uma grandeza de entrada Xi	49
Tabela 3 - Comparaçao quantitativa dos valores de incerteza encontrados em alguns trabalhos (pelos métodos do IE e MMC).....	50
Tabela 4 - Medições de tensão elétrica realizadas nos polos dos disjuntores da máquina universal, a cada 10 minutos, no intervalo de 8 h 30 min às 11 h 30 min...	62
Tabela 5 - Misturas definidas para a produção dos corpos de prova para os ensaios de tração na flexão e compressão.	104
Tabela 6 - Índice de atividade pozolânica (IAP) – relação entre a resistência à compressão da mistura controle e a mistura contendo 25 % de lodo de ETA calcinado (calculada por meio da Equação 10).....	111
Tabela 7 - Resultados dos ensaios de índice de consistência das misturas ...	114
Tabela 8 - Resultados das resistências à tração na flexão.	117
Tabela 9 - Resultados das resistências à compressão.	122
Tabela 10 - Medições diretas para a grandeza força aplicada no centro dos corpos de prova (mistura controle).	126
Tabela 11 - Medições diretas (com as correções da calibração) para a grandeza força aplicada no centro dos corpos de prova (mistura Controle).	126
Tabela 12 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força aplicada no centro do corpo de prova (mistura controle).....	127
Tabela 13 - Medidas repetidas da distância entre os apoios.	130
Tabela 14 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza distância entre os apoios.....	130
Tabela 15 - Medições diretas para a grandeza largura da seção transversal dos corpos de prova (mistura controle).	131

Tabela 16 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza largura da seção transversal do corpo de prova (mistura controle).....	132
Tabela 17 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza resistência à tração na flexão (mistura controle).....	134
Tabela 18 - Coeficientes de contribuição de Kessel de todas as grandezas, para todas as misturas	136
Tabela 19 - Medições diretas para a grandeza força máxima de ruptura (mistura controle)	137
Tabela 20 - Medições diretas (com as correções da calibração) para a grandeza força máxima de ruptura (mistura controle).....	138
Tabela 21 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força máxima de ruptura (mistura controle).....	140
Tabela 22 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força máxima de ruptura (mistura controle) sem considerar as incertezas verificadas em Dhoska <i>et al.</i> (2018)	140
Tabela 23 - Medições diretas para os oito lados das chapas auxiliares (superior e inferior)	142
Tabela 24 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza lado das chapas.	143
Tabela 25 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza área (coeficiente de correlação 0)	144
Tabela 26 - Tabela Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza área (coeficiente de correlação 1).....	145
Tabela 27 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza resistência à compressão (mistura controle).....	146
Tabela 28 - Contribuições de Kessel para as grandezas associadas ao cálculo da resistência à compressão (de todas as misturas).	148
Tabela 29 - Cálculo dos graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada da resistência à tração na flexão (para a mistura controle).....	150

Tabela 30 - Informações utilizadas nos cálculos das incertezas expandidas e seus respectivos valores (para a resistência à tração na flexão)	152
Tabela 31 - Valores mínimos e máximos (obtidos a partir das incertezas expandidas) para as resistências à tração na flexão das misturas.	153
Tabela 32 - Comparação dos resultados das incertezas expandidas calculadas pelos métodos do GUM (com aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) e MMC (ISO-S1) para a resistência à tração na flexão.....	154
Tabela 33 - Cálculo dos graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada da força máxima de ruptura (para a mistura controle).....	155
Tabela 34 – Cálculo dos graus de liberdade efetivos para a grandeza de entrada área das chapas auxiliares.....	155
Tabela 35 – Informações utilizadas nos cálculos das incertezas expandidas e seus respectivos valores (para a resistência à compressão)	156
Tabela 36 – Valores mínimos e máximos (obtidos a partir das incertezas expandidas) para as resistências à compressão das misturas.	156
Tabela 37 – Comparação dos resultados das incertezas expandidas calculadas pelos métodos do GUM (com aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) e MMC (ISO-S1) para a resistência à compressão.	157

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
BIPM	Bureau International des Poids et Mesures
COT	Carbono Orgânico Total
Cal.	Calibração
CP	Cimento Portland
CPs	Corpos de prova
CPI	Cimento Portland comum (sem adições minerais além de gesso)
CPII	Cimento Portland composto
CPII-E	Cimento Portland com escória de alto forno
CPII-Z	Cimento Portland com pozolana
CPII-F	Cimento Portland com fíler calcário
CPIII	Cimento Portland de alto forno rico em escória
CPIV	Cimento Portland pozolânico
DRX	Difração de raio X
EMBASA	Empresa Baiana de Águas e Saneamento
ETA	Estação de tratamento de água
FRX	Espectrometria por Fluorescência de raios X
GUM	Guide to the expression of uncertainty in measurement
HPD	Highest Probability Density Interval
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatísticas
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
IAP	Índice de Atividade Pozolânica
IEC	International Electrotechnical Commission
ISO	International Organization for Standardization
LAMEAI	Laboratório de Medições Experimentais e Avaliação da Incerteza
LETA	Lodo de Estação de Tratamento de Água
LETAC	Lodo de Estação de Tratamento de Água Calcinado
LAMEQ	Laboratório de Materiais e Eletroquímica
LC	Lodo calcinado
LPU	Law of Propagation of Uncertainties
LPI	Lei da Propagação das Incertezas
LS	Lodo seco sem calcinar
MCS	Material cimentício suplementar
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
M1	Mistura contendo cimento, areia, água e 5 % de lodo seco
M2	Mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo seco e Sp
M3	Mistura contendo cimento, areia, água e 10 % de lodo seco
M4	Mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo seco e Sp
M5	Mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo calcinado e Sp
M6	Mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo calcinado e Sp
MMC	Método de Monte Carlo
NA	Não se aplica
NIST	National Institute of Standard and Technology
FDP	Funções densidade de probabilidade
PDF	Probability Density Function
PGRS	Plano de Gestão de Resíduos Sólidos
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
PNSB	Plano Nacional de Saneamento Básico

RAS	Reação álcali-sílica
RBC	Rede Brasileira de Calibração
Repet.	Repetibilidade
Resol.	Resolução
Sp	Aditivo superplastificante para argamassa
TGA	Thermogravimetric analysis
UESC	Universidade Estadual de Santa Cruz

RESUMO: As pesquisas sobre a incorporação de lodo de estação de tratamento de água (lodo de ETA) em argamassas cimentícias têm papel relevante na sustentabilidade ambiental, ao possibilitar o reaproveitamento de resíduos sólidos e reduzir seu descarte inadequado. Este trabalho investigou a incorporação de lodo de ETA, nas formas seca (sem calcinar) e calcinada, em argamassas de cimento Portland, com ênfase nas medições de resistência à tração na flexão e à compressão, bem como na avaliação das incertezas associadas a essas medições. A caracterização do lodo incluiu análise termogravimétrica (TGA), difração de raios X (DRX) e o ensaio de Chapelle Modificado. O DRX indicou alta fração amorfa nas amostras seca e calcinada, e o TGA definiu a temperatura ideal de calcinação em 515°C. O índice de consistência mostrou que a adição de 10 % de lodo reduz significativamente a trabalhabilidade (cerca de 40 %), enquanto a mistura com 5 % e superplastificante manteve consistência equivalente à da argamassa padrão. Nas resistências mecânicas, a adição de 10 % de lodo seco reduziu a resistência à tração na flexão em cerca de 64 % (2,7 MPa → 7,4 MPa controle) e a compressão em 42 % (14,4 MPa → 24,7 MPa controle). Já a mistura com 10 % de lodo calcinado apresentou redução de apenas 4 %, e a com 5 % de lodo calcinado atingiu 30,9 MPa, 25 % superior ao controle, possivelmente em razão da atividade pozolânica confirmada pelos ensaios de IAP (Índice de Atividade Pozolânica) e Chapelle modificado. As incertezas padrão relativas para as resistências à tração na flexão e compressão foram inferiores a 5 %, adequadas para medições realizadas em ambiente laboratorial. A análise dos coeficientes de Kessel indicou a força aplicada no centro dos corpos de prova e a força máxima de ruptura como principais contribuições para as resistências à tração na flexão e compressão, respectivamente. A comparação das resistências, considerando a incerteza expandida, permitiu avaliar a conformidade com normas técnicas e a viabilidade de uso das misturas em diferentes aplicações. O estudo reforça a importância da avaliação metrológica das incertezas em ensaios mecânicos, assegurando maior confiabilidade e rastreabilidade aos resultados experimentais de argamassas com lodo de ETA.

Palavras-chave: argamassas cimentícias; Lodo de ETA; resistência à tração na flexão; resistência à compressão; incerteza de medição.

ABSTRACT: Research on the incorporation of water treatment plant sludge (WTS) into cementitious mortars plays an important role in environmental sustainability by enabling the reuse of solid waste and reducing improper disposal. This study investigated the incorporation of WTS, in both dried (uncalcined) and calcined forms, into Portland cement mortars, with emphasis on the measurement of flexural and compressive strengths, as well as on the evaluation of the uncertainties associated with these measurements. The sludge characterization included thermogravimetric analysis (TGA), X-ray diffraction (XRD), and the Modified Chapelle test. The XRD results indicated a high amorphous fraction in both dried and calcined samples, while the TGA defined 515 °C as the ideal calcination temperature. The consistency index showed that adding 10 % WTS significantly reduced workability (by about 40 %), whereas the mixture with 5 % WTS and superplasticizer maintained a consistency similar to that of the standard mortar. Regarding mechanical performance, the addition of 10 % dried WTS reduced flexural strength by approximately 64 % (2.7 MPa → 7.4 MPa control) and compressive strength by 42 % (14.4 MPa → 24.7 MPa control). The mixture with 10 % calcined WTS showed only a 4 % reduction, and the mixture with 5 % calcined WTS reached 30.9 MPa, about 25 % higher than the control, possibly due to the pozzolanic activity confirmed by the Pozzolanic Activity Index (PAI) and Modified Chapelle tests. The relative standard uncertainties for flexural and compressive strengths were below 5 %, consistent with laboratory measurement conditions. The analysis of the Kessel coefficients indicated that the applied load at the center of the specimens and the maximum failure load were the main contributors to the flexural and compressive strengths, respectively. The comparison of strength results, considering the expanded uncertainty, allowed the assessment of conformity with technical standards and the feasibility of using the mixtures in different applications. The study reinforces the importance of the metrological evaluation of uncertainties in mechanical tests, ensuring greater reliability and traceability of the experimental results of mortars incorporating WTS.

Keywords: cementitious mortar; WTP sludge; flexural tensile strength; compressive strength; measurement uncertainty.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
2	OBJETIVO GERAL	26
2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	26
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
3.1	DIFERENTES TIPOS DE CIMENTO	28
3.2	MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES (MCS)	29
3.3	RESÍDUOS DAS ESTAÇÕES DE TRATAMENTO DE ÁGUA	31
3.3.1	Tratamento de água e geração do lodo de ETA	32
3.4	CARACTERÍSTICAS GERAIS E DISPOSIÇÃO FINAL DO LODO DE ETA	33
3.5	COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM LODO DE ETA	34
3.5.1	Argamassa cimentícia com do lodo de ETA	37
3.5.2	Importância das características mineralógicas do lodo de ETA na construção civil	38
3.6	AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÕES	40
3.6.1	Incerteza padrão de medição	42
3.6.2	Incerteza expandida de medição	47
4	MATERIAIS E MÉTODOS	52
4.1	MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: SECAGEM E MOAGEM DO LODO BRUTO E CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA DO LODO SECO	53
4.2	MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: DIFRATOMETRIA DE RAIO X (DRX) DO LODO SECO	53
4.3	MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE TGA DO LODO SECO	54

4.4 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO FIXADO (MÉTODO CHAPELLE MODIFICADO) E ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP).....	54
4.5 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: PRODUÇÃO DAS MISTURAS (ARGAMASSAS CIMENTÍCIAS COM LODO DE ETA)	56
4.6 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA	58
4.7 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE TRAÇÃO NA FLEXÃO	59
4.8 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE COMPRESSÃO	64
4.9 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO NA FLEXÃO.....	66
4.9.1 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza carga aplicada no centro do corpo de prova (<i>Ffi</i>).....	67
4.9.2 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza distância entre os apoios (<i>L</i>)	70
4.9.3 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza lado da seção transversal (<i>bi</i>)	73
4.9.4 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (<i>Rfi</i>)	75
4.9.5 Coeficiente de contribuição de Kessel para a resistência à tração na flexão (<i>Rfi</i>).....	77
4.10 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO.....	77
4.10.1 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza força máxima de ruptura (<i>Fci</i>)	77
4.10.2 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza área das chapas auxiliares (<i>A</i>).....	81

4.10.3 Incerteza padrão para a grandeza <i>Rci</i>	84
4.10.4 Coeficientes de contribuição de Kessel para a resistência à compressão (<i>Rci</i>)	85
4.11 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PARA O ENSAIO DE CHAPELLE MODIFICADO	86
4.11.1 Incerteza padrão para as grandesas <i>V3, V2, Vs, m2, MCa(OH)2 e CHCl</i>	87
4.11.2 Incerteza padrão combinada (grandeza <i>ICa(OH)2</i>)	90
4.12 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PARA O ENSAIO ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (<i>IAPLETAC</i>)	91
4.13 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA O ENSAIO ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA	92
4.14 INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS RESULTADOS DAS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO	93
4.15 PLANILHA COM CÁLCULOS DOS VALORES NUMÉRICOS DAS GRANDEZAS E SUAS INCERTEZAS	94
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	96
5.1 SECAGEM E MOAGEM DO LODO DE ETA	97
5.2 PRODUÇÃO DAS MISTURAS	100
5.3 TGA DO LODO SECO	105
5.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) PARA O LODO SECO E CALCINADO.....	107
5.5 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO FIXADO (CHAPELLE MODIFICADO) E ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP).....	109
5.6 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA DAS MISTURAS	113
5.7 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO	117
5.8 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	121

5.9 DISCUSSÕES A CERCA DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO	124
5.9.1 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza carga aplicada no centro dos corpos de prova (F_{fi}) - mistura controle	125
Fonte: próprio autor.....	126
5.9.2 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza distância entre os apoios (L) - mistura controle	129
5.9.3 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza largura da seção transversal do corpo de prova (bi) - mistura controle	131
5.9.4 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (R_{fi}) - mistura controle	133
5.9.5 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (R_{fi}) - misturas M1 à M6	135
5.10 DISCUSSÕES SOBRE A INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO	136
5.10.1 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza força máxima de ruptura (F_{ci}) - mistura controle	137
5.10.2 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza área das chapas auxiliares (A) - mistura e controle	141
5.10.3 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza R_{ci} (mistura controle).....	146
5.10.4 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à compressão (R_{ci}) - misturas M1 à M6.....	147
5.11 DISCUSSÕES SOBRE A INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS RESULTADOS DAS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO.....	148
5.11.1 Cálculo e resultados da incerteza expandida (resistência à tração na flexão).....	150

5.11.2 Cálculo e resultados da incerteza expandida (resistência à compressão).....	154
6 CONCLUSÕES.....	159
7 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	165
8 PRINCIPAIS CONTRIBUIÇÕES DESTA PESQUISA.....	167
9 REFERÊNCIAS	169

APÊNDICES

APÊNDICE A - Artigo de Souza et al. (2024)	184
APÊNDICE B – Artigo de Souza et al. (2025)	185
APÊNDICE C - Resultados brutos de todos os ensaios de resistência à tração na flexão e compressão (para todas as misturas).....	186
APÊNDICE D - Planilhas com os cálculos fenomenológicos, estatísticos e metrológicos utilizadas na avaliação da incerteza das grandezas resistências à tração na flexão (TF) e compressão (de todas as misturas)	187
APÊNDICE E - Dedução da função de medição (FM) da resistência à tração na flexão (TF)	188
APÊNDICE F - Resultados da simulação de Monte Carlo (SMC) utilizando a calculadora do NIST	189
APÊNDICE G – Comprovação da coordenação do Laboratório de Medições Experimentais e Avaliação da Incerteza (LAMEAI)	190

ANEXOS

ANEXO 1 - Ficha técnica do Cimento Portland CP IV	191
ANEXO 2 - Relatório de calibração do paquímetro digital e do termo-higrômetro	192
ANEXO 3 - Relatório de calibração da máquina universal de ensaios.....	193

1 INTRODUÇÃO

A substituição parcial do cimento em materiais compósitos cimentícios surge como uma opção promissora para os materiais de construção. Esse interesse é motivado pelas elevadas emissões de CO₂ geradas no processo de fabricação do cimento, sendo esse o principal gás causador do aquecimento global (Daza-Marques *et al.*, 2024; Scrivener; Jhon, 2020). Estima-se que, em média, a produção do cimento Portland (CP) seja responsável por cerca de 7 % das emissões globais de CO₂ (Daza-Marques *et. al.*, 2024). Projeta-se que a produção de cimento Portland comum (sem pozolanas) dobre até 2050, o que torna necessário adotar medidas para alterar essa tendência (Daza-Marques *et al.*, 2024; Pinto *et al.* 2020). Nesse contexto, materiais cimentícios suplementares (MCS), como cinzas volantes e escória de alto-forno, vêm sendo empregados como substitutos parciais do CP, cujo foco está na fabricação de materiais de construção, tanto estruturais, quanto não estruturais, como argamassas e concreto (Santos; 2024; Daza-Marques *et al.*, 2024; Gomes *et al.*, 2020; Gomes *et al.*, 2019; Lothenbach; Scrivener, 2011). Nesse contexto, o lodo de estação de tratamento de água tem ganhado atenção como um potencial material cimentício suplementar (MCS) devido a sua capacidade de melhorar a sustentabilidade na construção civil. Como um potencial MCS, o lodo pode ser utilizado para substituir parte do cimento em argamassas e concretos, oferecendo benefícios ambientais e técnicos.

As estações de tratamento de água (ETA) são fundamentais para purificar a água destinada ao consumo e ao uso industrial, assegurando melhor qualidade de vida para a sociedade. No entanto, o processo de tratamento gera uma quantidade considerável de lodo, o que impõe desafios em termos de descarte e gestão ambiental desse material. Composto por sólidos suspensos, matéria orgânica e compostos inorgânicos, o lodo é geralmente removido da água através de processos como coagulação, sedimentação, filtração ou tratamentos químicos (He *et al.*, 2024; Zhou *et al.*, 2024). Os métodos mais adotados para o descarte do lodo de ETA são a sua disposição em aterros sanitários ou incineração, o que levam a preocupações ambientais e financeiras, como a liberação de gases de efeito estufa, contaminação por chorume e até a falta de espaço nos aterros (Daza-Marquez *et al.*, 2024). Por esse motivo, pesquisas estão sendo realizadas em todo o mundo, sendo o principal foco

da maioria delas a avaliação do impacto do lodo de ETA nas propriedades físicas, químicas, microestruturais ou mecânicas.

Uma abordagem promissora é a calcinação do lodo de ETA, que consiste em aquecer o material a altas temperaturas em um ambiente controlado, promovendo a conversão da matéria orgânica e a eliminação do teor de água e posterior incorporação ao CP (Gomes *et al.*, 2022; Ruviaro *et al.*, 2019).

Devido as suas propriedades pozolânicas, o lodo de ETA calcinado pode ser considerado um material cimentício suplementar (MCS), e quando substituídos em pequenas quantidades (no máximo 10 %) em concreto e argamassas pode contribuir na melhora de algumas suas propriedades mecânicas e durabilidade (He *et al.*; 2024; Santos *et al.*, 2024; Gomes *et al.*, 2020). Esse ganho é atribuído à atividade pozolânica que o lodo adquire após ser tratado termicamente, característica que está associada ao teor de SiO_2 e Al_2O_3 presente no lodo calcinado (Chang *et al.*, 2020; González *et al.*, 2020; Gomes *et al.*, 2022). De acordo com Daza-Marques *et al.* (2024), “esses óxidos melhoram a formação de produtos de hidratação secundária ao reagir com os cristais de portlandita, que se desenvolve como consequência da hidratação do cimento Portland”. Tendo em vista que as proporções de produtos químicos e a qualidade da água podem variar nas ETA, é importante avaliar a presença dos tipos de óxidos e realizar a sua quantificação. De acordo com a ABNT NBR 12653/2015a, para que o material seja considerado pozolânico de classe N (natural) os requisitos químicos são: $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 \geq 70\%$ e $\text{SO}_3 \leq 4\%$; perda ao fogo $\leq 10\%$ e ácalis disponíveis em $\text{Na}_2\text{O} \leq 1,5\%$. Já os requisitos físicos são: material retido na peneira de $45\text{ }\mu\text{m} < 20\%$; índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias $\geq 90\%$; e atividade pozolânica com cal aos sete dias $\geq 6\text{ MPa}$. Na pesquisa de Ruviaro *et al.* (2020), mesmo para o lodo *in natura* (sem calcinar), o somatório de SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 ficou acima de 82 %, o que já atende a recomendação normativa, indicando que mesmo o lodo *in natura* tem potencial pozolânico. Em relação aos requisitos físicos, Ruviaro *et al.* (2020) analisaram apenas o índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias, cujo resultado (114 %) aponta que mesmo com 25 % de lodo de estação de tratamento de água os valores obtidos são superiores aos da mistura de referência.

Diferentes pesquisas associadas à utilização do lodo de ETA (principalmente calcinado) em materiais de construção são verificadas na literatura. Wen *et al.* (2019)

estudaram o uso de lodo de ETA combinado cinzas de casca de arroz na produção de geopolímeros não cimentícios. Por análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV), os autores observaram uma melhora na distribuição do tamanho dos poros, que teve como consequência principal a aperfeiçoamento da microestrutura interna do material. Nakic (2020) incorporou lodo de ETA em misturas de concreto. De acordo com esse autor, a incorporação do lodo de ETA calcinado permite reduzir em até 9 % as emissões de CO₂ oriundas do processo produtivo do cimento Portland, o que pode contribuir para a redução global de até dez mil toneladas de CO₂ por ano.

No que diz respeito a incorporação do lodo de ETA em argamassas cimentícias, achados da literatura apontam para uma melhora nas propriedades mecânicas das misturas de argamassas, principalmente em testes de resistência à compressão. No geral, observa-se que as temperaturas de calcinação recomendadas variam de 600°C até 900°C (Daza-Marques *et al.*, 2024; Gomes *et al.*, 2020; Gomes *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2021; Pham *et al.*, 2021; Naamane *et al.*, 2016; Nimwinya *et al.*; 2016). No entanto, uma limitação de muitas das aplicações de lodos de ETA como materiais de construção envolve o tratamento térmico (calcinação) a alta temperatura e, portanto, o elevado gasto de energia elétrica durante o processo (Tantawy, 2015; Geraldo; Fernandes; Camarini, 2017; Gomes, 2020). Nesta tese, a definição da calcinação do lodo de ETA a uma temperatura de 515°C pelo tempo de 1 h (detalhes na seção de metodologia) tem um viés conservador, pois ao mesmo tempo que aponta para remoção da matéria orgânica e a desidratação de hidroxilas, leva em consideração o menor consumo de energia do processo de calcinação. Além disso, a perda de massa a temperaturas acima de 600°C é mínima, o que indica que realizar a calcinação acima dessa temperatura pode não trazer benefícios consideráveis no que tange a remoção de água estrutural ou decomposição adicional da matéria orgânica (Gastaldini *et al.*, 2015).

Como mostrado nos parágrafos anteriores desta introdução, quase todos os estudos apontam para a viabilidade do lodo de ETA como um potencial MCS, uma vez que certas propriedades dos materiais estudados podem ser melhoradas. No entanto, a incorporação do lodo de ETA como enchimento (sem a substituição parcial de nenhum componente da argamassa) nas misturas pode ser mais uma solução viável para garantir o descarte adequado desse resíduo. Isso não apenas melhora o

potencial de reutilização do lodo de ETA, mas também aumenta o rendimento geral da mistura, podendo então favorecer a sustentabilidade nos projetos de construção.

O foco principal da presente pesquisa é a avaliação da resistência à compressão e tração na flexão de argamassas com lodo de ETA (incorporado como enchimento), por se tratar de duas das principais propriedades de argamassas cimentícias. Nos trabalhos citados nos parágrafos anteriores, foram realizadas medições experimentais para avaliação dessas duas propriedades mecânicas. No entanto, apesar de se observar algum tipo de tratamento estatístico nesses trabalhos oriundos da literatura, em nenhum deles verifica-se a presença da avaliação das incertezas das medições experimentais. A interpretação das medições experimentais sem a avaliação de suas incertezas é incompleta. Em qualquer procedimento de medição de uma grandeza física, o resultado será uma estimativa do seu valor verdadeiro. Portanto, é necessário indicar quantitativamente as incertezas associadas a essa estimativa para avaliar a qualidade do resultado da medição (Martins *et al.*, 2010).

Independentemente do tipo de pesquisa ou trabalho, o cálculo e análise das incertezas associadas às medições é de reconhecida importância quando se deseja atribuir confiabilidade aos resultados quantitativos (BIPM, *et al.*, 2012a; BIPM, *et al.*, 2012b). O resultado da medição de uma grandeza física deve vir sempre acompanhado de uma indicação que seja representativa da sua qualidade, função exercida pela incerteza de medição, de modo que, sem essa indicação, não é possível avaliar a credibilidade do resultado (BIPM *et al.*, 2012a). É sempre necessário então a aplicação de um procedimento que seja capaz de caracterizar a qualidade do resultado de uma medição, ou seja, avaliar e expressar a sua incerteza (BIPM, *et al.*, 2012a). Logo, para se ter credibilidade, o resultado de uma medição deve sempre vir acompanhado por sua incerteza, e declará-la faz parte da conduta ética do profissional (BIPM *et al.*, 2012a; BIPM *et al.*, 2012b; Almeida *et al.*, 2011; Albertazzi; Sousa, 2008; Souza *et al.*, 2024).

Em Souza *et al.* (2024) é apresentado um método para a avaliação da incerteza padrão em medições experimentais de densidades mássicas de paralelepípedos de aço. Os autores propõem sete etapas para a avaliação e correta expressão da incerteza padrão das densidades mássicas, à luz do guia GUM (BIPM *et al.*, 2012a). De acordo com os autores, apesar de o método ser empregado nas medições experimentais de densidades mássicas, é possível realizar adaptações e aplicar a

qualquer tipo de medições experimentais, desde que todas as fontes de incerteza sejam avaliadas de maneira correta. Já os resultados apresentados em Souza *et al.* (2025) constituem uma parcela dos resultados desta tese de doutorado, especificamente relacionados com a seção de avaliação da incerteza padrão da resistência à compressão.

Os trabalhos de Souza *et al.* (2024) e Souza *et al.* (2025) foram realizados a partir de medições experimentais realizadas no Laboratório de Medições Experimentais e Avaliação da Incerteza (LAMEAI) da Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), sendo o pesquisador dessa tese de doutorado o coordenador atual desse laboratório. Esses trabalhos (disponíveis para leitura nos Apêndices A e B) são frutos das atividades do doutoramento, cujo foco foi voltado para a consolidação da aprendizagem dos conceitos e procedimentos relacionados à avaliação da incerteza de medição.

De modo geral, a revisão apresentada permitiu compreender os principais aspectos relacionados aos materiais cimentícios e às possibilidades de incorporação de resíduos em matrizes à base de cimento. A análise dos diferentes tipos de cimento e dos materiais cimentícios suplementares evidenciou a importância de compreender a influência de cada componente sobre as propriedades físicas e mecânicas das argamassas. Observou-se também que o lodo proveniente das ETA apresenta composição mineralógica variada, podendo atuar como fíler ou material de enchimento, com potencial de contribuir para a compacidade e o desempenho mecânico das misturas. Nesse contexto, torna-se essencial avaliar não apenas o comportamento mecânico das argamassas contendo lodo de ETA, mas também a confiabilidade dos resultados obtidos nos ensaios. Assim, a presente pesquisa tem como objetivo avaliar o impacto da incorporação do lodo de ETA (como enchimento) em argamassas cimentícias, com foco na avaliação das incertezas das medições experimentais das resistências à tração na flexão e compressão, de forma a contribuir para o entendimento da influência desse resíduo e para o aprimoramento da análise metrológica em materiais cimentícios.

2 OBJETIVO GERAL

Avaliar o impacto da incorporação do lodo de ETA (como enchimento) em argamassas cimentícias, com foco na avaliação das incertezas das medições experimentais das resistências à tração na flexão e compressão.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obter um processo de reciclagem do lodo de ETA com foco no menor consumo energia elétrica, visando uma alternativa sustentável para o aproveitamento desse resíduo;
- Realizar a caracterização do lodo de ETA por (TGA) e (DRX);
- Verificar a influência da incorporação do lodo de ETA no índice de consistência das argamassas;
- Comprovar o potencial pozolânico do lodo de ETA calcinado a partir dos resultados obtidos nos ensaios de Chapelle modificado e índice de atividade pozolânica (IAP);
- Identificar e quantificar as principais fontes de incertezas nas medições experimentais das resistências à tração na flexão e à compressão, conforme as diretrizes do GUM (BIPM *et al.*, 2012a);
- Determinar as contribuições das variáveis experimentais – repetibilidade, instrumental e preparo das amostras – para a incerteza padrão de medição das resistências;
- Calcular e interpretar as incertezas expandidas associadas às resistências medidas, avaliando a conformidade dos resultados com os valores de referência normativos de algumas aplicações da construção civil.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O cimento Portland possui uma vasta aplicação em diversas áreas da engenharia, pois é um material com propriedades cimentantes bem definidas, tendo ampla utilização devido a facilidade de lançamento, disponibilidade e principalmente pelo baixo custo (Nonat, 2014; Ruviaro, 2019). Por ser um pó fino e com propriedades aglomerantes, o cimento Portland endurece sob a ação da água e permanece estável após seu endurecimento, até mesmo se submetido novamente à ação da água (Metha; Monteiro, 2014; Ruviaro, 2019). É considerado um aglomerante hidráulico, cuja obtenção ocorre por meio da queima à temperatura de clinquerização de uma mistura formada por silicatos de cálcio hidráulicos cristalinos, sulfato de cálcio e cerca de 5 % de calcário oriundo de moagem (Mehta; Monteiro, 2014; Neville, 2016; Ruviaro, 2019). Os cimentos do tipo Portland são mais adequados para ambientes externos devido à sua maior resistência à ação prolongada da água em comparação com ligantes aéreos (Metha; Monteiro, 2014; Santos, 2024).

Os principais constituintes do cimento Portland são: cal (CaO), sílica (SiO_2), alumina (Al_2O_3), óxido de ferro (Fe_2O_3), magnésia (MgO), este último adicionado para regular o tempo de pega (início de endurecimento) do cimento, além de outros compostos em quantidades em menores (Ruviaro, 2019). O processo de produção do cimento tem início com a extração e moagem do calcário, com posterior adição de argilas e aditivos como CaO , SiO_2 , Al_2O_3 e Fe_2O_3 . Após procedimentos de homogeneização, a mistura é calcinada em forno rotativo com temperatura controlada, geralmente acima de 1450°C , dando origem ao clínquer (Metha; Monteiro, 2014; Neville, 2016). Adições minerais como escória e pozolanas podem ser adicionados nas misturas, o que gera diferentes especificações de cimento, cuja composição é que vai definir a “qualidade” final e possíveis aplicações do cimento (Nonat, 2014; Ruviaro, 2019).

Outro fator importante que afeta de maneira direta a reatividade e as propriedades finais do cimento Portland é a finura, que é uma característica física ligado ao processo de moagem clínquer do cimento em moinho de bolas. Após a moagem, a finura é determinada por meio de análise granulométrica ou da superfície específica dos grãos (Ruviaro, 2019). A forma de distribuição dos grãos, verificada na análise granulométrica, impacta no desenvolvimento da resistência à compressão do

cimento Portland (Battagin, 2011; Ruviaro, 2019). Quanto mais finos os grãos de cimento, maior será a velocidade de evolução da resistência mecânica. Além disso, a finura interfere nas propriedades e características da mistura em estado fresco: trabalhabilidade, coesão e redução de exsudação (Mehta; Monteiro, 2014).

3.1 DIFERENTES TIPOS DE CIMENTO

No Brasil, os cimentos são classificados principalmente com base na composição, resistência e propriedades específicas, conforme as normas da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT). Os principais tipos incluem o Cimento Portland Comum (CP I), sem adições minerais além do gesso; o Cimento Portland Composto (CP II), que pode ser CP II-E (com escória de alto-forno), CP II-Z (com pozolana) ou CP II-F (com filer calcário); o Cimento Portland de Alto-Forno (CP III), rico em escória; e o Cimento Portland Pozolânico (CP IV), que incorpora pozolana, conferindo maior resistência química e durabilidade às estruturas (ABCP, 2002). Nesta pesquisa, foi utilizado o cimento Portland do tipo CP IV, por conta das adições minerais que esse tipo de cimento possui. Devido à adição de material pozolânico em sua composição, o seu uso oferece alguns benefícios, tais como (ABCP, 2002; Metha e Monteiro, 2014):

- Durabilidade elevada: O cimento CP IV tem maior resistência a ambientes agressivos, como os que contêm sulfatos, ácidos ou cloretos, devido à reação pozolânica. Isso o torna ideal para obras expostas a condições adversas, como regiões costeiras ou locais com solo ácido.
- Baixa permeabilidade: O cimento Portland CP IV apresenta menor porosidade, o que reduz a permeabilidade ao longo do tempo. Isso significa que ele oferece melhor proteção contra a penetração de água e outras substâncias que possam comprometer a durabilidade do concreto.
- Redução do calor de hidratação: O cimento CP IV gera menos calor durante o processo de hidratação, o que é vantajoso em grandes volumes de concreto, como barragens e fundações maciças, pois ajuda a evitar a formação de fissuras térmicas.

- Maior resistência ao longo do tempo: Embora o cimento CP IV possa ter uma resistência inicial um pouco menor em comparação com outros tipos de cimento, ele desenvolve maior resistência ao longo do tempo, o que pode ser uma vantagem em projetos de longo prazo.

Além dos benefícios listados acima, outro benefício da utilização do cimento CP IV é a sustentabilidade ambiental. A presença de pozolanas, que são subprodutos industriais, reduz a quantidade de clínquer (um dos principais componentes do cimento), o que diminui as emissões de dióxido de carbono (CO_2) durante a produção. Isso faz com que o CP IV seja uma opção mais sustentável em termos ambientais. Em projetos de pesquisa envolvendo a utilização de resíduos que possuem algum tipo de matéria orgânica, o uso do cimento CP IV pode contribuir para uma maior durabilidade dos compósitos. Isso porque, durante o processo de hidratação, as pozolanas presentes nesse tipo de cimento consomem o hidróxido de cálcio, que é o principal agente degradante da matéria orgânica no interior da matriz cimentícia.

3.2 MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES (MCS)

O estado da arte sobre o uso do lodo de ETA em compósitos de matriz cimentícia é robusto no que tange o seu estudo como potencial MCS. Por isso, mesmo que para fins de comparação indireta, são apresentados nessa tese alguns dos principais estudos sobre MCS (esta seção) e, também, sobre o potencial uso do lodo de ETA como MCS (seções 3.5 e 3.5.1).

Adições minerais, tais como cinzas volantes, escória granulada de alto forno, argilas calcinadas e pozolanas naturais, têm sido convenientemente chamadas de materiais cimentícios suplementares (MCS) ou materiais cimentantes suplementares, devido aos benefícios atrelados à sua utilização como material que pode substituir parcialmente o cimento Portland (Mehta; Monteiro, 2014; Juenger; Siddique, 2015; Ruviaro, 2019). De acordo com Mehta e Monteiro (2014), as adições minerais, que são usualmente materiais inorgânicos, são acrescentadas em quantidades relativamente grandes, de 20 % a 70 % da massa do material cimentício, somando ou

substituindo parcialmente o cimento, dependendo das propriedades desejadas. As adições minerais podem interagir quimicamente ou fisicamente com o cimento, dependendo da granulometria, da composição química e da estrutura cristalina das mesmas (Isaia, 2017).

No período de 2003 para 2010, a diminuição de clínquer em decorrência da utilização de MCSs caiu de 85 % para 77 %, respectivamente (Schneider *et al.*, 2011; Ruviaro, 2019). De acordo com o ROADMAP (2019), a produção de cimentos com adições ao clínquer, de materiais como escórias de alto forno, cinzas volantes e argilas calcinadas, além de diversificar as aplicações e características específicas do cimento, representa uma solução ambientalmente correta para subprodutos de outros processos produtivos e para a preservação de recursos naturais não renováveis. No período de 1990 a 2014, ainda de acordo com o ROADMAP (2019), “conseguiu-se reduzir a relação clínquer/cimento de 80 % para 67 %, alcançando um dos maiores teores de uso de adições no mundo”.

De acordo com sua ação físico-química, as adições minerais podem ser classificadas como materiais cimentantes, não-reativos (fíler) ou pozolânicos (Dal Molin, 2005; Ruviaro, 2019). No entanto, Mehta e Monteiro (2014) afirmam que algumas adições minerais podem ser tanto cimentantes quanto pozolânicas. De forma parecida com o cimento Portland, o material cimentante necessita de água para formar produtos hidratados, como o silicato de cálcio (C-S-H). Dal Molin (2005) explica em seu trabalho que a auto-hidratação dos materiais cimentantes geralmente ocorre de forma lenta, formando uma quantidade de produtos cimentantes insuficientes, por isso seu uso não se dá de forma isolada, mas sim em substituição parcial do cimento.

Já as pozolanas são materiais silicosos ou sílico-aluminosos, que sozinhos possuem nenhum ou pequeno valor cimentante, porém quando finamente dividido e em presença de umidade, reage quimicamente com o hidróxido de cálcio à temperatura ambiente para formar compostos que possuem propriedades cimentantes (Ruviaro, 2019; Mehta; Monteiro, 2014, Battagin, 2011). As pozolanas são ativadas ou se combinam com o hidróxido de cálcio liberado nas reações de hidratação do clínquer, “originando compostos com propriedades ligantes” (Ruviaro, 2019). Já as cargas calcárias proporcionam melhor compacidade e trabalhabilidade dos concretos e argamassas e, em menor escala, também formam produtos hidratados (Ruviaro, 2019; Battagin, 2011).

Considerando a diversidade de materiais que podem atuar como adições minerais, os resíduos provenientes de estações de tratamento de água também podem ser analisados sob essa perspectiva. A presença de compostos minerais e a granulometria do lodo de ETA sugerem potencial para atuar como fíler ou material cimentício suplementar, justificando sua investigação como adição em argamassas.

3.3 RESÍDUOS DAS ESTAÇÕES DE TRATAMENTO DE ÁGUA

Por conta das regulamentações ambientais, o processo que envolve o tratamento e a disposição do lodo oriundo de Estações de Tratamento de Água (ETA) tem passado por consideráveis transformações. Devido ao crescente apelo da comunidade internacional para a adoção de atitudes que contribuam com a preservação do meio ambiente, a abordagem antiga de descarte do lodo de ETA em corpos d'água está cada vez mais restrita (Santos, 2024). De acordo com Richter (2001), nos EUA, por exemplo, desde 1972 o lodo proveniente de ETA foi classificado com resíduo industrial, e seu descarte em corpos d'água está sujeito a restrições legais. No Brasil, a gestão do lodo proveniente de Estações de Tratamento de Água (ETA) é regida pela Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), estabelecida pela Lei nº 12.305/2010. A PNRS cria um marco regulatório para a gestão de resíduos sólidos no Brasil, promovendo a proteção ambiental e a sustentabilidade. De acordo com a PNRS, o lodo de ETA é classificado como resíduo sólido não perigoso, mas essa classificação pode variar em função dos contaminantes presentes. Ainda com base na PNRS, as ETA, os municípios e as empresas envolvidas no tratamento e destinação de resíduos devem trabalhar de maneira integrada para garantir que o lodo seja gerido de forma segura e sustentável. Além disso, a PNRS também obriga que as empresas responsáveis pela geração de grandes quantidades de resíduos desenvolvam Planos de Gestão de Resíduos Sólidos (PGRS), que devem incluir o detalhamento das estratégias para a redução, tratamento e disposição final do lodo de ETA.

Muitas possibilidades surgiram com o propósito de viabilizar pesquisas para a utilização do lodo de ETA de forma mais sustentável, como: disposição em aterros sanitários, utilização em materiais de construção, incineração, recuperação de áreas

degradadas, entre outras alternativas (Araújo, 2006; Andrade, Silva e Oliveira, 2014). Santos (2024) entende que para viabilizar tais alternativas, é fundamental desidratar o lodo, e isso pode ser feito por meio de tecnologias como filtros prensa, lagoas de secagem e dispositivos mecânicos, dentre outras (Giordano, 2004). Ainda de acordo com Santos (2024), também é indispensável estudar as características físicas e químicas do lodo de ETA para potencializar seu aproveitamento, uma vez que esses atributos podem variar com as condições locais do manancial, dos métodos de tratamento empregados, da estação do ano e outros fatores. A partir dessa análise é que será possível entender as reais características do lodo, e assim escolher a alternativa de disposição mais adequada, tendo em vista os fatores legais e ambientais envolvidos.

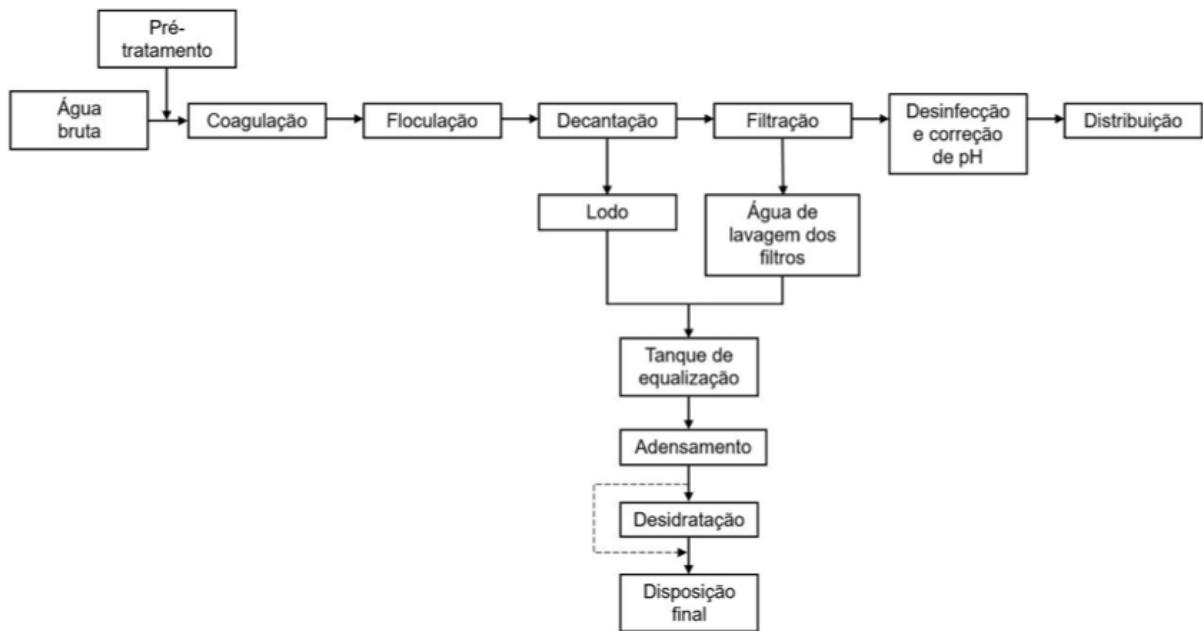
3.3.1 Tratamento de água e geração do lodo de ETA

O lodo de ETA é resultado dos processos e operação de coagulação/flocação e sedimentação das partículas presentes na água bruta (Andreoli, 2001). Na ETA, o lodo tem origem nos decantadores, e basicamente são compostos de partículas do solo, material orgânico carreado pela água bruta e outros subprodutos provenientes da adição de produtos químicos (Andreoli, 2001; Reali, 1999). Em volume, a maior quantidade de resíduos é proveniente da água de lavagem dos filtros, mas em massa, a maior quantidade é gerada nos decantadores (Ruviaro, 2009; Tartari, 2008). Em uma ETA de ciclo completo, por dia, o volume médio de resíduos oriundos dos decantadores varia entre 0,1 % e 3,0 % do volume total de água tratada (Ruviaro, 2019; Di Bernardo; Dantas; Voltan, 2012). De acordo com a Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS), ao longo do ano 2022 foram captados, tratados e distribuídos cerca de 18,6 bilhões de m³ de água no Brasil (IBGE, 2017).

Geralmente o tratamento do lodo envolve algumas etapas, dentre as quais destacam-se: a sedimentação, onde ocorre a separação das partículas sólidas da água; coleta do lodo dos tanques de sedimentação; redução do teor de água no lodo por adensamento; desidratação, que pode ser mecânica ou não; e por fim, a disposição final do lodo, que pode envolver: aterros sanitários, aplicação agrícola, uso na construção civil, entre outros, dependendo das regulamentações ambientais e das

características do lodo tratado (Richter, 2001; Tavares, 2003; Santos, 2024). Na Figura 1 é apresentado um esquema representativo dos processos de uma ETA convencional.

Figura 1 - Esquema representativo dos processos de uma ETA convencional.



Fonte: Santos (2024).

3.4 CARACTERÍSTICAS GERAIS E DISPOSIÇÃO FINAL DO LODO DE ETA

O lodo de ETA pode conter metais pela água superficial e impurezas dos produtos químicos usados no tratamento (Reali, 1999; Montalvan, 2016; Santos 2024). Para aplicações ambientais e geotécnicas, é de fundamental importância a caracterização dos lodos, o que pode incluir análise de pH, presença de metais, demanda química de oxigênio (DQO), resistência específica, tamanho de partículas e outras propriedades, que são relevantes a depender do tipo de projeto de tratamento e disposição dos lodos (Andreoli, 2001). De acordo com Santos (2024), as características gerais do lodo de ETA são influenciadas por alguns fatores, a saber: presença ou ausência de períodos de estiagem em virtude da época do ano; origem do manancial que abastece a estação; presença ou ausência de períodos de estiagem

devido à sazonalidade; presença ou não materiais orgânicos suspensos; e tipo de tratamento aplicado (como já relatado).

Em relação à disposição final do lodo de ETA, Santos (2024) considera uma etapa crítica no gerenciamento desse tipo de resíduo. Isso porque diversos fatores influenciam na decisão sobre a disposição final do lodo, tais como: composição do lodo, transporte, regulamentações ambientais locais e fatores econômicos (Richter, 2001). Algumas das principais alternativas apontadas para a disposição final do lodo de ETA são:

- Aterro sanitário: devido aos altos custos de implantação e transporte, acaba sendo uma das últimas alternativas de escolha viáveis do ponto de vista econômico e ambiental a ser levada em consideração (Richter, 2001; Achon; Cordeiro, 2015);
- Solos: a principal limitação diz respeito ao lodo de sulfato de alumínio, cuja a tendência é fixar o fósforo no solo, dificultando sua absorção pelas plantas, criando restrições para esse tipo de aplicação. Outros desafios são os custos de transporte e a relutância dos agricultores (Richter, 2001; Achon e Cordeiro, 2015);
- Incineração: Há a possibilidade de o lodo ser incinerado em plantas de incineração de resíduos sólidos. A incineração reduz significativamente o volume do lodo, porém, é um processo considerado ainda de alto custo (Hendges, 2017). A incineração também pode gerar emissões de poluentes atmosféricos, o que requer tecnologias de controle de poluição adequadas;
- Construção civil: O lodo pode ser aproveitado de maneira sustentável na construção civil para produzir materiais de construção, como blocos cerâmicos e concreto. Isso contribui para reduzir o desperdício e promover práticas construtivas mais ecológicas (Ekolu *et al.*, 2024).

3.5 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM LODO DE ETA

A escolha de materiais alternativos ao cimento Portland na produção de compósitos de matriz cimentícia tem relevância quando o assunto é a mitigação dos impactos negativos sob o meio ambiente proporcionados pelas indústrias cimenteiras.

Das diversas alternativas possíveis, o lodo de ETA se destaca pela possibilidade de atuarem como pozolanas nas matrizes cimentícias dos compósitos (Santos, 2024). Ativado por álcalis, misturado com outros tipos de pozolanas ou calcinado a diferentes temperaturas, o lodo de ETA pode proporcionar impactos positivos nas propriedades físicas, químicas ou mecânicas dos compósitos (El-Didamony, Amer e Mohammed, 2014; Duan *et al.*, 2022; Yang *et al.*, 2023; EKOLU *et al.*, 2024; Santos *et al.*, 2024). Além disso, o uso desse tipo de resíduo como MCS é uma prática que contribui para a preservação do meio ambiente, uma vez que leva a uma redução do descarte em aterros sanitários. O lodo de ETA, quando calcinado, adquire propriedades pozolânicas importantes, trazendo benefícios adicionais aos compósitos, como melhora na resistência mecânica e até mesmo na durabilidade dos compósitos (Hwang *et al.*, 2017; Qin *et al.*, 2022; Daza-Marques *et al.*, 2024; Santos, 2024).

Tem crescido o interesse por soluções sustentáveis que visam a utilização eficiente do lodo de ETA como MCS em matrizes de cimento Portland. Qin *et al.* (2022) estudou a utilização do lodo de ETA em conjunto com sílica ativa na produção de um cimento de fosfato de magnésio e potássio. A partir da combinação do lodo de ETA com a sílica, os resultados apontam melhorias significativas na trabalhabilidade e resistência à compressão dos compósitos, nas primeiras idades. A combinação lodo de ETA e sílica contribuiu também para o refinamento da estrutura dos poros, o que favorece a formação de produtos de hidratação que tem impactos positivos na resistência à compressão. No entanto, Santos (2024), que também citou em sua pesquisa Qin *et al.* (2022), alerta que o estudo não fornece detalhes sobre qualquer influência da combinação do lodo de ETA e sílica na durabilidade e resistência à compressão em idades posteriores.

O uso de lodo de ETA como MCS, no que tange os seus efeitos na composição e no desempenho de compósitos de cimento Portland, foi estudado por He *et al.* (2021). Os resultados indicam que uma argamassa com 10 % de lodo de ETA apresentou maior resistência à compressão aos 90 dias, enquanto teores mais elevados (20 % e 30 %) resultaram em reduções. Esse comportamento de maiores resistências à compressão aos 90 dias também é verificado nos resultados obtidos por Daza-Marquez *et al.* (2024), que também utilizou o lodo de ETA em sua pesquisa. De acordo com He *et al.* (2021), o lodo de ETA também apresentou atividade pozolânica, o que promoveu a reação com os produtos de hidratação do cimento e

consequentemente uma melhora na compactação da microestrutura, além de redução da retração por secagem.

Duan *et al.* (2022) investigaram a reação álcali-sílica (RAS) a partir do vidro reciclado como agregado em compósitos cimentícios. Para a produção do material cimentício, os autores misturaram lodo de ETA e escória de alto forno, e o cimento foi substituído por essa mistura em até 30 % em massa. Os resultados demonstram resistências à compressão de até 37 MPa, para as argamassas produzidas com a mistura lodo de ETA mais vidro reciclado, em comparação com o valor de 34 MPa da mistura de referência. De acordo com os autores, o alumínio presente no lodo de ETA teve papel importante ao impedir a formação de géis da reação álcali-sílica, culminando na formação de silicato de cálcio e alumínio (C-A-S-H), e assim impossibilitando que os géis RAS se transformassem em géis de baixa fluidez.

Shamaki *et al.* (2021) estudaram efeitos de diferentes temperaturas de calcinação do lodo de ETA (faixa de 475°C à 1100°C) como material substituto em matriz de gesso, com foco na reatividade e nas propriedades físicas do material. Os resultados mostram que a temperatura de calcinação de 825°C proporcionou a formação de alumina pouco cristalina com rápida reação com o gesso. Os autores explicam que a alumina pouco cristalina se transformou em alumina altamente cristalina (na temperatura de 1100°C). Pastas contendo lodo, embora apresentem menor reatividade devido à cristalização das fases de alumina, revelaram um maior enchimento, culminando nas melhorias das propriedades mecânicas. Porém, é importante destacar que a melhora nas propriedades mecânicas só é verificada quando a alumina (presente no lodo) é submetida a temperaturas acima de 1100°C, o que demanda alto consumo de energia elétrica.

Assim como Shamak *et al.* (2021), Yang *et al.* (2023) investigaram a aplicação do lodo de ETA calcinado como MCS, com temperaturas de calcinação entre 105°C a 1200°C. O lodo de ETA submetido à calcinação na temperatura 800°C apresentou alta reatividade, comprovando que seu uso como material pozolânico é possível. De acordo com autores, a alta reatividade do lodo favoreceu a formação do composto hidrato de aluminossilicato (C-S-A-H) no cimento, apontando para uma aplicação viável do lodo de ETA como MCS. Os resultados verificados no estudo de Zdeb, Tracz e Adamczyk (2019) vão de encontro com os resultados de Yang *et al.* (2023) e Sharmak *et al.* (2021), pois todos eles apontam que o lodo de ETA calcinado a 800°C

apresentou alta reatividade pozolânica, e assim pode ser considerado um MCS promissor em aglomerantes à base de cimento.

3.5.1 Argamassa cimentícia com do lodo de ETA

De acordo com a ABNT NBR 13281-2 (ABNT, 2023), as argamassas são uma mistura homogênea de agregados miúdos, ligantes inorgânicos e água, podendo conter ou não aditivos ou adições minerais, com propriedades de aderência e endurecimento, podendo ser dosada *in loco* ou em indústria. Nessa norma, as classificações das argamassas dependem da aplicação desejada: argamassas para assentamento, argamassas para revestimento de paredes e tetos, argamassa de uso geral, argamassa para reboco, argamassa decorativa em camada fina e argamassa decorativa em monocamada. Conforme a aplicação desejada, propriedades como trabalhabilidade e retenção de água (estado fresco), e densidade e resistência mecânica, (estado endurecido) podem variar.

O estudo da incorporação de resíduos em argamassas de matriz cimentícia vem ganhando espaço em pesquisas realizadas em todo o mundo, pois a partir desta prática são estudadas soluções sustentáveis para a indústria da construção civil. Santos (2024) destaca que “essa abordagem não apenas reduz a dependência de recursos naturais não renováveis, mas também destaca a importância de práticas inovadoras no desenvolvimento de novos materiais para o setor da construção”.

Al-Rawashdeh *et al.* (2022) realizaram um estudo sobre a utilização de lodo de ETA na produção de argamassas cimentícias. As argamassas foram preparadas com a incorporação de lodo calcinado a 900°C, com diferentes proporções de substituição da areia. Os resultados mostram que até 10 % de substituição de areia por lodo calcinado resultou em uma pequena redução na trabalhabilidade, no entanto, foi verificado um aumento na resistência à compressão. Para proporções de lodo acima de 10 % verificou-se um aumento na absorção de água e uma diminuição na resistência mecânica.

A incorporação de lodo de ETA calcinado (600°C por 1 hora) na produção de argamassas também foi estudada por Pham *et al.* (2021). As substituições de areia por lodo de ETA variaram de 0 % à 10 %. Os resultados evidenciam que é a resistência

à compressão da argamassa contendo 5 % de lodo de ETA calcinado chegou a ser ligeiramente maior que o da argamassa de controle. Já para a proporção de substituição de 10 % de lodo calcinado, verificou-se uma redução na resistência à compressão. Outra propriedade que melhorou significativamente foi a resistência de aderência, tanto para as amostras com 5 % quanto com 10 % de lodo. De acordo com os autores, a melhora foi atribuída à melhor aderência entre as partículas e à melhor absorção capilar, devido à interconectividade dos poros causada pela extração do conteúdo orgânico.

Oliveira Andrade *et al.* (2018) investigaram os efeitos de diferentes níveis de substituição (2,5 %, 5 %, 7,5 % e 10 % em massa) de areia pelo lodo de ETA, sob as propriedades mecânicas, de durabilidade e análises microestruturais de argamassas de reboco. O objetivo dos autores era verificar se as misturas com lodo atendem aos requisitos mínimos normativos e aos aspectos de aplicação prática em obras. Foi verificado que a resistência à compressão das argamassas com lodo de ETA foi menor em comparação com a mistura de controle. Com relação a resistência à flexão, não foram verificadas diferenças significativas. Os autores afirmam que, em geral, para quantidades menores de cimento, as argamassas com relação água/cimento (a/c) de 0,5 e com 5 % de lodo de ETA são adequadas para produção. Em relação a análise microestrutural, os autores concluíram que as microfissuras presentes na zona de tração dos resíduos de lodo de ETA afetam as propriedades mecânicas da matriz de cimento. As microfissuras foram observadas por meio de microscopia eletrônica de varredura.

3.5.2 Importância das características mineralógicas do lodo de ETA na construção civil

A análise da mineralogia do lodo de ETA é uma etapa imprescindível para a viabilidade de sua aplicação na construção civil, pois tem influência direta em outras propriedades, como a resistência mecânica, durabilidade, reação com componentes químicos do solo e conformidade com normas ambientais (Santos *et al.*, 2024).

Em relação a composição mineralógica, Santos 2024 analisou difratogramas em diversos trabalhos sobre a caracterização do lodo de ETA. De acordo com Santos

(2024), a fase mineralógica mais predominante é o quartzo (SiO_2), que é uma fase cristalina comum em solos e rochas. Lee *et al.* (2021) menciona em seu estudo a presença de sulfato de alumínio hidratado ($\text{Al}_2\text{SO}_4\text{O}_3$), composto que é gerado devido ao uso do sulfato de alumínio no processo de coagulação/flocação usado nas ETA. Esses mesmos autores mencionaram também a presença de coríndon, que é uma forma cristalina do óxido de alumínio (Al_2O_3), conhecido também como alumina. Nas pesquisas de Montalvan e Bosco (2016), Godoy *et al.* (2019), Mañosa *et al.* (2021) e Yang *et al.* (2023) são mencionados os compostos illita, halloysita e muscovita (moscovita), que são argilominerais geralmente presentes nos lodos como parte da fração sólida (Santos, 2024). A caulinita ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), um tipo argila frequentemente encontrada em solos e lodos, é outro mineral identificado em vários trabalhos (Katte *et al.* (2017); Kwek e Awang (2018); Godoy *et al.* (2019); Ying e Awang (2019); Liu *et al.* (2020); Marchiori *et al.* (2022)). Já a mulita e a hematita foram identificadas em alguns estudos, como em Suksiripattanapong *et al.* (2015), Yang *et al.* (2023), Kizinievič; Kizinievič (2017), Kizinievič *et al.* (2018). A mulita é um mineral conhecido por suas propriedades refratárias, enquanto a hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) é uma forma de óxido de ferro, possivelmente gerada devido ao uso de cloreto férrico como coagulante em algumas ETA. Silva e Lopes (2022) destacam a presença da mulita em conjunto com sílica amorfa (aproximadamente 65 %). Embora essa alta quantidade de fase amorfa não esteja diretamente associada à mulita, em conjunto com outros componentes presentes, ela pode reagir com o hidróxido de cálcio liberado durante a hidratação do cimento Portland, contribuindo para a resistência e durabilidade da matriz cimentícia.

Como visto, a composição mineralógica do lodo de ETA exerce influência direta sobre o desempenho mecânico das argamassas. Fases como o quartzo e os minerais de argila, quando presentes em partículas finas, podem atuar como filer, promovendo o melhor empacotamento das partículas e reduzindo a porosidade da matriz cimentícia. Já os óxidos e carbonatos podem participar de reações secundárias ou contribuir para a nucleação de produtos de hidratação, resultando em ganhos sutis de resistência à compressão. Considerando que variações na composição e na microestrutura podem gerar diferenças nos valores de resistência à compressão, a avaliação da incerteza de medição torna-se essencial para distinguir variações reais de resultados decorrentes apenas de flutuações experimentais. A estimativa

adequada da incerteza assegura a confiabilidade dos resultados obtidos e permite comparações consistentes entre amostras, contribuindo para interpretações mais precisas sobre o efeito do lodo de ETA nas propriedades mecânicas das argamassas.

3.6 AVALIAÇÃO DAS INCERTEZAS DE MEDIÇÕES

No cenário de competição no mercado global, as empresas precisam assegurar a qualidade de seus produtos, reduzir custos e buscar continuamente a melhoria de seus processos. Para atingir esses objetivos, são aplicadas ferramentas como sistemas de gestão da qualidade e controle automatizado de processos, que contribuem para a melhoria da qualidade e da produtividade. No entanto, para verificar se o produto atende às especificações de qualidade, é fundamental realizar medições das variáveis envolvidas (Reis, 2022).

A norma BS EM ISO 5198 (ISO, 1999) destaca que todo sistema de medição apresenta imperfeições que afetam os resultados, gerando valores diferentes do real valor do mensurando. Além disso, há uma variação nos resultados de medição causada por efeitos aleatórios. A combinação do erro sistemático residual com os erros aleatórios resulta no que se chama de incerteza padrão de medição. E a falta de conhecimento sobre a incerteza pode levar a decisões equivocadas, com consequências potencialmente desastrosas (Albertazzi e Souza, 2008; Reis, 2022).

A avaliação da incerteza nos espaços de pesquisa científica e tecnológica é fundamental para garantir a qualidade e a credibilidade dos resultados quantitativos. Em um ambiente onde as decisões são prioritariamente tomadas com base em dados e medições, avaliar a incerteza associada a esses resultados permite que pesquisadores e profissionais identifiquem possíveis falhas e limitações nos métodos adotados nas pesquisas. Além disso, o cálculo da incerteza facilita a comparação entre diferentes estudos e experimentos, promovendo um diálogo fundamentado entre os cientistas (Albertazzi e Souza, 2008). Neste contexto, é necessário fazer o seguinte questionamento: como saber se um resultado experimental, considerado promissor no meio científico, é de fato “promissor”, se ele é oriundo de equipamentos de medições não calibrados (por exemplo)? Como confiar na “exatidão” desse resultado, se nem ao menos a incerteza da calibração foi avaliada?

A incerteza da calibração é fundamental para a avaliação da incerteza em medições experimentais, pois serve como uma base para quantificar a confiabilidade dos resultados obtidos por instrumentos de medição. Quando um instrumento é calibrado, a incerteza associada a esse processo deve ser considerada (em associação com outras fontes de incerteza) para que se possa entender o nível de confiança nas medições que ele realiza. Essa incerteza pode surgir de diversos fatores, como repetição das medidas, condições ambientais e a própria variação dos padrões utilizados na calibração.

No Brasil, o sistema que o INMETRO utiliza para acreditar laboratórios de ensaio e calibração está descrito na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025/2017. Algumas considerações importantes sobre esta norma estão listadas abaixo:

- Requisito da avaliação: a ISO 17025 exige que os laboratórios de ensaio e calibração determinem e avaliem a incerteza de medição associada aos seus resultados, sempre que for relevante. Especificamente, a norma estabelece que o laboratório deve aplicar procedimentos apropriados para estimar a incerteza das medições que realiza, com base em métodos adequados e na identificação das fontes de incerteza.
- Calibração: a norma torna obrigatória a avaliação da incerteza de medição para cada resultado de calibração emitido. Isso significa que a incerteza de medição deve ser informada em certificados ou relatórios de calibração.
- Ensaios: no caso de laboratórios de ensaios, a obrigatoriedade depende de como os resultados serão usados. Se a incerteza de medição for significativa para a interpretação do resultado, especialmente no que se refere à conformidade com as especificações técnicas, então ela deve ser calculada e relatada. No entanto, se os resultados dos ensaios forem de natureza apenas qualitativos, por exemplo, presença ou ausência de uma substância ou característica física no objeto ensaiado, o procedimento pode não a relatar, mas ainda assim é necessário justificar o fato de não avaliar as incertezas.
- Fontes de incerteza: a norma exige que o laboratório identifique todas as fontes de incerteza com potencial de impactar o resultado final, e que essas fontes sejam levadas em consideração na avaliação da incerteza.
- Justificativa e transparência: se a incerteza não for reportada nos resultados de ensaio, o laboratório deve justificar essa decisão, garantindo que tal omissão

não comprometa a interpretação dos resultados ou a conformidade com as especificações técnicas.

Destaca-se que a avaliação da incerteza de medição é obrigatória em calibrações e em ensaios experimentais sempre que a incerteza possa impactar a interpretação dos resultados. Nos casos em que a incerteza não for considerada relevante, o laboratório deve ser capaz de justificar a sua não avaliação.

3.6.1 Incerteza padrão de medição

Independentemente do tipo de pesquisa ou trabalho, o cálculo e análise das incertezas associadas às medições é de reconhecida importância quando se deseja creditar confiabilidade aos resultados (Albertazzi e Souza, 2008; Martins *et al.*, 2010; BIPM, *et al.*, 2012a; BIPM, *et al.*, 2012b). Contudo, na literatura, são diversos os trabalhos experimentais realizados em ambientes de laboratórios acadêmicos que não possuem a avaliação das incertezas referentes às medições experimentais realizadas. São verificados em muitos trabalhos com análises estatísticas, porém, a avaliação da incerteza quase sempre é ignorada.

O resultado da medição de uma grandeza física deve vir sempre acompanhado de uma indicação que seja representativa da qualidade do resultado, de modo que, sem essa indicação, não será possível avaliar a qualidade do resultado (BIPM *et al.*, 2012a). É sempre necessário então a aplicação de um procedimento que seja capaz de caracterizar a qualidade do resultado de uma medição, ou seja, “avaliar e expressar a sua incerteza” (BIPM, *et al.*, 2012a). Assim, é de suma importância avaliar a incerteza relacionada àquilo que foi medido diretamente (medições diretas) ou calculado por meio de fórmulas matemáticas (medições indiretas). Os dois tipos de avaliação da incerteza adotados pelo “*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*” (Guia GUM) para quantificar a incerteza padrão relacionada a uma fonte de incerteza são (BIPM *et al.*, 2012a): (i) procedimentos estatísticos frequentistas (Tipo A); e (ii) procedimentos estatísticos não frequentistas (Tipo B) (Lira, 2002).

Na avaliação do Tipo A, a partir de repetidas observações de um mesmo mensurando pode-se calcular a incerteza padrão, geralmente como um desvio-padrão

experimental da média aritmética, associada às medidas, desde que a amostra experimental seja representativa da população, que as indicações sejam independentes entre si e que a quantidade de medidas seja adequada (BIPM *et al.*, 2012). Na avaliação do Tipo B, Albertazzi e Sousa (2008) afirmam que não é possível usar dados experimentais para estimar a incerteza padrão de uma fonte de incerteza, sendo que “outras informações conhecidas *a priori* sobre o comportamento aleatório da fonte de incerteza ou deduzidas por observação de suas características são consideradas”, tais como experiência do analista, certificados de calibração, condições ambientais do local de medição, dados históricos de medições anteriores etc. Em outras palavras, a incerteza padrão do Tipo A (u_A) é obtida com base em análises estatísticas, por meio do desvio padrão experimental (amostral) da média dos n valores medidos experimentalmente. O seu valor pode ser calculado por meio da Equação 1:

$$u_A = \frac{\sqrt{\sum_{k=1}^n \frac{(x_{i,k} - \bar{x}_i)^2}{n-1}}}{\sqrt{n}}$$

Eq.(1)

onde $X_{i,k}$ são as n observações independentes da grandeza X_i . Já a incerteza padrão do tipo B é calculada com base a FDP conhecida a priori (que pode assumir várias formas), e alguns valores estão representados no Tabela 1 (Albertazzi e Sousa, 2008; Martins *et al.*, 2010).

Tabela 1 - Distribuições de probabilidades e suas respectivas incertezas padrão.

Tipo de FDP	Incerteza padrão (tipo B)
Retangular ou uniforme	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$
Triangular	$u = \frac{a}{\sqrt{6}}$
Normal/Gaussiana	$u = \frac{a}{2} = \sigma$

a : o valor máximo do erro esperado (em módulo).

σ : desvio padrão amostral.

Fonte: Adaptado de Albertazzi e Souza (2008).

Uma vez conhecidas as incertezas do Tipo A e do Tipo B, é possível calcular a incerteza padrão combinada por meio da lei de propagação de incertezas - LPU (*Law of Propagation of Uncertainties*), conforme o guia GUM (BIPM *et al.*, 2012a).

De acordo com o GUM (BIPM *et al.*, 2012a), na determinação da incerteza padrão combinada as grandezas de entrada podem ser ou interdependentes (correlacionadas) ou não correlacionadas. A incerteza padrão de y , onde y é a estimativa do mensurando Y e, desta maneira, o resultado da medição, é obtida pela combinação apropriada de incertezas-padrão das grandezas de entrada X_1, X_2, \dots, X_N , cujas estimativas são x_1, x_2, \dots, x_N . Esta incerteza padrão combinada da estimativa y é representada por $u_c(y)$ (BIPM *et al.*, 2012a). Quando duas ou mais grandezas de entrada são correlacionadas, a expressão adequada para a variância combinada ($u_c^2(y)$) do resultado de uma medição é representada pela Equação 2 (BIPM *et al.*, 2008a).

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u(x_i, x_j)$$

ou

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial f}{\partial x_j} \cdot u(x_i, x_j),$$

Eq.(2)

onde f é a função de medição que contém todas as grandezas, X_i e X_j são as variáveis de entrada, $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$ é a covariância estimada associada com X_i e X_j . A Equação 2 pode ser reescrita com o uso dos coeficientes de correlação, que corresponde ao grau de correlação linear entre x_i e x_j , e é calculado por meio da Equação 3. De acordo com a seção 5.2 do GUM (BIPM *et al.*, 2012a), quando o mesmo equipamento é utilizado para a medição de duas grandezas, é necessário considerar a correlação entre elas no cálculo da incerteza padrão.

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i) \cdot u(x_j)},$$

Eq.(3)

onde $r(x_i, x) = r(x_j, x_i)$ e $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$. Se as estimativas x_i e x_j são não correlacionadas, $r(x_i, x_j) = 0$.

Um fator de relevância na avaliação da incerteza padrão é o cálculo da incerteza padrão relativa, uma medida que expressa a incerteza padrão de uma medição em relação ao valor da própria medição, frequentemente apresentada como uma porcentagem. Essa abordagem permite uma interpretação mais intuitiva da incerteza, especialmente ao comparar medições de diferentes magnitudes, e sua apresentação em forma de porcentagem ajuda a comunicar a confiabilidade dos resultados de forma clara e direta. A incerteza padrão relativa de qualquer grandeza pode ser calculada por meio da Equação 4.

$$u_r = \frac{u}{|x|} \cdot 100,$$

Eq.(4)

onde:

u_r : incerteza padrão relativa, em %;

u : incerteza padrão absoluta (em unidades da grandeza do mensurando);

$|x|$: valor absoluto da média das medidas (em unidades de grandeza da grandeza).

Para medições realizadas em laboratório, valores de incertezas padrão relativas na faixa de 1 % a 5 % é uma boa referência geral para muitas aplicações (ISO 5725-1:2023), indicando que os resultados experimentais possuem qualidade metrológica. É importante sempre considerar o contexto da medição, os requisitos da aplicação e as normas relevantes ao avaliar a adequação da incerteza padrão relativa.

Em diversas situações práticas, além da incerteza padrão relativa, é necessário também quantificar os componentes que mais influenciam a incerteza padrão combinada. Essa análise permite identificar de maneira clara qual fonte de incerteza gera maior impacto para a incerteza padrão combinada de uma grandeza, fator primordial para o entendimento, a gestão e a melhoria do processo de medição (Martins *et al.*, 2010; Almeida *et al.*, 2011). Na literatura, de acordo com Martins *et al.* (2010), essa quantificação é conhecida como análise de contribuição para a incerteza, e essa análise baseia-se nos coeficientes de contribuição ($h(y, x_i)$), conforme descrito no trabalho de Kessel *et al.* (2006). Em Kessel *et al.* (2006) são apresentados os coeficientes de contribuição para grandes de entrada, tanto não correlacionadas (Equação 5) quanto correlacionadas (Equação 6). O valor “100” presente nas Equações 5 e 6 é para transformar a unidade das contribuições em porcentagens, ao invés de adimensionais, como descrito em Kessel *et al.* (2006).

$$h(y, x_i) = 100 \cdot \left[\frac{c_i u(x_i)}{u_c(y)} \right]^2,$$

Eq.(5)

$$h(y, x_i) = 100 \cdot \left[\frac{c_i u(x_i)}{u_c(y)} \right]^2 r(x_i, x_j),$$

Eq.(6)

onde:

$h(y, x_i)$: coeficientes de contribuição de Kessel, em %;

$u(x_i)$: incerteza padrão de cada grandeza de entrada X_i ;

$u_c(y)$: incerteza padrão combinada para a grandeza de saída y ;

c_i : coeficientes de sensibilidade, que são as derivadas parciais $\frac{\partial y}{\partial x_i}$, calculadas na estimativas x_i ;

$r(x_i, x_j)$: coeficientes de correlação entre as grandes x_i e x_j .

3.6.2 Incerteza expandida de medição

É importante explicar que o GUM (BIPM *et al.*, 2012a) propõe o uso da incerteza padrão para expressar de maneira quantitativa o resultado da incerteza da medição de uma grandeza. No entanto, em algumas situações (por exemplo: comparação com valores normativos para fins de aplicações comerciais e industriais) a incerteza geralmente é expressa como um intervalo “de segurança” em torno do resultado da medição, no qual espera-se abranger uma vasta porção dos valores prováveis do mensurando, metrologicamente denominado de intervalo de abrangência (Martins *et al.*, 2010; BIPM *et al.*, 2012a). Quando a PDF do mensurando for simétrica, metade do intervalo de abrangência é denominada de “incerteza expandida” (representada como $U(y)$), que de acordo com o método proposto pelo GUM (BIPM *et al.*, 2012a), pode ser obtida pela multiplicação da incerteza padrão de y por um fator de abrangência (k) (Equação 7).

$$U = u_c(y) \cdot k,$$

Eq.(7)

onde:

U : incerteza expandida, expressa na mesma unidade de medida de y ;

k : fator de abrangência.

Expressar a incerteza expandida obrigatoriamente implica em apresentar o resultado de uma medição por meio de um intervalo de abrangência, e se a PDF da grandeza for simétrica então: $Y = [y \pm U(y)] \equiv [y \pm ku_c(y)]$ (BIPM *et al.*, 2012a). Na prática, o mensurando Y possui os limites $y - U$ e $y + U$, que vai depender da probabilidade de abrangência p . A escolha dos valores de p depende da aplicação destinada para a incerteza expandida, usualmente, utiliza-se (Martins *et al.* 2010): 90,00 % para aplicações que utilizem medições de campo, uma vez que tais medições têm variabilidades mais elevadas e uma probabilidade maior conduz a incertezas

expandidas muito grandes; 95,45 % ou 99,73 % para medições obtidas sob condições bem controladas, como por exemplo, em laboratórios. Por outro lado, em determinadas situações uma probabilidade de abrangência de 68,27 % pode ser recomendada (Martins *et al.*, 2010).

O cálculo de k é feito com base na determinação do número de graus de liberdade efetivos (ν_{eff}) da incerteza padrão combinada (Frenkel, 2011). O GUM (BIPM *et al.*, 2012a) sugere o uso da equação de Welch-Satterthwaite (Equação 8) (Welch, 1936; Welch, 1938; Satterthwaite, 1941; Satterthwaite, 1946) no cálculo dos graus de liberdade efetivos. A equação Welch-Satterthwaite é uma boa aproximação para estimar os graus de liberdade efetivos e consequentemente o intervalo de abrangência do mensurando (Hall e Willink, 2001; Martins, 2010), desde que a PDF da grandeza seja aproximadamente gaussiana:

$$\frac{u_c^4(y)}{\nu_{eff}} = \sum_{i=1}^n \frac{(c_i u(x_i))^4}{\nu_i}$$

Eq.(8)

A devida aplicação da Equação 8 implica em satisfazer algumas hipóteses, a saber (Martins *et al.*, 2010): as grandezas de entrada e suas incertezas padrão devem ser mutuamente independentes e, além disso, tanto as grandezas de entrada quanto a grandeza de saída devem ter comportamento gaussiano. Considerando o Teorema Central do Limite (TCL), abordado no Anexo G (cláusula G.2.1) do GUM (BIPM *et al.*, 2012a), a última suposição é válida se cada estimativa x_i for uma média de diversas amostras e, quanto maior a quantidade de amostras, melhor será essa aproximação (Kirkup e Frenkel, 2006).

A Equação de Welch-Satterthwaite foi pensada numa abordagem frequencista, onde cada grandeza de entrada X_i da função de medição é avaliada a partir de n_i medições independentes $X_{i,k}$, logo cada estimativa x_i e sua incerteza padrão do Tipo A $u_A(x_i)$ possui $\nu_i = n_i - 1$ graus de liberdade. Já as incertezas padrão do Tipo B são determinadas com base em uma FDP conhecida *a priori*. Ainda de acordo com Martins *et al.* (2010), a depender da qualidade de informação utilizada para estimar a FDP a

a priori, não é viável assumir um valor demasiadamente grande (tendendo ao infinito) para os graus de liberdade ν_i . Em outras palavras, as condições relacionadas à obtenção das informações sobre o processo de medição e o comportamento da variabilidade da grandeza analisada podem afetar a estimativa da PDF *a priori*, o que inviabiliza assumir $\nu_i \rightarrow \infty$. Bentley (2005) propôs a determinação dos valores de graus de liberdade ν_i a partir da qualidade de informação disponível sobre o processo de medição, conforme apresentado no Tabela 2.

Tabela 2 - Valores de graus de liberdade ν_i para a incerteza padrão do Tipo B de uma grandeza de entrada X_i .

Qualidade da fonte de informação	ν_i
Pouco confiável	3
Razoável	10
Boa	30
Excelente	100

Fonte: Bentley (2005).

Apesar das limitações relatadas anteriormente, a Equação 8 é a forma usual para estimar os graus de liberdade efetivos de $u_c(y)$ e, caso as premissas sejam atendidas, o fator de abrangência (k) é estimado por valores tabelados de uma distribuição *t-Student*, com os graus de liberdade efetivos (ν_{eff}) e probabilidade de abrangência p .

De acordo com Martins *et al.* (2010), o método proposto pelo GUM para o cálculo da incerteza expandida possui respaldo, devido principalmente à sua aplicabilidade universal para expressar e avaliar a incerteza de medição. Porém, como já relatado, o procedimento abordado pelo GUM (com aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) contém limitações que deveriam ser levadas em consideração em certos modelos de medição. Como solução, pode-se adotar a abordagem proposta no suplemento 1 do GUM (BIPM *et al.*, 2012a). Ela é baseada na lei de propagação das FDPs, que considera para a avaliação da incerteza uma base probabilística de medição por meio do uso direto de FDPs atribuídas às grandezas de entrada X_i , ao invés do uso de suas estimativas x_i e suas respectivas incertezas padrão ($u(x_i)$) (BIPM *et al.*, 2012a). O método de Monte Carlo (MMC), procedimento computacional para resolver problemas matemáticos através de simulações de variáveis, é

considerado um dos mais eficientes para a realização da propagação de FDPs (Martins *et al.*, 2010; Lepek, 2003; Cox *et al.*, 2001a).

Para a avaliação da incerteza de medição pelo MMC, basicamente é retirada uma amostra M da PDF conjunta $g_{X_1, \dots, X_n}(\varepsilon_1, \dots, \varepsilon_N)$ das grandezas de entrada X_1, \dots, X_n e propagar esses valores por meio da função de medição, para então produzir M amostras da grandeza de saída (Y) - os valores possíveis das grandezas de entrada X_i são simbolizadas por ε_i ; e a FDP da grandeza de entrada X_i é simbolizada por $g_{X_i}(\varepsilon_i)$. Com isso, é construída uma FDP amostral para Y que representará a FDP do mensurando $g_Y(\eta)$, onde η representa os possíveis valores para Y . O resultado de medição (y) é calculado pela média dessa FDP amostral e a incerteza padrão ($u(y)$) é igual ao desvio padrão amostral da mesma PDF amostral. Já o intervalo de abrangência (k) dessa FDP amostral é determinado com base na probabilidade de abrangência escolhida (Martins *et al.*, 2010; BIPM *et al.*, 2012a).

Na sua tese, Fabricio (2018) aponta que em diversos trabalhos encontrados na literatura foi verificado que os autores utilizaram a abordagem IE (incerteza expandida) e do MMC para realizar o cálculo da incerteza de medição. Uma análise resumida dos valores de incertezas encontrados nesses trabalhos, pelos dois métodos, é apresentada no Tabela 3.

Tabela 3 - Comparação quantitativa dos valores de incerteza encontrados em alguns trabalhos (pelos métodos do IE e MMC).

Autor	Aplicação	IE	MMC
Chen e Chen (2016)	Sistema de medição de transpiração	$U_w = 6,81 \text{ kg/s}$	$U_w = 6,79 \text{ kg/s}$
Theodorou <i>et al.</i> (2011)	Medição direta de cádmio	$U_{95\%} = 0,20 \text{ g/L}$	$U_{95\%} = 0,18 \text{ g/L}$
Shahanaghi e Nakhjiri (2010)	Calibração de termômetro de platina	$U_{95\%} = 0,012^\circ\text{C}$	$U_{95\%} = 0,011^\circ\text{C}$
Damasceno <i>et al.</i> (2006)	Estimativa de pH em um sistema de pH primário	$U(\text{pH}) = 0,0079$	$U(\text{pH}) = 0,0081$
Herrador e González (2004)	Calibração de massa	$U_{95\%} = 0,1078 \text{ g}$	$U_{95\%} = 0,1472 \text{ g}$

Legenda: U_w : incerteza expandida da taxa de transpiração; $U_{95\%}$: incerteza expandida para o nível de confiança de 95 %; $U(\text{pH})$: incerteza expandida da medição de pH.

Fonte: Adaptado de Fabricio (2018).

Ainda de acordo com Fabricio (2018), em grande parte dos trabalhos analisados, a diferença entre as incertezas calculadas pelos dois métodos foi pequena ou até mesmo nenhuma. Porém, observou-se casos em que a diferença de valores calculados foi da ordem de 10 %, ou até mesmo 40 %. A maior parte desses estudos enfatizou que a principal limitação do IE em relação ao MMC está relacionada à restrição do uso da IE para funções de medição com elevado grau de não-linearidade. Também, as diferenças são evidentes quando as FDPs das grandezas de entrada se afastam da normal, ou onde os resultados de medição dependem de forma não linear de uma ou mais variável de entrada, além da incerteza associada a esses dados ser elevada. No entanto, se houver dependência não-linear com várias grandezas de entrada, a abordagem GUM ou IE pode ser apropriada, caso as assimetrias verificadas nas PDF das grandezas de entrada se compensarem mutuamente. Assim, é difícil afirmar (sem antes testar) se a estimativa da IE pelos métodos do GUM e MMC são estatisticamente diferentes. Quando o modelo de medição é não-linear e a incerteza relativa é superior a 10 %, a FDP resultante do MMC tende a ser assimétrica (Fabricio, 2018).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A seção 4 apresenta, de forma integrada e concisa, os procedimentos metodológicos adotados nesta pesquisa. Inicialmente, descreve-se a preparação do lodo proveniente de uma estação de tratamento de água da EMBASA (localizada em São José da Vitória – BA), abrangendo as etapas de secagem, moagem e classificação granulométrica do material, assegurando a uniformidade dos lotes utilizados ao longo dos ensaios. Em seguida, são apresentadas as análises de caracterização físico-química do lodo seco, por meio de DRX e TGA, cujos resultados permitiram identificar as fases cristalinas presentes, além do comportamento térmico e das perdas de massa, aspectos fundamentais para avaliar o potencial pozolânico do material, bem como associar esses valores às resistências mecânicas (tração na flexão e compressão). Complementarmente, foi realizado o ensaio de determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado, utilizando o método Chapelle modificado, bem como o cálculo do índice de atividade pozolânica (IAP), com o objetivo de quantificar a reatividade do lodo frente ao cimento.

Após essa etapa, são descritos os materiais e os procedimentos empregados na produção das misturas de argamassas cimentícias com adição do lodo de ETA. Essas misturas foram submetidas a ensaios específicos, incluindo a determinação do índice de consistência para avaliação da trabalhabilidade, bem como os ensaios de resistência à tração na flexão e à compressão, todos executados com base em premissas verificadas em normas técnicas vigentes, com detalhamento dos equipamentos, corpos de prova e condições de ensaio. Na parte final da seção, são apresentadas as etapas de avaliação da incerteza de medição associada aos resultados obtidos. Inicialmente, são estimadas as incertezas padrão para os ensaios de tração na flexão e compressão de corpos de prismáticos (dimensões 40 mm x 40 mm x 160 mm), seguidas pelo cálculo das incertezas expandidas, de modo a permitir a comparação estatisticamente fundamentada dos resultados com alguns requisitos previstos em normas técnicas (para algumas aplicações).

Os Apêndices e Anexos citados ao longo desta tese encontram-se disponibilizados integralmente em repositório digital externo (Zenodo), identificado pelo DOI apresentado nesta seção, evitando-se a repetição desse identificador ao longo do texto. Para conveniência de consulta, o material suplementar também foi

disponibilizado em pasta específica no Google Drive, contendo os mesmos documentos com as mesmas nomenclaturas. O conjunto completo pode acessado em: Zenodo (depósito oficial): [10.5281/zenodo.17649627](https://zenodo.org/record/105281/zenodo.17649627). Os links para acesso às pastas do Google Drive podem ser verificados nas seções de Apêndices e Anexos.

4.1 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: SECAGEM E MOAGEM DO LODO BRUTO E CLASSIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA DO LODO SECO

Após ser coletado, o lodo bruto foi transportado em baldes, devidamente fechados, e armazenado no Laboratório de Materiais e Eletroquímica (LAMEQ) da Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC). Para a determinação do teor de água presente no lodo e elaboração da curva de secagem, algumas amostras tiveram suas massas medidas antes e após a secagem em estufa elétrica, que ocorreu em temperatura de aproximadamente 110 °C, nos tempos de 6 h, 12 h, 24 h e 48 h. Após a secagem de todo o lodo de ETA coletado, foi realizada a moagem em moinho de facas e classificação granulométrica (para a elaboração da curva granulométrica).

4.2 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: DIFRATOMETRIA DE RAIO X (DRX) DO LODO SECO

As análises de DRX foram realizadas pelo método do pó utilizando-se um difratômetro Shimadzu, modelo XRD-6000, com radiação CuKa ($\lambda = 0,1542$ nm), filtro de Ni, tensão de 40 kV e corrente de 30 mA. A aquisição dos dados foi realizada no intervalo de varredura 2 theta entre 5° e 80°, com velocidade de varredura de goniômetro de 2° min⁻¹ e passo de 0,02°. O objetivo principal da realização da análise por DRX é obter a composição mineralógica do lodo, tanto seco quanto calcinado, para comparação das principais fases cristalinas presentes. A presença ou não das principais fases cristalinas tem relação direta com as propriedades do compósito.

4.3 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE TGA DO LODO SECO

O problema principal de incorporar lodo de ETA em matrizes cimentícias é a presença de matéria orgânica na sua composição, o que pode impactar na durabilidade do compósito, conforme discutido na seção de revisão teórica (vide Gomes *et al.* 2020; Ruviaro *et al.* 2019). Uma solução para a eliminação da matéria orgânica presente no lodo é realizar o processo de calcinação. No entanto, é de importância que se determine, previamente, “a temperatura ideal de calcinação”, a fim de se evitar consumo excessivo de energia. Portanto, para determinar a “temperatura ideal” para a calcinação do lodo seco, foi realizado o ensaio de TGA, com o objetivo de identificar a partir de qual temperatura a massa correspondente à matéria orgânica é totalmente “consumida”. As discussões sobre a temperatura ideal de calcinação serão apresentadas na seção de resultados e discussões.

O TGA foi realizado em uma termobalança Shimadzu, modelo DTG-60H, onde foram utilizados cadiinhos de alumina e massas de amostra de lodo seco de aproximadamente 10 mg. Foi utilizada uma razão de aquecimento $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, na faixa de temperatura ambiente até $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, em atmosfera de ar sintético com vazão de $50\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$.

4.4 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO FIXADO (MÉTODO CHAPELLE MODIFICADO) E ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP)

A NBR NM 15895 (ABNT, 2010) define o índice de atividade pozolânica de materiais medindo a fixação de hidróxido de cálcio por meio do método de Chapelle modificado. Esta norma se aplica a materiais siliciosos e silico-aluminosos cuja fase amorfa pode reagir com hidróxido de cálcio, classificando-os como materiais pozolânicos. Segundo Mehta e Monteiro (2014), a produção de hidróxido de cálcio é substituída pelo seu consumo, aumentando a durabilidade da pasta hidratada, principalmente em ambientes agressivos. Além disso, os produtos da reação são altamente eficazes no preenchimento dos poros capilares, melhorando diretamente a resistência e a impermeabilidade do sistema. Neste estudo, o teste de Chapelle

modificado foi realizado com base na NBR NM 15895. A Figura 2 mostra as etapas seguidas na realização do teste. O mesmo foi realizado no Laboratório de Materiais e Eletroquímica da UESC.

Figura 2 - Etapas necessárias para a realização do ensaio de Chapelle Modificado.



Fonte: próprio autor.

A Equação 9 é usada para calcular o índice de atividade pozolânica de Chapelle.

$$I_{\text{Ca(OH)}_2} = \frac{28 \cdot (V_3 - V_2) \cdot F_c}{m_2} \cdot 1,32$$

Eq. (9)

onde: $I_{\text{Ca(OH)}_2}$ é o índice de atividade pozolânica de Chapelle, representando o teor de hidróxido de cálcio fixado, expresso em mg/g (miligramas de hidróxido de cálcio consumido por grama de material – neste estudo, lodo de ETA); m_2 é a massa do material pozolânico (em g); V_2 é o volume de HCl consumido no ensaio com a amostra

de lodo (em ml); V_3 é o volume de HCl consumido no ensaio com óxido de cálcio (em ml); F_c é o fator de correção do HCl para uma concentração de 0,1 mol/L; e 1,32 é a razão das massas molares $M(\text{Ca(OH})_2)/M(\text{CaO})$ (para converter o óxido de cálcio fixado em hidróxido de cálcio equivalente). Os resultados dos ensaios de Chapelle modificado podem ser vistos no Apêndice D.

Outro ensaio utilizado para avaliar a atividade pozolânica dos materiais é o índice de atividade pozolânica (IAP). A NBR 5752 (ABNT, 2014) especifica o índice de desempenho aos 28 dias de materiais pozolânicos com cimento Portland, determinado pela comparação da resistência à compressão de argamassa contendo 25 % de substituição de cimento pelo material analisado com a resistência à compressão da argamassa de referência. Neste estudo, o IAP foi determinado usando uma mistura na qual 25 % do cimento Portland CP IV foi substituído por 25 % de lodo de ETA calcinado (LETAC). A produção das misturas e os ensaios de resistência à compressão foram realizados no Laboratório de Medição Experimental e Avaliação da Incerteza (LAMEAI) da UESC. O IAP é calculado usando a Equação 10.

$$IAP_{LETAC} = \frac{R_c(\text{LETAC})}{R_c(\text{controle})} \cdot 100$$

Eq.(10)

onde IAP_{LETAC} é o índice de atividade pozolânica (em %); $R_c(\text{LETAC})$ é a resistência à compressão média aos 28 dias da mistura contendo 25 % de LETAC (em MPa); e $R_c(\text{controle})$ é a resistência à compressão média aos 28 dias da mistura de controle (cimento CP IV, areia e água) (em MPa). Os resultados foram obtidos a partir dos ensaios de resistência à compressão de 24 corpos de prova.

4.5 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: PRODUÇÃO DAS MISTURAS (ARGAMASSAS CIMENTÍCIAS COM LODO DE ETA)

As misturas de argamassas cimentícias com lodo de ETA seco e calcinado foram produzidas no (LAMEAI) da UESC, com base na metodologia apresentada NBR

16738 (ABNT, 2019). Essa norma trata dos procedimentos padronizados para a determinação da resistência à compressão do cimento Portland, pelo método “prismático”. O principal benefício do uso dessa norma é a possibilidade de avaliar também a resistência à tração na flexão das argamassas, além da resistência à compressão, com o mesmo corpo de prova. Os materiais utilizados na produção das misturas foram:

- Cimento Portland CP IV: o cimento utilizado foi o CP IV 32, fornecido pela empresa Valobras, da marca Faciment. A ficha técnica do cimento, disponibilizada pela própria empresa fornecedora, pode ser vista no Anexo 1.
- Areia (agregado miúdo): foi fornecida por uma empresa localizada na cidade de Ilhéus, Bahia, para a realização de pesquisas no âmbito da UESC. A caracterização física e a curva granulométrica da areia podem ser verificadas em Jesus (2024), pois a areia utilizada na presente pesquisa foi da mesma amostragem da utilizada pelo autor supracitado em seu trabalho.
- Água de amassamento: fornecida pela Empresa Baiana de Águas e Saneamento (EMBASA) à cidade de Ilhéus-BA.
- Aditivo superplastificante para argamassa: foi doado para a realização desta pesquisa pela empresa Aditive, localizada na cidade de Guaratinguetá – SP. O aditivo foi utilizado para melhorar a trabalhabilidade das misturas com lodo incorporado, com o intuito de facilitar o processo de moldagem dos corpos de prova.
- Lodo de ETA seco e calcinado.

A escolha do cimento Portland tipo CP IV, em vez de um cimento sem pozolana, está ligada à produção de misturas com lodo de ETA não calcinado, que contém matéria orgânica em sua composição. A ideia inicial era utilizar um cimento que proporcionasse maior durabilidade ao compósito (misturas de argamassas com lodo de ETA). O cimento tipo CP IV proporciona o consumo de parte do hidróxido de cálcio oriundo da hidratação do cimento, o que pode levar a uma melhora na durabilidade das misturas. Em longo prazo a atividade pozolânica está relacionada com a composição mineralógica e química das fases amorfas (Tironi *et al.*, 2013), que se fariam presentes nas misturas justamente pelo teor de pozolana presente no cimento CP IV.

Todas as misturas foram preparadas em uma argamassadeira automática, seguindo uma versão modificada da metodologia da NBR 16738 (ABNT, 2019). Essa modificação foi necessária para incluir o lodo de ETA. Os detalhes dessa alteração são apresentados em “Resultados e Discussões” (seção 5.2).

4.6 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA

O ensaio para medição do índice de consistência das misturas foi realizado no Laboratório de Materiais de Construção Civil da UESC, com base na norma NBR 13276 (ABNT, 2016). Foi utilizado no ensaio uma mesa de espalhamento, que permitiu a aplicação de 30 quedas (uma a cada segundo, aproximadamente), conforme recomenda a norma. Após a aplicação das 30 quedas, os diâmetros correspondentes aos espalhamentos das misturas foram medidos com o auxílio de uma régua de aço de 300 mm de comprimento. O índice de consistência é calculado por meio da Equação 11.

$$IC = \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3},$$

Eq.(11)

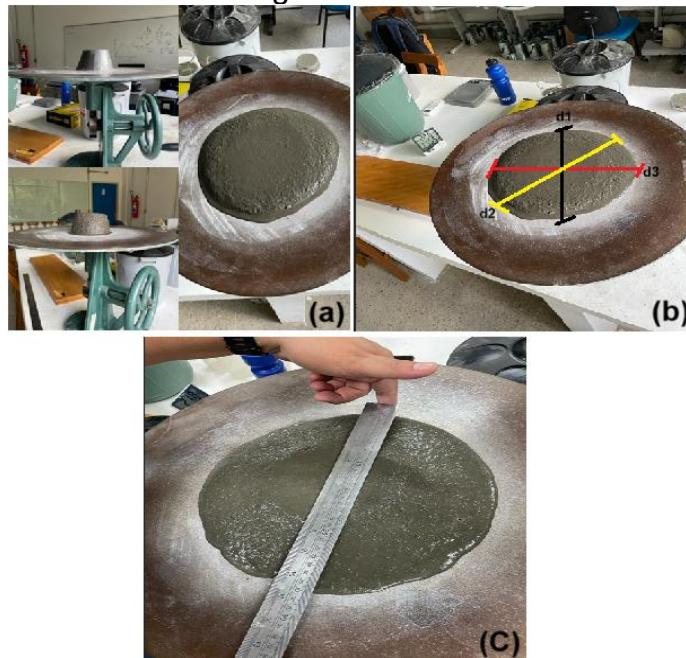
onde:

IC: índice de consistência, em mm;

*d*1, *d*2 e *d*3: três medições de diâmetro em posições diferentes, em mm

Nas Figuras 3(a), 3(b) e 3(c), estão ilustradas a mesa de consistência e uma mistura após o espalhamento, as posições onde cada medida de diâmetro foi realizada e o momento da medição de um diâmetro com a régua metálica, respectivamente.

Figura 3 - (a) Fotos da mesa de espalhamento e de uma mistura após a aplicação dos 30 golpes de queda; (b) indicação das posições onde as 3 medidas de diâmetros foram obtidas; (c) momento da medição de um dos diâmetros com a régua metálica.



Fonte: próprio autor.

A determinação do índice de consistência permitiu avaliar a trabalhabilidade das argamassas produzidas e garantir condições adequadas de moldagem dos corpos de prova. Essa etapa é essencial, pois a consistência influencia diretamente a homogeneidade e o adensamento das misturas, afetando consequentemente o desempenho mecânico obtido nos ensaios subsequentes. Assim, após o ajuste das composições quanto à consistência, foram realizados os ensaios de tração na flexão, conforme descrito na próxima seção.

4.7 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE TRAÇÃO NA FLEXÃO

Para a realização dos ensaios de tração na flexão, após os 28 dias de cura, os corpos de prova prismáticos foram previamente retirados da água saturada de cal e deixados na parte interna do LAMEAI por, aproximadamente, três horas antes do início das atividades preliminares dos ensaios. Essas atividades estão descritas na lista a seguir:

- 1) ligar o aparelho de ar-condicionado na temperatura de 23 °C;
- 2) ligar o termo-higrômetro para acompanhar a temperatura e umidade relativa do ar durante os ensaios (termo-higrômetro foi adquirido com certificado de calibração – vide relatório no Anexo 2);
- 3) realizar a marcação no centro dos corpos de prova, para o correto posicionamento dos mesmos no arranjo de ensaio de tração na flexão;
- 4) realizar as medições da largura da seção transversal (no centro de cada corpo de prova), com um paquímetro digital;
- 5) identificar cada corpo de prova numericamente e com o tipo de mistura usado em sua fabricação (com caneta permanente para não apagar).

Em todos os dias de realização de ensaios, as condições ambientais (temperatura e umidade relativa) do local onde a máquina universal está localizada foram verificadas. Ao todo, 36 corpos de prova foram produzidos para cada mistura. No entanto, devido à limitação da quantidade de moldes metálicos disponíveis para a produção (4 conjuntos de 3 moldes cada) no máximo 12 corpos de prova foram produzidos por dia. Consequentemente, no máximo 12 corpos de prova foram ensaiados por dia de ensaio. As temperaturas e umidades relativas foram verificadas de acordo com o seguinte procedimento:

- Temperatura “T1” e umidade relativa “U1”: verificadas e anotadas antes do ensaio do primeiro corpo de prova;
- Temperatura “T2” e umidade relativa “U2”: verificadas e anotadas logo após o ensaio do sexto corpo de prova;
- Temperatura “T3” e umidade relativa “U3”: verificadas e anotadas logo após o ensaio do último corpo de prova.

De acordo com a ABNT NBR 16738/2019, a temperatura durante os ensaios deve estar entre 21 °C e 25 °C, e a umidade relativa acima dos 50 %. Em todos os dias de produção, nenhuma anotação de temperatura e umidade ficou fora dos limites determinados pela norma supracitada. Os resultados de todos os ensaios de tração

na flexão (para todas as misturas), bem como as informações das medições da temperatura e umidade relativa do ar, podem ser verificados no Apêndice C.

Além das atividades preliminares relatadas na lista acima e da verificação das condições ambientais, foram realizadas medições de tensão elétrica nos disjuntores que fazem parte da instalação elétrica da máquina universal. De acordo com o manual da máquina Universal Shimadzu Autograph (100 kN), a tensão de fornecimento necessária ao correto funcionamento dos sistemas de tração e compressão deve ser de três fases, e a tensão elétrica deve estar entre 200 V e 230 V. Qualquer valor de tensão elétrica fora deste intervalo pode comprometer a confiabilidade dos resultados apontados pelo software da máquina, de acordo com o fabricante.

É de conhecimento de quase toda comunidade acadêmica da UESC (Universidade Estadual de Santa Cruz) que as oscilações e “quedas” no fornecimento de energia elétrica são frequentes. Por esse motivo, tendo em vista a proximidade do início dos experimentos desta pesquisa utilizando a máquina universal, surgiu a necessidade de verificar se as tensões elétricas estavam dentro do intervalo (entre 200 V e 230 V) para o correto funcionamento da máquina, como indica o fabricante no manual da mesma. As medições da tensão elétrica foram realizadas em dias onde a máquina universal estava em funcionamento, inicialmente para ensaios de teste em corpos de prova que foram produzidos para definição das misturas finais. Tais medições foram apenas constatadas no multímetro (sem anotação), a cada início e fim de cada grupo de ensaios. Em nenhuma medição foi verificada valores de tensão elétrica abaixo de 200 V, ou cima de 230 V. O correto seria fazer o apontamento da tensão elétrica ao longo do funcionamento da máquina em um período de uso, desde o início de um grupo de ensaios até o fim de todos esses. Pensando nisso, no dia 17/07/2023, foram realizadas diversas medições de tensão elétrica, compreendendo todo tempo de uso da máquina (naquele dia a máquina foi usada das 8 h 30 min às 11 h 30 min). As medições foram realizadas a cada 10 minutos, em todo o intervalo de tempo mencionado. Os resultados das medições são apresentados na Tabela 4. Assim como nos dias dos ensaios de teste, mais uma vez não foi verificado nenhum valor de tensão elétrica abaixo de 200 V ou acima 230 V.

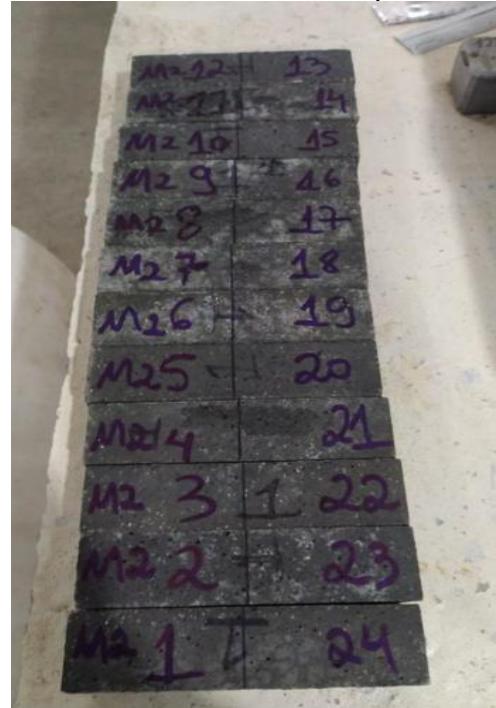
Tabela 4 - Medições de tensão elétrica realizadas nos polos dos disjuntores da máquina universal, a cada 10 minutos, no intervalo de 8 h 30 min às 11 h 30 min.

Horário da medição	Tensão elétrica / V
8 h 40 min	226,0
8 h 50 min	219,7
9 h	219,8
9 h 10 min	220,0
9 h 20 min	218,6
9 h 30 min	218,9
9 h 40 min	224,6
9 h 50 min	217,9
10 h	218,9
10 h 10 min	217,9
10 h 20 min	222,8
10 h 30 min	223,3
10 h 40 min	215,4
10 h 50 min	218,2
11 h	221,9
11 h 10 min	218,3
11 h 20 min	218,0
11 h 30 min	221,6

Fonte: próprio autor.

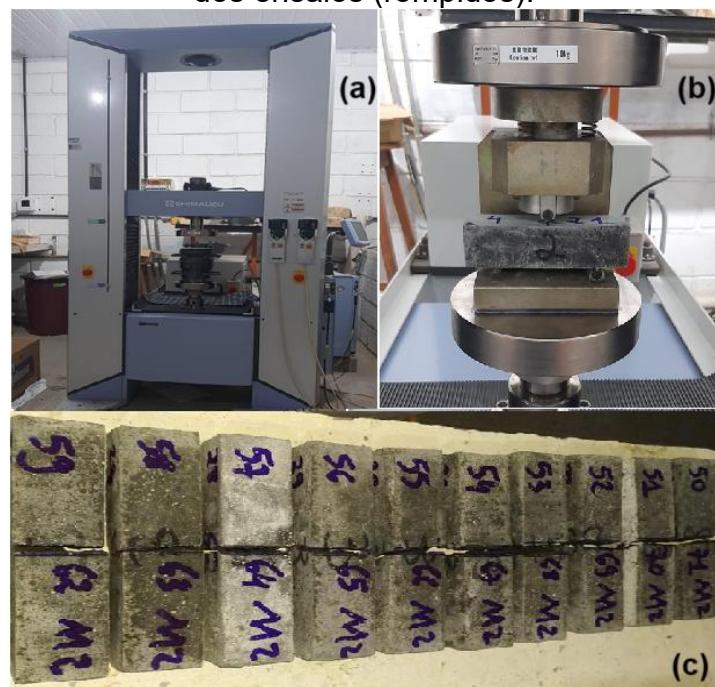
Na Figura 4 estão ilustrados alguns corpos de prova após a realização das atividades preliminares. Os ensaios de resistência à tração na flexão nos corpos de prova prismáticos foram realizados no LAMEAI com a máquina universal de ensaios Shimadzu AG-X Plus 100 kN, a uma velocidade de carregamento de aproximadamente 50 N/s (conforme determina a norma NBR 16738). Nas Figuras 5(a), 5(b) e 5(c) é possível ver a máquina universal utilizada, um corpo de prova posicionado no arranjo de ensaio e alguns corpos de prova após a ruptura, respectivamente.

Figura 4 - Corpos de prova para ensaio de tração na flexão após os procedimentos de atividades preliminares.



Fonte: próprio autor.

Figura 5 - (a) máquina universal utilizada nos ensaios de tração na flexão; (b) corpo de prova posicionado no arranjo de ensaio; (c) corpos de prova após a realização dos ensaios (rompidos).



Fonte: próprio autor.

A resistência à tração na flexão é calculada por meio da Equação 12.

$$R_{f_i} = \frac{1,5 \cdot F_{f_i} \cdot L}{b_i^3},$$

Eq.(12)

onde:

R_{f_i} : resistência à tração na flexão para cada mistura i , em MPa;

F_{f_i} : força aplicada no centro dos corpos de prova de cada mistura i , em N;

L : distância entre os apoios, em mm;

b_i : lado da seção transversal do corpo de prova calculado para cada mistura i , em mm.

O fator numérico 1,5 é uma constante numérica adimensional sem incerteza de medição relacionada à geometria das medições.

O índice “ i ” refere-se a cada mistura apresentada na Tabela 5 da seção 5.2. Para cada uma delas, o resultado do ensaio de resistência à tração na flexão foi expresso como a média aritmética dos resultados individuais (após aplicação das correções indicadas nos certificados de calibração da máquina de universal) obtidos a partir do conjunto de corpos de prova considerados idênticos para cada mistura. Também, foi realizada a verificação de possíveis *outliers* para os resultados de todas as misturas, por meio do método do BoxPlot (TUKEY, 1977, p. 39).

4.8 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS: ENSAIO DE COMPRESSÃO

Imediatamente após a conclusão de todos os ensaios de tração na flexão, as metades de cada corpo de prova (obtidas após as rupturas) foram submetidas ao ensaio de compressão, com base em orientações recomendadas na ABNT NBR

16738/2019. Nas Figuras 6(a), 6(b) e 6(c) estão ilustrados um dos corpos de prova na posição para o ensaio de compressão, as metades de três corpos de prova antes dos ensaios de compressão e os corpos de prova após ruptura, respectivamente. Assim como para os ensaios de tração na flexão, as condições ambientais (temperatura e umidade relativa) do local onde a máquina universal está localizada foram verificadas de acordo com o seguinte procedimento:

- Temperatura “T1” e umidade relativa “U1”: verificadas e anotadas antes do ensaio do primeiro corpo de prova;
- Temperatura “T2” e umidade relativa “U2”: verificadas e anotadas logo após o ensaio do décimo segundo corpo de prova;
- Temperatura “T3” e umidade relativa “U3”: verificadas e anotadas logo após o ensaio do último corpo de prova.

Em todos os dias de produção, nenhuma anotação de temperatura e umidade ficou fora dos limites determinados pela ABNT NBR 16738/2019. Os resultados de todos os ensaios de compressão (para todas as misturas), bem como as informações das medições da temperatura e umidade relativa do ar, podem ser verificados no Apêndice C.

Figura 6 - (a) corpo de prova em posição para o início do ensaio de compressão; (b) corpos de prova antes do início do ensaio de compressão; (c) corpos de prova rompidos e descartados em caixas de papelão.



A resistência à compressão é calculada por meio da Equação 13.

$$R_{ci} = \frac{F_{ci}}{A},$$

Eq.(13)

onde:

R_{ci} : resistência à compressão de cada mistura i , em MPa;

F_{ci} : força máxima de ruptura dos corpos de prova de cada mistura i , em N;

A : área das chapas auxiliares que ficam em contato com o corpo de prova, em mm^2 .

Para cada uma das i misturas, o resultado do ensaio de compressão foi expresso como a média aritmética (após aplicação das correções indicadas nos certificados de calibração da máquina universal) dos resultados individuais obtidos a partir do conjunto de corpos de prova considerados idênticos para cada mistura. Os resultados individuais que apresentaram variação maior que 10 % da média aritmética foram descartados, conforme recomendado na NBR 16738 (ABNT, 2019).

4.9 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO NA FLEXÃO

O cálculo da resistência à tração na flexão é feito por meio da Equação 12. Nessa equação, o valor de F_{f_i} é representado pela média aritmética das forças aplicadas no centro dos corpos de prova, enquanto o valor de b_i é representado pela média aritmética das medidas de lado das seções transversais, para os 36 corpos de prova (considerados idênticos) de cada mistura. O valor da distância entre os apoios, L , foi expresso como a média aritmética de 5 medições.

Para o cálculo da incerteza padrão da grandeza resistência à tração na flexão (R_{f_i}) é necessário realizar a propagação das incertezas associadas às grandezas de

entrada F_{f_i} , L e b_i , por meio da *Lei de Propagação de Incertezas*, descrita no GUM (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement) (BIPM *et al.*, 2012a).

4.9.1 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza carga aplicada no centro do corpo de prova (F_{f_i})

O modelo metrológico da grandeza F_{f_i} é representado pela Equação 14.

$$F_{f_i} = \overline{F_{f_i}} + CR_m + CC_m,$$

Eq.(14)

onde:

$\overline{F_{f_i}}$: média aritmética das n medições de força aplicada no centro dos corpos de prova, para cada mistura i , em N;

CR_m : correção da resolução da máquina de ensaios, em N;

CC_m : correção obtida no relatório de calibração da máquina, em N.

As condições ambientais (temperatura e umidade) que podem influenciar nas medidas, durante a realização dos experimentos, variaram dentro das faixas recomendadas pela ABNT NBR 16738/2019 (temperatura entre 21°C e 25°C e umidade relativa do ar acima de 50 % - vide Apêndice C). As oscilações na qualidade da rede elétrica (tensão) também estiveram dentro dos intervalos permitidos pelo fabricante da máquina universal, conforme já explicado nos parágrafos 3 e 4 da seção 4.7. No entanto, é necessária uma avaliação sistemática (experimental) para a correta avaliação e consideração dessas fontes de incertezas supramencionadas.

Outras duas fontes de incerteza identificadas com potencial de interferir nas medidas estão relacionadas com a forma do corpo de prova e centralização desse no arranjo de ensaio antes da aplicação de carga. Defeitos superficiais nos corpos de prova podem comprometer a correta distribuição de carga durante o ensaio, e isso pode interferir nos valores de carga aplicada lidos no leitor da máquina após os ensaios. Outro fator é a distribuição de carga, que pode não estar totalmente centralizada, por incorreto posicionamento no arranjo de ensaio. Nesse trabalho, foi

avaliado que os corpos de prova estavam em bom estado de forma e que a centralização do corpo de prova no arranjo de ensaio foi realizada de maneira cuidadosa. No entanto, também é necessária uma avaliação experimental para a correta avaliação e consideração dos efeitos das contribuições dessas fontes de incertezas.

O valor da grandeza $\overline{F_{f_l}}$ é calculada por meio da Equação 15:

$$\overline{F_{f_l}} = \frac{\sum_{j=1}^n F_{f_{ji}}}{n},$$

Eq.(15)

onde:

$F_{f_{ji}}$: j -ésima indicação de força aplicada no centro dos corpos de prova, para cada mistura i , em N;

n : quantidade de indicações repetidas usadas para calcular a média aritmética.

Na Equação 14, as grandezas de entrada são $\overline{F_{f_l}}$, CR_m e CC_m , e a grandeza de saída é F_{f_i} . A correção (CR_m) associada a esta fonte de incerteza tem valor igual a zero, mas sua incerteza é significativa, portanto, diferente de zero. A máquina universal utilizada nos ensaios foi calibrada por uma empresa acreditada pela Rede Brasileira de Calibração (RBC), de acordo com a NBR ISO/IEC 17025/2017. No relatório de calibração (disponível para consulta no Anexo 3) emitido pela empresa há informações sobre erros nas medições, por isso, aplicou-se a correção da calibração (CC_m) a cada valor de carga aplicada no centro dos corpos de prova. Logo, dado o modelo de medição da Equação 14, as incertezas consideradas foram:

- Incerteza padrão do Tipo A, devido à repetibilidade nos experimentos (Equação 16):

$$u\left(\overline{F_{f_i}}\right) = \frac{\left(\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (F_{f_{ji}} - \overline{F_{f_i}})^2}{n-1}}\right)}{\sqrt{n}},$$

Eq.(16)

onde:

$u\left(\overline{F_{f_i}}\right)$: incerteza padrão da média (Tipo A) das n medições de força aplicada no centro dos corpos de prova, para cada mistura i , em N.

- Incerteza padrão do Tipo B da correção da resolução do sistema de medição, assumindo uma distribuição uniforme (Equação 17):

$$u_{CR_m} = \frac{R_m}{\sqrt{12}},$$

Eq.(17)

onde:

u_{CR_m} : incerteza padrão da correção da resolução, em N.

R_m : resolução da máquina universal, correspondente à amplitude total do intervalo de valores equiprováveis de leitura.

- Incerteza padrão do Tipo B da correção da calibração da máquina (u_{CC_m}): obtida no relatório de calibração da máquina, em N. Como a incerteza apresentada no relatório é a expandida, a incerteza padrão é calculada pela razão entre a incerteza expandida (da faixa calibrada) e o fator de abrangência (k) relatado.

A Incerteza padrão da força aplicada no centro dos corpos de prova, para cada mistura i , é calculada por meio da Equação 18, que representa a combinação das incertezas de $\overline{F_{f_i}}$, CR_m e CC_m .

$$u(F_{f_i}) = \sqrt{\left(u(\overline{F_{f_i}})\right)^2 + (u_{CR_m})^2 + (u_{CC_m})^2}$$

Eq.(18)

onde:

$u(F_{f_i})$: incerteza padrão da força aplicada no centro dos corpos de prova, para cada mistura i , em N.

Os experimentos foram conduzidos de forma cuidadosa (condições ambientais verificadas), o instrumento de medição utilizado está em boas condições e os procedimentos empregados na realização de todos os ensaios foram padronizados, por isso, considerou-se que $\overline{F_{f_i}}$, CR_m e CC_m são variáveis estatisticamente independentes (não há correlação entre elas). Esta mesma consideração é válida para as demais grandezas medidas diretamente (L) e (b_i).

4.9.2 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza distância entre os apoios (L)

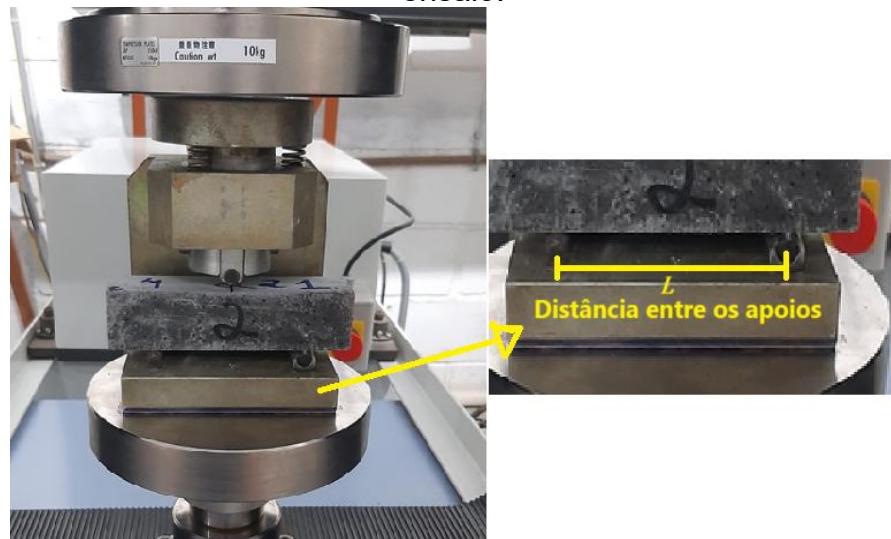
As medições de distância entre os apoios foram realizadas com paquímetro com mostrador digital (Figura 7), considerando as distâncias entre os centros dos dois apoios do arranjo de ensaio (vide Figura 8). Foram inseridos “pontos” nos centros dos cilindros (apoios) para facilitar a indicação dos pontos inicial e final de medição da distância.

Figura 7 - Paquímetro com visor digital utilizado nas medições dos comprimentos dos lados dos corpos de prova.



Fonte: próprio autor.

Figura 8 – Ilustração da distância entre os centros dos apoios do arranjo de ensaio.



Fonte: próprio autor.

O modelo metrológico da grandeza L é representado pela Equação 19.

$$L = \bar{L} + CR_p + CC_p,$$

Eq.(19)

onde:

L : medida de distância entre os apoios, em mm;

\bar{L} : média aritmética das n medições de distância entre os apoios, em mm;

CR_p : correção sistemática da resolução do paquímetro digital, em mm;

CC_p : correção sistemática obtida no relatório de calibração do paquímetro digital, em mm.

O valor da grandeza \bar{L} é calculada por meio da Equação 20:

$$\bar{L} = \frac{\sum_{j=1}^n L_j}{n}$$

Eq.(20)

onde:

L_j : j -ésima medição de distância entre os apoios, em mm;

n : quantidade de medições realizadas.

O mesmo procedimento adotado na seção 4.9.1, para o cálculo da incerteza padrão da grandeza F_{f_i} , foi adotado para o cálculo da incerteza de L . No entanto, as grandezas de entrada do modelo de medição de L são \bar{L} , CR_p e CC_p . A resolução do paquímetro digital foi considerada como uma fonte de incerteza, a correção (CR_p) associada a esta fonte de incerteza tem valor igual a zero, mas sua incerteza é diferente de zero. O paquímetro com mostrador digital utilizado nas medições foi comprado com certificado de calibração rastreado pela RBC, emitido pelo laboratório de calibração da própria empresa vendedora (vide relatório no Anexo 2). No relatório de calibração emitido pela empresa há informações sobre erros nas medições, por isso, aplicou-se a correção da calibração (CC_p) a cada medida de lado.

A incerteza padrão da grandeza L é representada pela Equação 21.

$$u(L) = \sqrt{(u(\bar{L}))^2 + (u_{CR_p})^2 + (u_{CC_p})^2},$$

Eq.(21)

onde:

$u(L)$: incerteza padrão da distância entre os apoios, em mm;

$u(\bar{L})$: incerteza padrão da média aritmética (Tipo A) das n medições de distância entre os apoios, em mm;

u_{CR_p} : incerteza padrão da correção da resolução do paquímetro digital, em mm;

u_{CC_p} : incerteza padrão da correção da calibração do paquímetro digital, em mm.

4.9.3 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza lado da seção transversal (b_i)

As medições de lado da seção transversal de cada corpo de prova (b_i) também foram realizadas com o paquímetro digital (vide Figura 9).

Figura 9 - Momento da medição do lado da seção transversal de um dos corpos de prova.



Fonte: próprio autor.

O modelo de medição para a grandeza b_i é representado pela Equação 22.

$$b_i = \bar{b}_i + CR_p + CC_p,$$

Eq.(22)

onde:

\bar{b}_i : média aritmética das z medições de lado da seção transversal, para cada mistura i , em mm.

O valor de \bar{b}_i é calculado pela Equação 23:

$$\bar{b}_i = \frac{\sum_{j=1}^z b_{ji}}{z},$$

Eq.(23)

onde:

b_{ji} : j -ésima indicação de medida do lado da seção transversal, para cada mistura i , em mm;

z : quantidade de indicações repetidas usadas para calcular a média aritmética.

O mesmo procedimento adotado na seção 4.9.1 para o cálculo da incerteza padrão da grandeza F_{f_i} , que já tinha sido adotado para o cálculo da incerteza padrão de L , foi também utilizado no cálculo da incerteza padrão de b_i . As grandezas de entrada do modelo de medição de b_i são \bar{b}_i , CR_p e CC_p . As explicações sobre CR_p e CC_p já foram descritas na seção 4.9.2.

A incerteza padrão da grandeza b_i é representada pela Equação 24.

$$u(b_i) = \sqrt{\left(u(\bar{b}_l)\right)^2 + \left(u_{CR_p}\right)^2 + \left(u_{CC_p}\right)^2},$$

Eq.(24)

onde:

$u(b_i)$: incerteza padrão do lado da seção transversal calculado para cada mistura i , em mm;

$u(\bar{b}_l)$: incerteza padrão da média aritmética (Tipo A) das n medições lado da seção transversal para cada mistura i , em mm.

u_{CR_p} e u_{CC_p} : são as mesmas da Equação 21.

4.9.4 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (R_{f_i})

A grandeza resistência à tração na flexão é uma medida indireta, calculada a partir da Equação 12. O modelo de medição para a grandeza resistência à tração na flexão, com base na Equação 12, é apresentado na Equação 25.

$$R_{f_i} = \frac{1,5}{n} \cdot \sum_{a=1}^n \left(\frac{F_{f_{ia}}}{b_{ia}^3} \right) \cdot \bar{L},$$

Eq.(25)

onde:

$F_{f_{ia}}$: carga aplicada no centro de cada corpo de prova a , para cada mistura i , em N;

b_{ia} : largura da seção transversal de cada corpo de prova a , para cada mistura i , em mm;

\bar{L} : média aritmética das cinco medidas de distância entre os apoios, em mm;

n : quantidade de medições realizadas para cada mistura.

A incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão é calculada por meio da Equação 26.

$$u(R_{f_i}) = \sqrt{\sum_{y=1}^3 \left(\frac{\partial R_{f_i}}{\partial X_y} \right)^2 \cdot u^2(X_y) + 2 \cdot \left(\frac{\partial R_{f_i}}{\partial X_2} \cdot \frac{\partial R_{f_i}}{\partial X_3} \cdot u(X_2) \cdot u(X_3) \cdot r(X_2; X_3) \right)},$$

Eq.(26)

onde:

$u(R_{f_i})$: incerteza padrão da resistência à tração na flexão, para cada mistura i , em MPa;

X_y : variáveis de entrada ($X_1 = F_{f_i}$, $X_2 = L$, $X_3 = b_i$);

$\frac{\partial R_{f_i}}{\partial X_y}$: derivada parcial da função R_{f_i} em relação à grandeza de entrada X_y (coeficientes de sensibilidade);

$u(X_y)$: incerteza padrão da y -ésima grandeza de entrada que está sendo combinada;

$r(X_2; X_3)$: coeficiente de correlação entre $X_2 = L$ e $X_3 = b_i$.

O segundo termo da Equação 26 corresponde a covariância entre as grandezas L e b_i , cujas medições foram realizadas com o mesmo equipamento (paquímetro digital). De acordo com o GUM, quando o mesmo equipamento é utilizado para as medições de duas grandezas, deve-se considerar a possibilidade de correlação significativa entre elas (BIPM *et al.*, 2012, p. 22).

4.9.5 Coeficiente de contribuição de Kessel para a resistência à tração na flexão (R_{f_i})

A Equação 5 (seção 3) foi utilizada para o cálculo do coeficiente de Kessel para a grandeza F_{f_i} . Já para o cálculo dos coeficientes de Kessel de L e b_i , a Equação 6 (seção 3) foi utilizada, considerando uma análise de sensibilidade para a avaliação da correlação entre L e b_i (coeficientes de correção 0, -1 e 1). Os detalhes relacionados aos cálculos podem ser vistos no Apêndice D.

Nos modelos de medição das grandezas F_{f_i} , L e b_i as fontes de incerteza identificadas foram da repetibilidade, resolução e calibração. A Equação 5 também é utilizada para o cálculo das contribuições de Kessel das fontes de incerteza (repetibilidade, resolução e calibração).

4.10 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DOS ENSAIOS DE COMPRESSÃO

O cálculo da resistência à compressão (R_{c_i}) é feito por meio da Equação 13 (seção 4.8). Nessa equação, o valor de F_{c_i} é representado pela média aritmética das forças máximas de ruptura dos corpos de prova de cada mistura i , enquanto o valor de A é a área das chapas auxiliares em contato com os corpos de prova. Para o cálculo da incerteza padrão da grandeza R_{c_i} é necessário realizar a propagação das incertezas associadas às grandezas de entrada F_{c_i} e A .

4.10.1 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza força máxima de ruptura (F_{c_i})

No trabalho de Dhoska *et al.* (2018), devido à similaridade do sistema de medição da resistência à compressão com o sistema de medição adotado nos ensaios de compressão realizados nesta pesquisa, foi possível verificar que outras fontes de

incerteza (além da repetibilidade, resolução e calibração) podem afetar a exatidão e a precisão dos resultados relacionados à leitura da grandeza força máxima de ruptura:

- Condição de preservação da amostra (*Pr*): pode influenciar os resultados, caso os corpos de prova não estejam em boas condições de ensaio;
- Efeito de planicidade (*Pl*): se as chapas auxiliares não estiverem com as superfícies totalmente planas, o que pode ocorrer, isso pode gerar um certo “desvio de planicidade” das chapas em relação aos pratos de aplicação de carga (da máquina), o que pode impactar na transferência de carga e afetar os resultados;
- Ângulo da superfície de contato das chapas auxiliares com os lados da amostra (*Ac*): qualquer “espaço” entre a chapa de aço e a amostra pode interferir na transferência de carga da chapa para a amostra, e isso pode impactar os resultados;
- Centralização manual da amostra (*Ce*): como a centralização é feita manualmente e visualmente, não há como garantir que a amostra estará exatamente no centro em relação aos tambores da máquina.

Para compensar as possíveis contribuições aleatórias dessas fontes de incerteza, Dhoska *et al.* (2018) propõem o cálculo das incertezas padrão de *Pr*, *Pl*, *Ac* e *Ce* por meio das Equações 27 a 30 (respectivamente).

$$u_{CPr} = 1,5 \% \cdot \overline{F_{c_l}},$$

Eq.(27)

$$u_{CPl} = 1,5 \% \cdot \overline{F_{c_l}},$$

Eq.(28)

$$u_{CAC} = 0,1 \% \cdot \overline{F_{c_l}},$$

Eq.(29)

$$u_{CCe} = 0,5 \% \cdot \overline{F_{c_i}},$$

Eq.(30)

onde:

u_{CPr} : incerteza padrão da correção da condição de preservação da amostra, em N;

u_{CPl} : incerteza padrão da correção do efeito de planicidade entre as chapas auxiliares e os tambores da máquina de ensaio, em N;

u_{CAC} : incerteza padrão da correção do ângulo da superfície de contato das chapas auxiliares com os lados da amostra, em N;

u_{CCe} : incerteza padrão da correção da centralização manual da amostra, em N.

Logo, o modelo metrológico da grandeza F_{c_i} é representado pela Equação 31.

$$F_{c_i} = \overline{F_{c_i}} + CR_m + CC_m + CPr + CPl + CAC + CCe,$$

Eq.(31)

onde:

$\overline{F_{c_i}}$: média aritmética das n medições de forças máximas de ruptura dos corpos de prova, para cada mistura i , em N;

CR_m e CC_m : correção da resolução e correção da calibração da máquina, respectivamente (já relatadas na Equação 14 da seção 4.9.1).

CPr : correção da condição de preservação da amostra, em N;

CPl : correção do efeito de planicidade, em N;

CAC : correção do ângulo da superfície de contato da chapa de aço com os lados da amostra, em N;

CCe : correção da centralização manual da amostra, em N.

O valor da grandeza $\overline{F_{c_i}}$ é calculada por meio da Equação 32:

$$\overline{F_{c_i}} = \frac{\sum_{j=1}^n F_{c_ji}}{n},$$

Eq.(32)

onde:

F_{c_ji} : j -ésima indicação de força máxima de ruptura dos corpos de prova, para cada mistura i , em N;

n : quantidade de indicações presumivelmente repetidas usadas para calcular a média aritmética.

O mesmo procedimento adotado na seção 4.9.1, para o cálculo da incerteza da grandeza F_{f_i} , foi adotado para o cálculo da incerteza de F_{c_i} . No modelo metrológico da Equação 31 as grandeszas de entrada são $\overline{F_{c_i}}$, CR_m , CC_m , CPr , CPl , CAc e CCe , e a grandeza de saída é F_{c_i} .

A incerteza padrão da grandeza F_{c_i} é representada pela Equação 33.

$$u(F_{c_i}) = \sqrt{\left(u(\overline{F_{c_i}})\right)^2 + (u_{CR_m})^2 + (u_{CC_m})^2 + (u_{CPr})^2 + (u_{CPl})^2 + (u_{CAc})^2 + (u_{CCe})^2},$$

Eq.(33)

onde:

$u(F_{c_i})$: incerteza padrão da força máxima de ruptura, em N;

$u(\overline{F_{c_i}})$: incerteza padrão da média aritmética (Tipo A) das n medições de força máxima de ruptura, para cada mistura i , em N;

u_{CR_m} e u_{CC_m} : incertezas do Tipo B das correções da resolução e calibração, respectivamente (já descritas na seção 4.9.1);

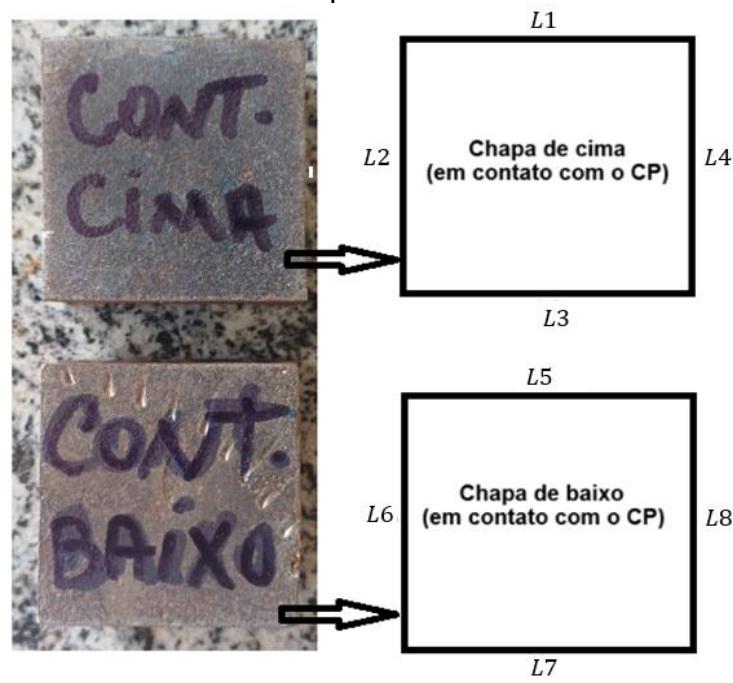
u_{CP_r} , u_{CPl} , u_{CAC} e u_{CCe} : incertezas padrão associadas às Equações 27 a 30.

Como as condições ambientais foram controladas e o método de medição foi o mesmo em todos os ensaios, considerou-se que as correções, com exceção da correção da calibração, são iguais a zero. No relatório de calibração da máquina universal (Anexo 3) há informações sobre erros nas medições, por isso, aplicou-se a correção da calibração (CC_m) a cada valor de força máxima de ruptura.

4.10.2 Modelo de medição e incerteza padrão para a grandeza área das chapas auxiliares (A)

A norma ABNT NBR 16738/2019 recomenda a utilização de chapas auxiliares de aço, cuja espessura mínima seja de 10 mm e a área em contato com o corpo de prova seja considerada quadrada (40 mm x 40 mm). No entanto, como as dimensões dos lados das chapas auxiliares utilizadas nos ensaios não tem exatamente 40 mm, foram realizadas medidas de todos os lados das chapas em contato com o corpo de prova (tanto na parte de cima quanto na parte de baixo), para o cálculo mais preciso das áreas das chapas auxiliares. Essas medidas foram denominadas $L1$, $L2$, $L3$, $L4$, $L5$, $L6$, $L7$ e $L8$. (vide esquema que ilustra as chapas auxiliares utilizadas nos ensaios e a determinação das medidas dos lados – Figura 10).

Figura 10 - Chapas auxiliares utilizadas nos ensaios de compressão e determinação das medidas dos lados que ficaram em contato com os corpos de prova.



Fonte: próprio autor.

Para considerar todas as combinações de áreas das chapas, o cálculo foi realizado conforme a Equação 34. Para cada lado foram realizadas 5 medições.

$$A = \frac{(L1 \cdot L2) + (L1 \cdot L4) + (L2 \cdot L3) + (L3 \cdot L4) + (L5 \cdot L6) + (L5 \cdot L8) + (L6 \cdot L7) + (L7 \cdot L8)}{8},$$

Eq.(34)

onde:

A : área das chapas auxiliares que ficam em contato com o corpo de prova, em mm^2 ;

$L1, L2, L3, L4$: lados da chapa auxiliar superior que ficou em contato com os corpos de prova, em mm;

$L5, L6, L7$ e $L8$: lados da chapa auxiliar inferior que ficou em contato com os corpos de prova, em mm.

Para o cálculo da incerteza padrão da grandeza área (A) é necessário propagar as incertezas das grandezas $L_1, L_2, L_3, L_4, L_5, L_6, L_7$ e L_8 . O modelo metrológico das grandezas L_1 à L_8 é apresentado na Equação 35.

$$L_b = \bar{L}_b + CR_p + CC_p,$$

Eq.(35)

onde:

L_b : medida do lado b da chapa, em mm;

\bar{L}_b : média aritmética das cinco indicações para cada lado b , em mm;

$b = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7$ e 8 .

CR_p e CC_p : já relatadas na seção 4.9.2.

Logo, a incerteza padrão de L_b é calculada por meio da Equação 36.

$$u(L_b) = \sqrt{(u(\bar{L}_b))^2 + (u_{CR_p})^2 + (u_{CC_p})^2},$$

Eq.(36)

onde:

$u(L_b)$: incerteza padrão da medida de cada lado b , em mm;

$u(\bar{L}_b)$: incerteza padrão da média aritmética (Tipo A) das cinco indicações para cada lado b , em mm;

u_{CR_p} e u_{CC_p} : as mesmas da Equação 19.

As medições das grandezas L_1 à L_8 foram realizadas com o mesmo paquímetro digital, por isso, deve-se considerar também a covariância entre as grandezas. Ao realizar a propagação das incertezas de L_1 à L_8 para a área (A), a incerteza padrão desta grandeza pode ser calculada por meio da Equação 37.

$$u(A) = \sqrt{\sum_{b=1}^8 \left(\frac{\partial A}{\partial L_b}\right)^2 \cdot u^2(L_b) + 2 \sum_{b=1}^7 \sum_{j=b+1}^8 \frac{\partial A}{\partial L_b} \cdot \frac{\partial A}{\partial L_j} \cdot u(L_b) \cdot u(L_j) \cdot r(L_b; L_j)},$$

Eq.(37)

onde:

$u(A)$: incerteza padrão da grandeza área, em mm^2 ;

$\frac{\partial A}{\partial L_b}$: coeficientes de sensibilidade;

$r(L_b; L_j)$: coeficientes de correlação entre L_b e L_j .

4.10.3 Incerteza padrão para a grandeza R_{ci}

A grandeza resistência à compressão é uma medida indireta, calculada a partir da Equação 13 (apresentada na seção 4.8). O modelo de medição para a grandeza resistência à compressão, com base na Equação 13, é apresentado na Equação 38.

$$R_{ci} = \frac{1}{n} \cdot \frac{\sum_{a=1}^n F_{cia}}{A},$$

Eq.(38)

onde:

F_{cia} : força máxima de ruptura de cada corpo de prova a , para cada mistura i , em N;

A : área das chapas auxiliares, em mm^2 ;

n : quantidade de medições realizadas para cada mistura.

A incerteza padrão da grandeza resistência à compressão é calculada por meio da Equação 39.

$$u(R_{ci}) = \sqrt{\sum_{p=1}^2 \left(\frac{\partial R_{ci}}{\partial X_p} \right)^2 \cdot u^2(X_p)},$$

Eq.(39)

onde:

$u(R_{ci})$: incerteza padrão da resistência à compressão, para cada mistura i , em MPa;

X_p : variáveis de entrada ($X_1 = F_{ci}$, $X_2 = A$)

$\frac{\partial R_{ci}}{\partial X_p}$: coeficientes de sensibilidade;

$u(X_p)$: incerteza padrão da p -ésima grandeza de entrada que está sendo combinada.

Como as grandeszas força máxima e área foram obtidas a partir de equipamentos de medição diferentes, não foi considerado o efeito da covariância entre essas grandeszas.

4.10.4 Coeficientes de contribuição de Kessel para a resistência à compressão (R_{ci})

A Equação 5 (seção 3) deve ser utilizada para o cálculo das contribuições das componentes F_{ci} e A para a grandeza R_{ci} .

Para o cálculo das contribuições de Kessel das fontes de incerteza associadas aos modelos de metrológicos das grandeszas F_{ci} e L_b , basta realizar a divisão das variâncias de cada fonte de incerteza pela variância de cada grandeza. Já para o cálculo das contribuições de Kessel relacionadas à grandeza área (A) foi utilizada a Equação 6 (da seção 3), considerando as correlações entre as medidas dos lados ($r(L_b; L_j)$ – também para os coeficientes de correlação 0, -1 e 1).

4.11 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PARA O ENSAIO DE CHAPELLE MODIFICADO

Para fins de cálculo da incerteza padrão do índice de atividade pozolânica Chapelle, a Equação 9 descrita na seção 4.4 foi melhor explicitada, haja vista que da forma simplificada como está apresentada na NBR 15895 camufla fontes de incertezas. Como não se tinha informações a respeito da rastreabilidade metrológica (relatórios de calibração) dos equipamentos utilizados nas medições de volume e massa (balança de precisão e vidrarias), optou-se por chamar a incerteza padrão do $I_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$ de “incerteza de $I_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$ ”. A forma ampliada da Equação 9 é representada na Equação 40.

$$I_{\text{Ca}(\text{OH})_2} = \frac{25 M_{\text{Ca}(\text{OH})_2} \cdot (V_3 - V_2) \cdot C_{\text{HCl}}}{2 V_s \cdot m_2}$$

Eq.(40)

onde:

$I_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$: índice de atividade pozolânica de Chapelle (descrito na seção 4.4), em mg/g;

V_3 : volume de HCl gasto no ensaio em branco (descrito na seção 4.4), em mL;

V_2 : volume de HCl consumido na amostra com lodo (descrito na seção 4.4), em mL;

V_s : volume de HCl consumido na padronização, em mL; e o 25 é o volume teórico (constante) que deveria ser gasto na titulação de padronização, em mL;

m_2 : massa da amostra, em g;

$M_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$: massa molar do hidróxido de cálcio, em mg/mol;

C_{HCl} : concentração do HCl (0,1 mol/L), em mol/L;

2: devido a estequiometria da reação química que ocorre no ensaio de Chapelle, onde 1 mol de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ reage com 2 mols de HCl para corrigir a relação entre os mols de ácido titulados e os mols de hidróxido correspondentes.

Assim, $I_{\text{Ca(OH)}_2}$ pode ser agora expresso como função das grandezas de entrada $V_3, V_2, V_s, M_{\text{Ca(OH)}_2}, m_2$ e C_{HCl} . As grandezas V_3, V_2 e V_s são independentes, pois as vidrarias usadas no ensaio são diferentes, ou seja, não é usada a mesma bureta para medir V_2 , V_3 e V_s . Os ensaios foram realizados em três dias diferentes, cujas vidrarias foram separadas para cada um dos dias, pois havia o receio de no momento da realização dos ensaios não estarem disponíveis. As vidrarias do ensaio do dia um foram lavadas logo após o término do experimento e colocadas para secar. Mas, a vidraria dos dias dois e três já estavam separadas em um armário. Também não há correlação entre m_2 e $M_{\text{Ca(OH)}_2}$, haja vista que m_2 (massa da amostra com lodo de ETA) foi medida com uma balança de precisão e o valor de $M_{\text{Ca(OH)}_2}$ obtido a partir das massas molares de Ca, O e H.

Para o ensaio de Chapelle, as incertezas associadas às medições foram avaliadas de forma padrão (do Tipo A e B), considerando as variabilidades observadas nas repetições e as estimativas típicas dos instrumentos utilizados. Entretanto, não foram disponíveis certificados de calibração rastreáveis para a balança de precisão e as vidrarias empregadas (buretas, pipetas e balões volumétricos). Diante disso, em função da ausência de certificados de calibração específicos para os instrumentos utilizados nos ensaios — tais como vidrarias e balança — optou-se por estimar as incertezas que deveriam ser associadas às calibrações a partir das informações de classe de exatidão (e da linearidade declarada pelo fabricante da balança analítica).

4.11.1 Incerteza padrão para as grandezas $V_3, V_2, V_s, m_2, M_{\text{Ca(OH)}_2}$ e C_{HCl}

Dado o modelo de medição apresentado na Equação 40, cujas grandezas de entrada são $V_3, V_2, V_s, m_2, M_{\text{Ca(OH)}_2}$, as incertezas padrão consideradas foram:

- Grandezas V_3, V_2, V_s :
 - Incerteza padrão de repetibilidade Tipo A. O desvio padrão experimental da média para 3 medições repetidas de V_3, V_2 e V_s ;
 - Incerteza padrão da resolução da bureta (tipo B), considerando uma distribuição retangular (resolução da bureta de 0,1 mL);

- Incerteza padrão de calibração. Como as buretas não são calibradas, estimamos essa incerteza (Tipo B) da tolerância (classe de exatidão) informada pelo fabricante da bureta, considerando uma distribuição retangular (tolerância do fabricante igual a $\pm 0,5 \text{ mL}$).

- Grandeza m_2 :

- Não há incerteza padrão do Tipo A, pois tanto para o lodo seco sem calcinar quanto para o lodo calcinado as massas pesadas foram sempre 1,0006 g. O objetivo era realizar essa medição dentro do limite informado na NBR 15895 ($1,000 \pm 0,001$ g) e manter a mesma massa “medida” para todos os ensaios;

- Incerteza padrão da resolução da balança (Tipo B), considerando uma distribuição retangular (amplitude da resolução da balança é 0,0001 g);

- Incerteza padrão de calibração. Como a balança analítica não possuía certificado de calibração vigente, a incerteza padrão do tipo B associada à sua indicação foi estimada a partir da especificação de linearidade fornecida pelo fabricante. Considerou-se uma distribuição retangular, com desvio de linearidade máximo de 0,0003 g.

- Grandeza $M_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$

A incerteza padrão $u(M_{\text{Ca}(\text{OH})_2})$ foi calculada com base nas massas molares dos elementos químicos cálcio, hidrogênio e oxigênio, verificadas na tabela periódica de elementos químicos da International Union of Pure and Applied Chemistry (IUAPC, 2022).

- Grandeza C_{HCl}

A solução de ácido clorídrico empregada no ensaio de Chapelle Modificado, conforme prescrito pela NBR 15895 (ABNT, 2010), foi preparada a partir de ácido concentrado (pureza de 37 % e densidade aproximada de $1,17 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$) e, posteriormente, padronizada com carbonato de sódio anidro (Na_2CO_3). Para a padronização, foram utilizados 2,6500 g de Na_2CO_3 dissolvidos em água destilada e diluídos em balão volumétrico de 500 mL, obtendo-se uma solução padrão aproximadamente $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. As titulações foram realizadas com alíquotas de 25,00 mL dessa solução, utilizando-se uma bureta de 25 mL Classe A, até o ponto de

equivalência, com o indicador adequado. A concentração do HCl foi calculada conforme a relação estequiométrica (1:2) da reação entre o carbonato e o ácido, expressa pela Equação 41.

$$C_{\text{HCl}} = \frac{2 m \cdot p \cdot V_a}{M_{(\text{Na}_2\text{CaCO}_3)} \cdot V_f \cdot V_s},$$

Eq.(41)

onde:

m : massa medida do Na_2CO_3 , em g;

p : pureza (fração mássica);

V_a : volume da alíquota pipetada, em mL;

$M_{(\text{Na}_2\text{CaCO}_3)}$: massa molar do Na_2CO_3 (105,9888), em $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$;

V_f : volume total do balão volumétrico, em mL;

V_s : volume médio de HCl gasto na titulação, em mL;

2: devido a estequiometria da reação química entre o Na_2CO_3 (padrão primário) e o HCl (ácido a padronizar), onde 1 mol de Na_2CO_3 reage com 2 mols de HCl.

A incerteza padrão combinada de C_{HCl} foi obtida pela Equação 42:

$$\frac{u(C_{\text{HCl}})}{C_{\text{HCl}}} = \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u(V_a)}{V_a}\right)^2 + \left(\frac{u(M_{(\text{Na}_2\text{CaCO}_3)})}{M_{(\text{Na}_2\text{CaCO}_3)}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_f)}{V_f}\right)^2 + \left(\frac{u(V_s)}{V_s}\right)^2},$$

Eq.(42)

Na ausência de certificados de calibração, as incertezas padrão associadas às medições de massa e volume foram estimadas a partir das classes de exatidão e tolerâncias declaradas pelos fabricantes, adotando-se distribuições retangulares para os desvios limites especificados.

4.11.2 Incerteza padrão combinada (grandeza $I_{\text{Ca(OH)}_2}$)

Para o cálculo da incerteza de $I_{\text{Ca(OH)}_2}$, é necessário propagar as incertezas de $V_3, V_2, V_s, M_{\text{Ca(OH)}_2}, m_2$ e C_{HCl} por meio da LPI. A Equação 43 é utilizada no cálculo da incerteza padrão de $I_{\text{Ca(OH)}_2}$.

$$\frac{u(I_{\text{Ca(OH)}_2})}{I_{\text{Ca(OH)}_2}} = \sqrt{\left(\frac{u(M_{\text{Ca(OH)}_2})}{M_{\text{Ca(OH)}_2}}\right)^2 + \left(\frac{u(C_{\text{HCl}})}{C_{\text{HCl}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_3 - V_2)}{V_3 - V_2}\right)^2 + \left(\frac{u(V_s)}{V_s}\right)^2 + \left(\frac{u(m_2)}{m_2}\right)^2},$$

Eq.(43)

onde:

$u_c(I_{\text{Ca(OH)}_2})$: incerteza do índice de atividade pozolânica Chapelle, em mg/g;

$V_3, V_2, V_s, M_{\text{Ca(OH)}_2}, m_2$ e C_{HCl} (especificados na Equação 40);

Embora os ensaios tenham sido conduzidos em ambiente laboratorial — contexto no qual usualmente se adota uma probabilidade de abrangência de 95 % para a determinação da incerteza expandida — a natureza do mensurando utilizado nesta pesquisa impõe considerações adicionais. O índice de Chapelle é obtido a partir da reação de um material intrinsecamente heterogêneo e altamente sensível a variações de composição, como o lodo de ETA incorporado a misturas cimentícias. Essa variabilidade estrutural e química do material de entrada tende a amplificar a dispersão observada nos resultados, mesmo sob condições controladas de laboratório. Assim, apesar de o ambiente experimental favorecer a adoção de uma PA de 95 %, a variabilidade associada ao mensurando justifica o uso também de uma PA de 90 % como referência para os cálculos, uma vez que esse valor evita intervalos de abrangência excessivamente amplos e mantém a sensibilidade da análise comparativa entre misturas. Por isso, os cálculos foram realizados para ambas as probabilidades, e os resultados para a PA de 90 % e PA de 95 % são apresentados e discutidos na seção 5.5. Todos os cálculos referentes à avaliação da incerteza de

medição (padrão e expandida) para o ensaio de Chapelle modificado podem ser verificados no Apêndice D, planilha “ensaio_Chapelle_modificado”.

4.12 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PARA O ENSAIO ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP_{LETAC})

Para a obtenção da incerteza expandida a partir da PDF da grandeza de saída (IAP_{LETAC}), adotou-se o intervalo de cobertura mais curto (Highest Probability Density Interval - HPD) contendo 90 % dos resultados da simulação de Monte Carlo. Quando a PDF da grandeza de saída é assimétrica, as duas caudas podem ter larguras muito diferentes, e o intervalo central deixa de representar a menor região que contém a probabilidade desejada. Assim, essa abordagem evita a suposição de simetria na PDF de saída e representa de forma mais realista a região de maior densidade de probabilidade do mensurando.

Para o cálculo da incerteza expandida do índice de atividade pozolânica (IAP_{LETAC}), adotou-se um roteiro metodológico baseado na caracterização estatística das grandezas de entrada. Inicialmente, foram aplicados testes de hipótese de normalidade (Shapiro–Wilk) às variáveis $R_c(LETAC)$ e $R_c(controle)$, com o objetivo de verificar a aderência de suas distribuições de probabilidade ao modelo Gaussiano. Constatou-se que $R_c(LETAC)$ não apresenta distribuição normal, enquanto $R_c(controle)$ se ajustava satisfatoriamente à distribuição normal (p -valor $> 0,05$). Diante disso, optou-se por empregar o método de Monte Carlo disponível na *NIST Uncertainty Machine* (<https://uncertainty.nist.gov/>), uma vez que essa ferramenta permite a propagação de incertezas para variáveis de entrada com distribuições não normais. A calculadora de incertezas é uma aplicação de software programada para avaliar a incerteza da medição associada a uma variável de saída definida por um modelo de medição da forma $y = f(x_1, \dots, x_n)$. A partir da inserção do valor estimado, dos desvios padrões e das FDPs associadas às grandezas de entrada x_1, \dots, x_n , a calculadora fornece uma FDP para a grandeza de saída y .

Na simulação, considerou-se $R_c(LETAC)$ com distribuição lognormal — hipótese confirmada por meio do teste de Kolmogorov–Smirnov — e $R_c(controle)$ com distribuição normal, conforme verificado pelo teste de Shapiro–Wilk. A simulação foi

executada com 10 000 iterações (amostras), gerando uma distribuição de saída para o mensurando IAP_{LETAC} . A partir dessa distribuição, foram extraídas 5 000 amostras representativas, utilizadas para o cálculo do intervalo de cobertura mais curto correspondente a uma probabilidade de abrangência de 90 %. Com base nesse intervalo, determinaram-se as incertezas expandidas assimétricas U_- e U_+ associadas aos limites inferior e superior de cobertura. Os detalhes completos do procedimento e dos cálculos implementados podem ser consultados no Apêndice D, na planilha intitulada “IAP_incerteza”.

4.13 AVALIAÇÃO DA INCERTEZA PADRÃO PARA O ENSAIO ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA

Para avaliar a incerteza do índice de consistência, cujo cálculo é realizado pela Equação 11 descrita na seção 4.6, primeiro é necessário realizar a propagação da incerteza padrão da medição do diâmetro de espalhamento (d) para a grandeza IC . O cálculo da incerteza padrão da grandeza IC (índice de consistência) é realizado por meio da Equação 44.

$$u_c(IC) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \left(\frac{\partial IC}{\partial d_i} \cdot u(d_i) \right)^2}$$

Eq.(44)

onde:

$u_c(IC)$: incerteza padrão da grandeza índice de consistência, em mm;

$u(d_i)$: incerteza padrão para o diâmetro d_i , em mm.

Para o ensaio de índice de consistência, as incertezas associadas às medições foram avaliadas de forma padrão (do Tipo A e Tipo B). A do Tipo B considerada foi apenas da resolução (para uma FDP retangular). Como não estava disponível certificado de

calibração rastreável para a régua metálica usada nas medições de diâmetro, não foi possível determinar o fator de cobertura (k) correspondente a um nível de confiança especificado, o que impossibilita a obtenção da incerteza expandida. Assim, os resultados apresentados referem-se apenas às incertezas padrão. Os cálculos das incerteza padrão de $u_c(IC)$ pode ser verificado no Apêndice D, na planilha “ensaio Índice Consistência”.

4.14 INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS RESULTADOS DAS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO

Uma vez conhecidas as incertezas padrão da resistência à tração na flexão e da resistência à compressão, as suas incertezas expandidas foram calculadas pelos métodos propostos pela LPI e, também, por meio da abordagem proposta no suplemento 1 do GUM (ISO-S1) – método de Monte Carlo (MMC). Como relatado na seção 3.7.2 da revisão bibliográfica, o procedimento abordado pelo GUM (BIPM *et al.*, 2012a) com aplicação da equação de Welch-Satterthwaite contém limitações que devem ser levadas em consideração em certos modelos de medição.

No caso da resistência à tração na flexão, a função de medição (Equação 12) possui não linearidade significativa. Além disso, a análise dos histogramas dos resultados das grandezas de entrada F_{f_i} e b_i deixa dúvidas sobre o comportamento gaussiano dessas grandezas. Para a resistência à compressão, apesar da forte linearidade da função de medição (Equação 13), foram verificadas pequenas assimetrias nos histogramas dos resultados da grandeza de entrada força máxima de ruptura (F_{c_i}), gerando também dúvidas sobre o comportamento gaussiano dessas grandezas.

Mesmo considerando que as condições dos ensaios de resistência à tração na flexão e compressão foram controladas, optou-se pela probabilidade abrangência de 90 % no cálculo dos intervalos de abrangência (maiores explicações na seção 5.11). As incertezas expandidas calculadas a partir da probabilidade de abrangência de 90 % foram associadas aos valores das resistências à tração na flexão e compressão apresentados nas seções 5.7 (Resistência à tração na flexão) e 5.8 (Resistência à compressão).

Para o cálculo do intervalo de abrangência pelo método de Monte Carlo utilizou-se a calculadora de incerteza do NIST. A partir então dessa FDP de saída, o programa do software calcula os intervalos de abrangência e a incerteza padrão de medição. A principal limitação está para os casos onde a FDP de saída pode ser ajustada para uma FDP gaussiana (aproximadamente). Nesses casos, os intervalos de abrangência são calculados considerando graus de liberdade infinitos (sem a possibilidade de atribuir diferentes graus de liberdade para as fontes de incerteza). O uso da calculadora do NIST foi baseado na leitura previa do manual do usuário elaborado por Lafarge e Possolo (2020).

4.15 PLANILHA COM CÁLCULOS DOS VALORES NUMÉRICOS DAS GRANDEZAS E SUAS INCERTEZAS

Antes de prosseguir para a realização dos experimentos, é imprescindível que seja desenvolvida uma planilha ou programa de computador com os cálculos dos valores numéricos das medições diretas e indiretas, e suas incertezas. Essa planilha contém todas as equações dos modelos de medição, estatísticas e gráficos que serão utilizados na interpretação e apresentação dos resultados.

O desenvolvimento prévio dessa planilha, antes de realizar os experimentos, permite:

- a) identificar possíveis erros grosseiros na formulação ou operação dos experimentos, pois ao emular, com dados da literatura (o que ocorrerá durante a realização dos experimentos), falhas podem ser detectadas e corrigidas antes de realizar os mesmos;
- b) avaliar previamente se a instrumentação a ser realizada é adequada, pois considera as incertezas de calibração e resolução previamente a realização dos experimentos e assim modela se as incertezas desses instrumentos, ou seja, suas qualidades são adequadas;
- c) torna mais eficiente a realização dos experimentos, pois permite ajustar (diminuir ou aumentar) a quantidade de repetições necessárias para

atingir a incerteza-alvo, ainda durante a realização das rodadas experimentais;

- d) possibilita a avaliação em tempo real dos valores coletados nos experimentos, pois à medida que os dados são coletados e inseridos na planilha já disponível, gráficos, histogramas, tratamentos estatísticos e metrológicos são realizados e apresentados aos pesquisadores, que podem definir a necessidade de repetir os experimentos ou interrompê-los se detectar que as metas foram atingidas;

Deixar o desenvolvimento da planilha de cálculos para depois da realização dos experimentos é arriscado, pois não permite ajustar a experimentação em tempo real, portanto se um problema for detectado a posteriori deve-se voltar para a bancada de laboratório ou para o campo, o que acarretará maior esforço (de tempo ou de recursos econômicos, ambientais, físicos ou humanos) ou pode ser impossível de fazê-lo.

Além disso, visto que, a planilha com os cálculos fenomenológicos, estatísticos ou metrológicos deverá ser desenvolvida em algum momento, é melhor que seja antes da realização dos experimentos, pelos motivos acima expostos.

As planilhas com os cálculos foram desenvolvidas e encontram-se disponíveis no Apêndice D.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Seção 5 apresenta os resultados obtidos a partir dos procedimentos experimentais descritos na metodologia, seguidos das respectivas análises e discussões. Inicialmente, são expostos os dados relativos à secagem e moagem do lodo de ETA, evidenciando as condições de processamento e secagem desse resíduo e sua adequação para uso nas misturas cimentícias estudadas. Em sequência, são apresentados os aspectos operacionais e observações referentes à produção das “novas misturas de argamassas”, destacando a uniformidade das amostras e as particularidades observadas durante a homogeneização.

Os resultados das análises termogravimétricas (TGA) permitiram identificar os eventos térmicos associados às transformações físico-químicas do lodo seco, permitindo definir a temperatura de calcinação “ideal” para o lodo de ETA. Complementarmente, os difratogramas de raios X (DRX), realizados tanto para o lodo seco quanto para o lodo calcinado, possibilitaram a identificação das fases principais fases químicas predominantes, indicando o potencial pozolânico do material calcinado (devido a presença de fases amorfas). A análise do teor de hidróxido de cálcio fixado, segundo o método Chapelle modificado, aliada ao índice de atividade pozolânica (IAP), forneceu informações quantitativas sobre a reatividade do lodo frente ao cimento Portland.

A seção também apresenta os resultados do ensaio de índice de consistência das argamassas, os quais refletem a influência do lodo na trabalhabilidade das misturas. Em seguida, são analisadas as resistências mecânicas à tração na flexão e à compressão, com ênfase na comparação entre as misturas de referência e os modificados com adição de lodo como enchimento, permitindo inferências sobre o desempenho mecânico das argamassas.

Por fim, são discutidas de forma crítica as incertezas associadas ao ensaio químico do teor de hidróxido de cálcio fixado pelo método Chapelle modificado e aos ensaios físicos de resistência mecânica. Primeiramente, abordam-se as incertezas padrão para os resultados de tração na flexão e compressão, considerando as fontes de incerteza presentes nos ensaios. Em seguida, são avaliadas as incertezas expandidas, de modo que foi possível uma interpretação estatística mais robusta dos

dados, especialmente no que se refere à sua conformidade com limites normativos (para algumas aplicações) e à confiabilidade dos resultados obtidos.

5.1 SECAGEM E MOAGEM DO LODO DE ETA

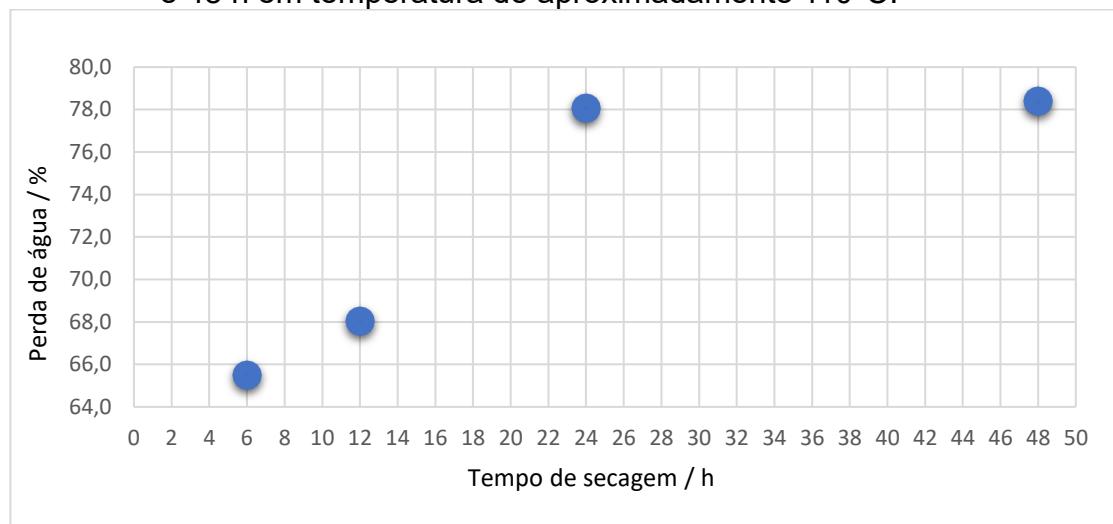
Em alguns trabalhos verificados na literatura (Gomes *et al.*, 2020; He *et al.*, 2021; Gomes *et al.*, 2022) os autores citam a norma ASTM C70-20 como base para a realização da secagem das amostras de lodo de ETA que foram empregadas nessas pesquisas, cujas condições de secagem foram temperatura de (aproximadamente) 105°C e tempo de 24 h. A ideia do teste de secagem realizado neste trabalho era saber se essas condições verificadas na literatura (temperatura de aproximadamente 105°C e tempo de secagem de 24 h) seriam suficientes para remover a água presente no lodo, ou ainda se restaria algum percentual após as 24 h. A massa de lodo bruto colocada para secar na estufa foi sempre a mesma, aproximadamente 1840 g, para todos os tempos de secagem. O lodo antes e após o processo de secagem está ilustrado na Figura 11(a) e na Figura 11(b), respectivamente. Já o gráfico de secagem está apresentado na Figura 12.

Figura 11 - (a) lodo bruto na estufa elétrica antes da secagem; (b) lodo bruto após a secagem.



Fonte: próprio autor.

Figura 12 - Curva de secagem do lodo bruto para os tempos de 6 h, 12 h, 24 h e 48 h em temperatura de aproximadamente 110°C.



Fonte: próprio autor.

Com base no gráfico de secagem (Figura 12), verifica-se que a perda de água entre os tempos de 24 h e 48 h foi de menos de 1 %, por isso, determinou-se como tempo ideal de secagem 24 h, para todo o restante do lodo coletado. Quanto a temperatura de secagem, a estufa utilizada no processo foi regulada para 105°C. No entanto, ao verificar a temperatura com um termômetro, a mesma ficava sempre entre 108°C e 110°C. Ao final do processo de cada secagem, o lodo retirado da estufa foi armazenado em outro balde, e este permanecia sempre fechado. O procedimento total de secagem ocorreu entre 02/11/2022 até 01/02/2023.

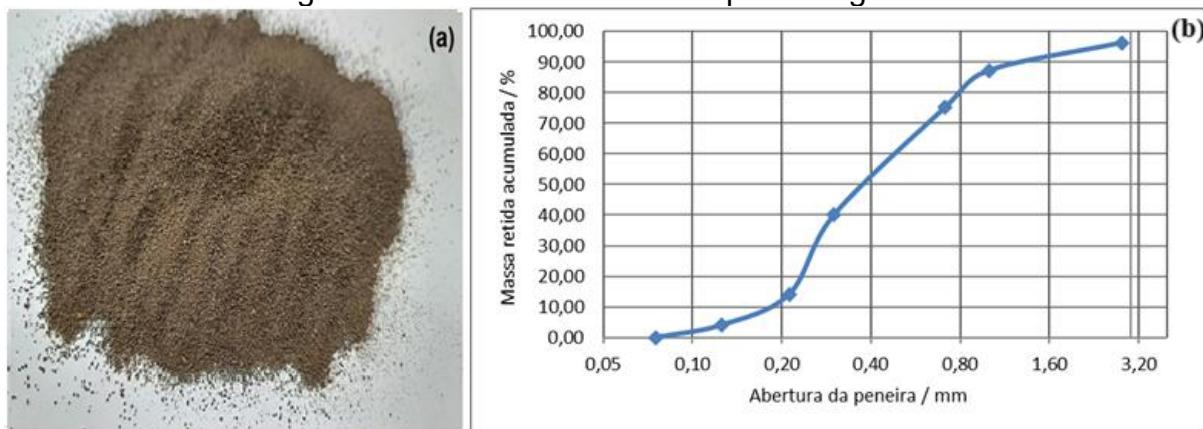
Após o processo de secagem de todo lodo bruto coletado, realizou-se a moagem e a classificação granulométrica do lodo seco, em moinho de facas e agitador magnético de peneiras, respectivamente. Para reduzir o consumo de energia elétrica, o processo de moagem do lodo de ETA seco foi realizado apenas uma vez, com um tempo total de moagem de aproximadamente 45 minutos para todo o lodo utilizado no estudo. Nenhuma moagem adicional foi realizada para estudar o impacto da distribuição granulométrica (para se obter um grão mais fino, por exemplo). Ou seja, as misturas de argamassa contendo o lodo de ETA foram produzidas utilizando todo o material oriundo do processo de moagem.

Se o foco desse estudo fosse avaliar a incorporação do lodo de ETA como MCS, além de um processo de moagem mais dispendioso e demorado, provavelmente haveria perda de uma parte do material reciclado, pois para avaliar o potencial do lodo

de ETA como MCS seria necessário obter uma granulometria na faixa dos 200 mesh (0,075 mm) a 325 mesh (0,045 mm). Para se obter uma granulometria nessa faixa, processos sucessivos de classificação granulométrica também seriam necessários, o que culminaria não só no descarte do material com granulometria mais “grossa”, mas também no aumento do consumo de energia elétrica.

Na Figura 13(a) está ilustrado o lodo seco após o processo de moagem, na Figura 13(b) a curva granulométrica do lodo seco moído e na Figura 14 o lodo calcinado. Para a elaboração da curva granulométrica do lodo seco, utilizou-se (aproximadamente) 1604,6 g no ensaio de granulometria. O ensaio foi realizado durante 1 h, com o agitador magnético de peneiras na frequência mínima (1 Hz). Para o lodo calcinado não foi realizado o ensaio de granulometria, pois a quantidade desse material necessário para o ensaio (a mesma do lodo seco – em torno 1604,6 g) demandaria sucessivas etapas de calcinação. Isso porque o forno mufla disponível para a calcinação é de pequeno porte, e a cada rodada de calcinação (de 1 hora) apenas 60 g de lodo de ETA (aproximadamente) calcinado é obtido. Isso demandaria aproximadamente 27 rodadas de calcinação, ou seja, 27 horas para obter a quantidade de lodo calcinado somente para o ensaio de granulometria (sem contar a quantidade para a produção das misturas M5 e M6 da Tabela 5 da seção 5.2). Visivelmente, foi possível perceber que o lodo de ETA após o processo de calcinação ficou um pouco mais fino, ou seja, é possível então inferir que a granulometria do lodo calcinado possivelmente apresentaria uma curva granulométrica com uma menor faixa de grãos “maiores”.

Figura 13 - (a) lodo seco após moagem em moinho de facas; (b) curva granulométrica do lodo seco após moagem.



Fonte: próprio autor.

Figura 14 - Lodo de ETA após processo de calcinação em forno mufla.



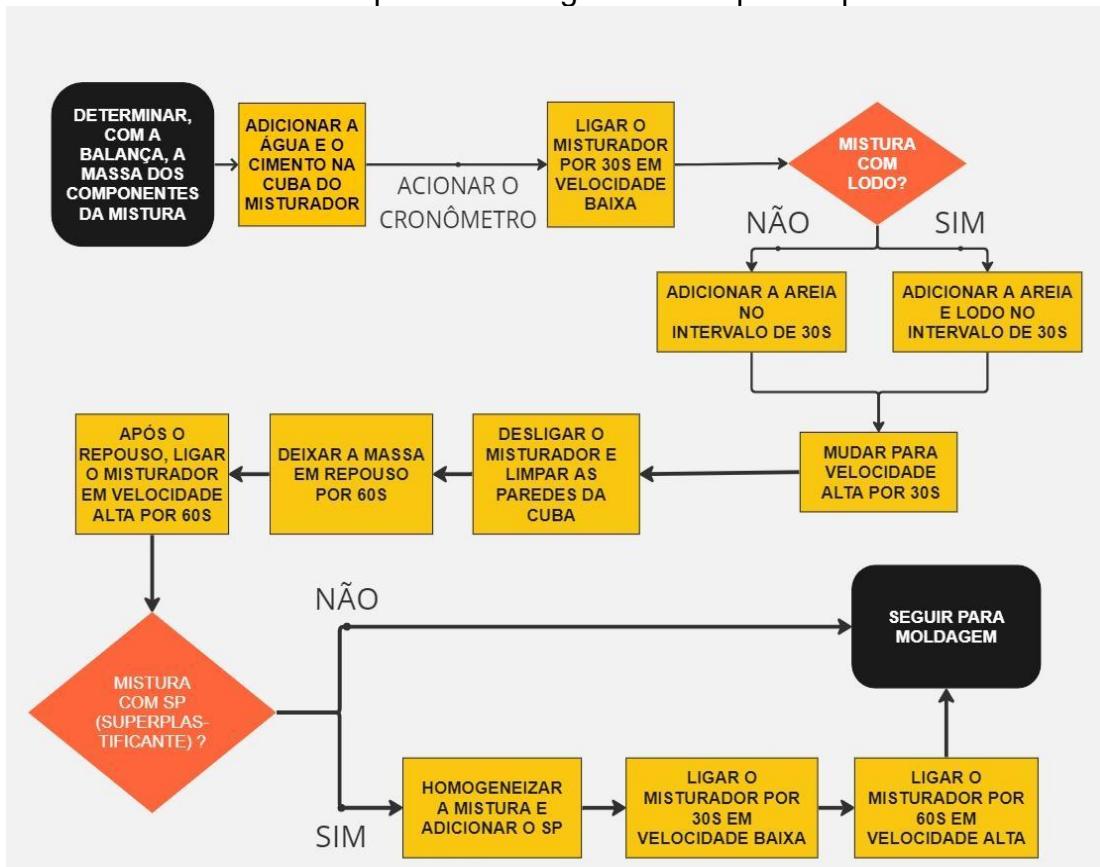
Fonte: próprio autor.

5.2 PRODUÇÃO DAS MISTURAS

No presente trabalho, além de misturas com lodo calcinado, foram produzidas também misturas com lodo sem calcinar, somente seco. Por isso, optou-se por utilizar na produção das misturas o cimento CP IV, com o objetivo de reduzir a alcalinidade da pasta de cimento e prevenir a degradação de parte da matéria orgânica, o que pode contribuir com a durabilidade das misturas com lodo sem calcinar.

No fluxograma da Figura 15 é apresentado o procedimento para a produção das misturas e moldagem dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração na flexão e compressão. As misturas sem lodo de ETA e sem aditivo superplastificante seguem exatamente as etapas recomendadas na NBR 16738/2019 (ABNT, 2019). Nas misturas com lodo, optou-se por adicioná-lo após imediatamente após a adição da areia, mas respeitando os 30 segundos como tempo máximo. Para as misturas contendo aditivo superplastificante, após a etapa final de mistura recomendada pela norma (60 segundos em velocidade alta), mais três etapas foram adicionadas: homogeneização da mistura e adição do aditivo; mistura por 30 segundos em velocidade alta; e finalização com mais 60 segundos em velocidade alta.

Figura 15 - Fluxograma contendo as etapas para a produção das misturas utilizadas na para a moldagem dos corpos de prova.



Fonte: próprio autor.

Na etapa de moldagem, o adensamento das misturas nos moldes metálicos (dimensões de 40 mm x 40 mm 160 mm) foi feito de forma manual, pois não se tinha disponível no momento da produção das amostras a mesa vibratória recomendada pela norma NBR 16738 (ABNT, 2019). Para garantir a redução de vazios e uma maior compacidade, após o adensamento total da mistura nos moldes, estes foram levados para a vibração na base de um agitador magnético, por 1 minuto, a uma frequência de 2 Hz. Após o desmolde, cerca de 24 horas após a produção, os corpos de prova foram submetidos ao processo de cura em água saturada de cal, por 28 dias. Na Figura 16(a) é possível ver a foto de algumas misturas já nos moldes, após o processo de vibração, e na Figura 16(b) os corpos de prova já em processo de cura em recipiente com água saturada de cal.

Figura 16 - (a) misturas nos moldes metálicos após processo final de moldagem e vibração; (b) corpos de prova em processo de cura em água saturada de cal.



Fonte: próprio autor.

As misturas contendo somente cimento, areia e água foram denominadas de “controle”. De acordo com a NBR 16738 (ABNT, 2019), para a produção de três corpos de prova é necessário misturar, aproximadamente, 450 g de cimento, 1350 g de areia e 225 g de água. Isso indica uma relação água/cimento de 0,5 e uma quantidade total de massa de 2025 g. Como nesse trabalho o lodo de ETA foi incorporado nas argamassas como enchimento e não como um potencial MCS, as incorporações desse resíduo foram realizadas sempre como porcentagens da massa total da mistura denominada de “controle”, ou seja, os valores em gramas (em g) das quantidades de lodo de ETA foram obtidos a partir da massa de 2025 g.

Misturas denominadas de teste foram produzidas para uma avaliação qualitativa das quantidades máximas de lodo de ETA e aditivo superplasticificante que seriam incorporadas nas misturas “controle”. Iniciou-se com a produção de uma “mistura teste” contendo 15 % de lodo de ETA seco incorporado. Mesmo adicionando a quantidade máxima de aditivo recomendada pelo fabricante (1,2 % da massa do cimento), não foi possível nem mesmo adicionar as misturas nos moldes, tamanha a dificuldade de adensamento da massa nos moldes.

Para as misturas de teste com 10 % de lodo de ETA, foi possível realizar a moldagem de todas as misturas, com e sem adição de aditivo superplastificante. No entanto, a incorporação de aditivo superplastificante proporcionou uma maior facilidade de moldagem das misturas nos moldes, além de proporcionar um menor tempo de moldagem em relação à mistura sem o aditivo.

A NBR 16738 recomenda que, “imediatamente após a produção das misturas, as mesmas devem ser moldadas nos moldes no menor tempo possível”. Assim, adicionar quantidades de lodo seco superior a 10 % seria inviável, pois aumenta muito o tempo de moldagem, conforme foi verificado durante os testes. Após a realização dos testes mencionados ficou estabelecido produzir misturas contendo 5 % e 10 % de lodo de ETA incorporado. Logo, para a porcentagem de incorporação de lodo 5 %, o valor da massa (em g) incorporada deveria ser 101,25 g (5 % de 2025 g). No entanto, a resolução da balança utilizada na medição das massas dos materiais é de 0,2 g. Por isso, optou-se por incorporar 101,4 g (devido a limitação da resolução). A mesma lógica foi adotada para o teor de incorporação de 10 %, cujo valor em massa de lodo incorporado deveria ser 202,5 g, e o valor de fato incorporado foi de 202,6. Como o uso do aditivo superplastificante contribuiu para facilitar a moldagem das misturas, determinou-se também que ele seria utilizado.

Na Tabela 5 é possível verificar as misturas definidas para a produção dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração na flexão e compressão, que constitui o foco principal desta tese, por serem duas das principais propriedades de argamassas cimentícias. Para o lodo calcinado, devido ao baixo rendimento de material calcinado (forno mufla de pequeno porte) e a quantidade de energia elétrica dispendida para a calcinação, optou-se por produzir duas misturas, ambas com a adição de aditivo superplastificante.

Tabela 5 - Misturas definidas para a produção dos corpos de prova para os ensaios de tração na flexão e compressão.

Misturas	Cimento / g	Água / g	Areia / g	Lodo / g	Sp / g
controle	450	225	1350	0	0
M1 (5 % de LS sem Sp)	450	225	1350	101,4	0
M2 (5 % de LS com Sp)	450	225	1350	101,4	5,4
M3 (10 % de LS sem Sp)	450	225	1350	202,6	0
M4 (10 % de LS com Sp)	450	225	1350	202,6	5,4
M5 (5 % de LC com Sp)	450	225	1350	101,4	5,4
M6 (10 % de LC com Sp)	450	225	1350	202,6	5,4

Sp: aditivo superplastificante para argamassa; LS: lodo seco sem calcinar; LC: lodo calcinado.

M1: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo seco e sem aditivo superplastificante.

M2: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo seco e aditivo superplastificante.

M3: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo seco e sem aditivo superplastificante.

M4: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo seco e aditivo superplastificante.

M5: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo calcinado e aditivo superplastificante.

M6: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo calcinado e aditivo superplastificante.

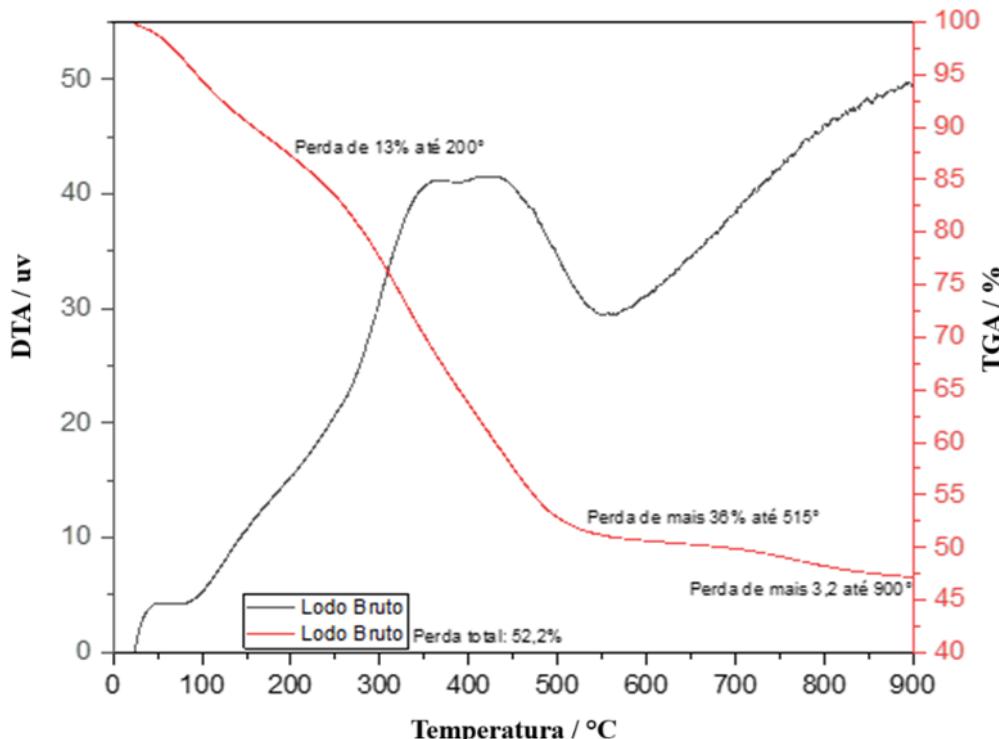
Fonte: próprio autor.

No total, para as misturas “controle”, “M1”, “M2”, “M3” e “M4” foram produzidos 36 corpos de prova para os ensaios de resistência à tração na flexão. Para as misturas com lodo calcinado (“M5” e “M6”), devido ao baixo rendimento do processo de calcinação, foram produzidos 12 corpos de prova para cada mistura. Vale ressaltar que a norma utilizada como referência indica o cálculo da resistência à tração na flexão com base em 3 corpos de prova. Para a resistência à compressão, ao todo, para cada mistura, foram 72 corpos de prova ensaiados (cada metade dos 36 corpos de prova rompidos no ensaio de tração na flexão), com exceção das duas misturas com lodo calcinado, cujos resultados foram obtidos a partir de um conjunto 24 corpos de prova.

5.3 TGA DO LODO SECO

O TGA foi realizado apenas no lodo de ETA seco, com o objetivo de se determinar a temperatura “ideal” de calcinação. O resultado do TGA do lodo seco pode ser visto na Figura 17. A primeira perda de massa de aproximadamente 13 % ocorre até 200 °C, e é atribuída a perda água não estrutural (umidade). Em Gomes *et al.* (2020) a perda de água não estrutural de cerca de 10 % ocorreu até 161°C. Esse comportamento é compatível com o que se espera para materiais ricos em fases argilosas hidratadas, como a caulinita, halloysita e ilita — minerais frequentemente identificados em lodos de ETA (Katte *et al.*, 2017; Kwek e Awang, 2018; Godoy *et al.*, 2019; Liu *et al.*, 2020; Santos, 2024). A perda de massa mais expressiva, de cerca de 36 %, ocorre até 515 °C e é atribuída a desidroxilação de hidróxidos e à queima de matéria orgânica, possivelmente pela transformação da Caulinita em Metacaulinita. Estes resultados possuem similaridades com os encontrados por Gomes *et al.* (2020). Citando os autores Teixeira *et al.* (2011) e Kizinievič *et al.* (2013), Gomes *et al.* (2020) relataram que a queima de matéria orgânica ocorreu entre 200°C e 400°C, enquanto a perda de massa relacionada com a desidroxilação de hidróxidos ocorreu até cerca de 560 °C, possivelmente pela transformação de caulinita em metacaulinita, fato relatado também nos trabalhos de Wolff *et al.* (2015) e Godoy *et al.* (2019). A perda total de massa do lodo é de, aproximadamente, 52,2 %. A perda total de massa do lodo foi de aproximadamente 52,2 %, valor próximo ao relatado por Gomes *et al.* (2020) — cerca de 53,3 % — para um lodo seco nas mesmas condições (secagem a 110 °C por 24 h). Essa concordância reforça a consistência do comportamento térmico observado e a representatividade do material analisado, considerando sua composição mineralógica semelhante às relatadas por Santos (2024) e Lee *et al.* (2021), com predominância de quartzo, alumina e argilominerais.

Figura 17 - TGA do lodo seco.



Fonte: próprio autor.

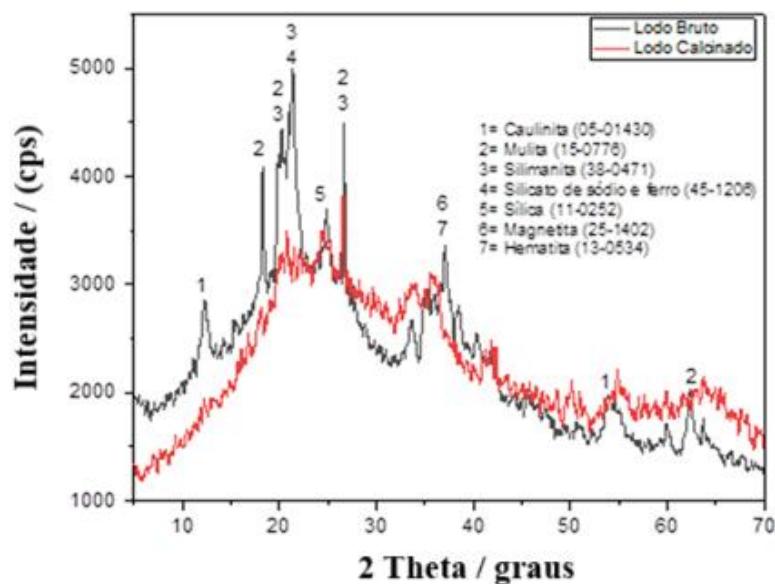
Para esta pesquisa, determinou-se como temperatura e tempo de calcinação 515 °C e 1 hora, respectivamente. A calcinação de lodo de ETA a temperaturas de 700 °C por 30 minutos ou 600 °C por 1 hora é eficaz para atender aos requisitos de materiais pozolânicos, com menor consumo energético (Ruviaro *et al.*, 2020; Hagemann *et al.*, 2019; Gastaldini *et al.*, 2015). No entanto, com base na TGA do lodo seco, a definição da calcinação a uma temperatura de 515 °C pelo tempo de 1 h tem um viés conservador, pois ao mesmo tempo que possivelmente garante a completa remoção da matéria orgânica e a desidratação de hidroxilas, leva em consideração o consumo de energia do processo de calcinação. A perda de massa a temperaturas acima de 600 °C é mínima, e isto justifica que realizar a calcinação acima dessa temperatura pode não trazer benefícios consideráveis no que tange a remoção de água estrutural ou decomposição adicional da matéria orgânica (Gastaldini *et al.*, 2015). Além disso, há a possibilidade de cristalização da fase amorfã, algo que seria ruim do ponto de vista da reatividade pozolânica. Materiais com propriedades pozolânicas reagem com o hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) liberado durante a hidratação do cimento, formando compostos cimentantes adicionais, como o C-S-H

(silicato de cálcio hidratado), e essa reatividade é fortemente dependente da estrutura desordenada do material (fase amorfada) (Metha e Monteiro, 2014; Gomes *et al.*, 2020).

5.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX) PARA O LODO SECO E CALCINADO

Os difratogramas do lodo de ETA seco e calcinado são mostrados na Figura 18. As possíveis fases químicas identificadas indicam a predominância de alumínio, ferro e sílica não cristalina, resultado coerente com a composição descrita por Santos (2014), que destacou o quartzo (SiO_2) como fase predominante, além da presença de alumina e óxidos de ferro decorrentes do uso de coagulantes à base de sulfato de alumínio e cloreto férrico. A ocorrência dessas fases reflete tanto o tipo de coagulante utilizado no processo de tratamento de água quanto as características do solo de origem, como também relatado por Lee *et al.* (2021) e Godoy *et al.* (2019). Em Gomes *et al.* 2020, que também utilizaram lodo de ETA, esse fato também foi relatado.

Figura 18 - Difratogramas do lodo seco e do lodo calcinado.



Fonte: próprio autor.

A comparação entre os difratogramas do lodo seco e do lodo calcinado revela que o material calcinado apresenta picos mais amplos e menos definidos, indicando maior grau de amorfização. Essa tendência sugere que as condições de calcinação

aplicadas não promoveram a cristalização completa das fases presentes — comportamento já observado em outros estudos com lodos de ETA submetidos a temperaturas intermediárias (Ruviaro *et al.*, 2020; Gomes *et al.*, 2020). Essa formação de fase amorfã pode estar associada à presença de compostos de sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), componentes identificados também nos trabalhos de Silva e Lopes (2022) e Santos (2024) como fundamentais para a geração de materiais reativos do ponto de vista pozolânico. A amorfização inesperada pode ainda ser explicada pela presença de impurezas ou de elementos inibidores da cristalização, como o ferro, que está presente em quantidade significativa nas amostras (Suksiripattanapong *et al.*, 2015; Yang *et al.*, 2023).

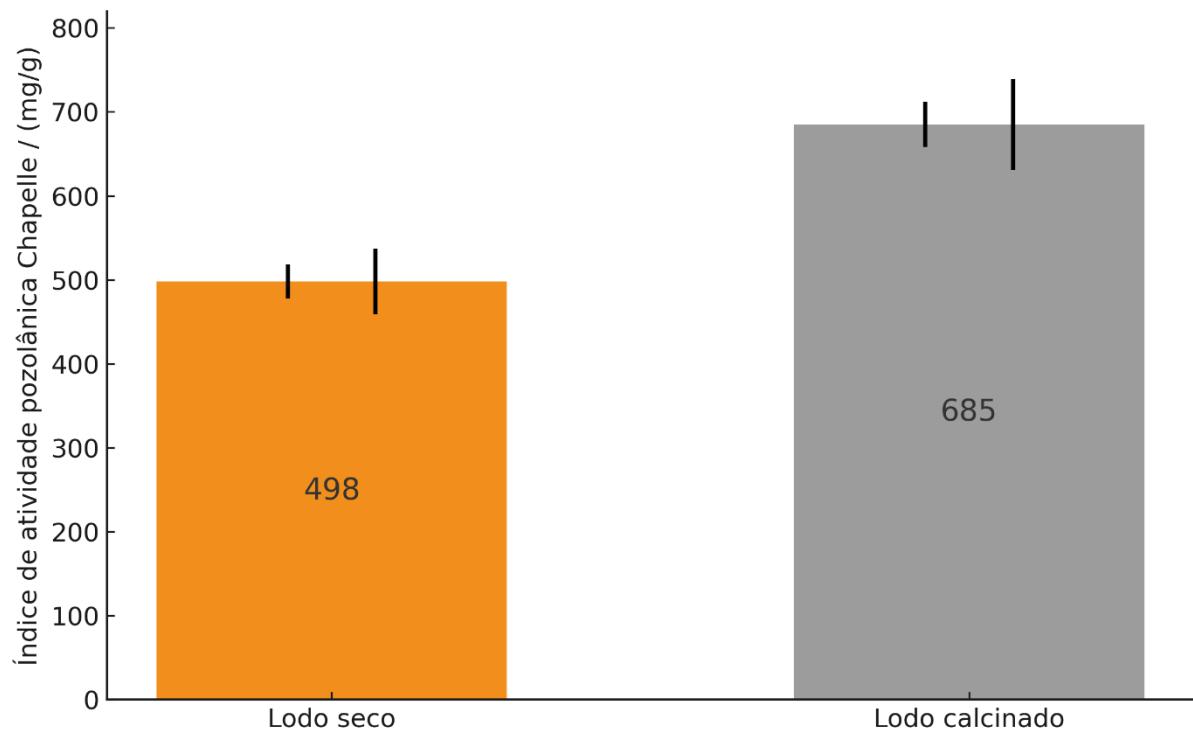
Ainda é possível explicar essa amorfização inesperada pela presença de impurezas ou elementos que inibem a cristalização (como o ferro, que está presente nas amostras do lodo de ETA). Apesar da dificuldade de identificação de materiais amorfos via DRX (Gomes *et al.*, 2020), a presença dessa fase é altamente relevante do ponto de vista da atividade pozolânica. De acordo com Ruviaro *et al.* (2020), Stein (2016) e Juenguer e Siddique (2015), quanto maior o teor de fase amorfã, maior tende a ser a reatividade pozolânica, o que pode resultar em maior resistência mecânica, menor permeabilidade e aumento da durabilidade do compósito cimentício. Essa relação está alinhada ao que Silva e Lopes (2022) descreveram sobre a capacidade da sílica amorfã reagir com o hidróxido de cálcio liberado na hidratação do cimento Portland, formando compostos secundários que densificam a microestrutura da matriz.

Por outro lado, a presença de fase amorfã identificada no DRX do lodo, mesmo após a calcinação, pode estar parcialmente associada à matéria orgânica residual, que tende a comprometer a durabilidade e a resistência mecânica (Gomes *et al.*, 2020). Contudo, considerando os resultados do TGA, verificou-se que acima de 515 °C praticamente não há mais decomposição de matéria orgânica, justificando a adoção dessa temperatura como condição de calcinação ideal. Esse resultado é coerente com os limites de desidroxilação descritos na literatura e reforça que o tratamento térmico foi eficiente para eliminar compostos instáveis, preservando, porém, uma fração amorfã desejável do ponto de vista reativo.

5.5 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO FIXADO (CHAPELLE MODIFICADO) E ÍNDICE DE ATIVIDADE POZOLÂNICA (IAP)

O teste de Chapelle modificado é considerado um método direto e eficaz para determinar o teor de hidróxido de cálcio fixado pela atividade pozolânica. Isso ocorre porque o teste permite que a amostra interaja com o hidróxido de cálcio em solução sob agitação, enquanto a reação é acelerada pela alta temperatura ($90^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$) (Hoppe Filho *et al.*, 2017; Panato *et al.*, 2023). No caso específico deste estudo, o consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ é, portanto, o resultado da interação entre a amostra do lodo de ETA e o hidróxido de cálcio, e o valor de consumo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ serve como um indicador da atividade pozolânica do lodo de ETA. A Figura 19 mostra os teores de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ retidos pelo lodo de ETA seco e calcinado, calculados por meio da Equação 9 (seção 4.4). Em média, as amostras de lodo de ETA seco fixaram 498 mg/g, enquanto as amostras de lodo de ETA calcinadas fixaram uma média de 685 mg/g. Para a PA de 90 %, as incertezas expandidas para o $I_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$ do lodo seco e calcinado (calculadas com base nos procedimentos apresentados na seção 4.11) foram de 20 mg/g e 27 mg/g, respectivamente. Considerando a PA de 95 %, as incertezas expandidas foram de 39 mg/g e 54 mg/g, para os lodos seco e calcinado, respectivamente.

Figura 19 – Resultados dos ensaios de Chapelle modificado para o lodos seco e calcinado). As barras pretas são as incertezas expandidas para as probabilidades de abrangência de 90 % e 95 %.



Fonte: próprio autor.

Segundo Pereira *et al.* (2023), a composição da matriz amorfa parece ter maior influência na reatividade da amostra. Com base nessa hipótese, é evidente que um maior teor de caulinita - convertido em metacaulinita por desidroxilação - aumenta a capacidade do lodo de ETA calcinado de fixar Ca(OH)_2 . Na análise de DRX apresentada na seção 5.4, não foi observada a conversão de caulinita em metacaulinita, possivelmente devido à temperatura de calcinação adotada (515°C). No entanto, os resultados do ensaio de Chapelle modificado para o lodo de ETA calcinado indicam uma maior capacidade de fixação, provavelmente devido à remoção de quase toda matéria orgânica após a calcinação. Se uma temperatura de calcinação mais alta (acima de 600°C até 700°C) fosse adotada, a fixação de hidróxido de cálcio pelo lodo de ETA calcinado poderia ser ainda maior que 685 mg/g.

Raverdy *et al.* (1980) estabeleceram que, para ser classificado como material pozolânico, o valor mínimo obtido no teste de Chapelle modificado deve ser de 436 mg/g. O ensaio de Chapelle modificado indicou que tanto o lodo de ETA seco quanto o calcinado apresentaram valores do índice de fixação de hidróxido de cálcio

($I_{\text{Ca(OH)}_2}$) superiores ao valor mínimo de 436 mg/g proposto por Raverdy *et al.* (1980). Considerando as incertezas expandidas calculadas com probabilidade de abrangência de 90 %, as faixas de variação obtidas foram de [478; 518] mg/g para o lodo seco e [658; 712] mg/g para o lodo calcinado. Para a PA de 95 %, apesar de intervalos mais amplos – [459; 537] mg/g para o lodo seco e [631; 739] mg/g para o lodo calcinado – observa-se que, mesmo com o aumento da probabilidade de abrangência, todos os limites inferiores permanecem acima do valor mínimo de referência (436 mg/g), confirmando de forma robusta o comportamento pozolânico dos dois materiais avaliados. Portanto, é possível classificar os lodos de ETA estudados — tanto na forma seca quanto calcinada — como materiais pozolânicos, conforme os critérios estabelecidos por aquele autor. Isso evidencia que a alta proporção de fase amorfa mostrada no DRX tem relação com a atividade pozolânica do lodo de ETA. A atividade pozolânica, determinada pelo teste de Chapelle modificado, está associada à maior durabilidade da pasta hidratada, principalmente em ambientes agressivos. Além disso, os produtos da reação preenchem efetivamente os espaços capilares, melhorando diretamente a resistência à compressão e a impermeabilidade do compósito (Metha e Monteiro, 2014; Mota, 2020; Panato, 2023).

O resultado do índice de atividade pozolânica (IAP), considerado um método indireto de avaliação da atividade pozolânica, é mostrado na Tabela 6. O resultado está alinhado com o obtido no ensaio de Chapelle modificado, confirmando que o lodo de ETA calcinado a 515 °C pode ser classificado como um material pozolânico.

Tabela 6 - Índice de atividade pozolânica (IAP) – relação entre a resistência à compressão da mistura controle e a mistura contendo 25 % de lodo de ETA calcinado (calculada por meio da Equação 10).

Misturas	Resistência à compressão / (MPa)	Incerteza expandida / (MPa)
Mistura com 25 % de lodo calcinado	23,1	0,3
Mistura controle	24,7	0,3
IAP		93,5%

Fonte: próprio autor.

A NBR 12653 (ABNT, 2014), referente ao ensaio do índice de atividade pozolânica com cimento Portland aos 28 dias, estabelece que a argamassa com adição mineral deve atingir pelo menos 90 % da resistência à compressão da argamassa controle para ser considerada pozolanicamente ativa. A substituição do cimento por lodo de ETA calcinado na argamassa (na proporção de 25 % em massa) resultou em um valor acima do mínimo estabelecido, apresentando uma resistência média à compressão de 23,1 MPa (IAP de aproximadamente 93,5 %). No entanto, ao considerar a incerteza expandida do IAP (calculada conforme procedimento descrito na seção 4.12), verifica-se que uma alteração no que diz respeito à conformidade do valor de 90 % estabelecido na NBR 12653.

A média do índice de atividade pozolânica (IAP) obtida a partir da simulação de Monte Carlo (SMC) foi de 93,8 %, valor muito próximo àquele calculado de forma determinística pela Equação 10 da Seção 4.4 (93,5 %). A proximidade entre os valores da média e da mediana provenientes da SMC (93,80 % e 93,84 %, respectivamente) indica uma distribuição praticamente simétrica do mensurando. No entanto, mesmo em distribuições com leve assimetria, recomenda-se adotar a mediana como estimador mais robusto, por ser menos sensível a valores extremos.

Considerando o valor da mediana obtido pela SMC (93,84 %) e as incertezas expandidas assimétricas determinadas a partir do intervalo de abrangência mais curto ($PA = 90\% \rightleftharpoons U_- = 8,21\% \text{ e } U_+ = 6,82\% \rightleftharpoons$ a faixa de abrangência estimada para o IAP é de [85,64 %; 100,66 %]. Verifica-se, portanto, que o limite inferior do intervalo não atende ao requisito mínimo estabelecido pela ABNT NBR 12653, que exige valores de IAP superiores a 90 % para caracterização de material com atividade pozolânica. Já o limite superior ultrapassa 100 %, resultado estatisticamente admissível em função da propagação das incertezas, mas fisicamente pouco provável. Esse comportamento pode estar relacionado à modificação microestrutural causada pela adição do lodo de ETA, que tende a alterar o empacotamento das partículas e, consequentemente, as resistências mecânicas das misturas, levando em geral a pequenas reduções nos valores médios de IAP.

De forma geral, o valor médio obtido para o IAP (93,8 %) demonstra conformidade com o requisito mínimo estabelecido pela ABNT NBR 12653, que exige índices superiores a 90 % para classificação de materiais com atividade pozolânica. A análise da incerteza expandida, contudo, é essencial para a correta interpretação

desse resultado, pois define os limites de variação estatisticamente aceitáveis para o mensurando. Considerando o intervalo de abrangência de 90 % [85,64%; 100,66], verifica-se que, embora o limite inferior esteja abaixo do valor normativo, a probabilidade predominante de o verdadeiro valor do IAP situar-se acima de 90 % é elevada. Assim, a incorporação da incerteza à análise não apenas reforça a confiabilidade metrológica do resultado, mas também consolida a evidência de que o lodo de ETA avaliado nesta pesquisa apresenta comportamento compatível com o de materiais pozolânicos ativos, destacando seu potencial de aproveitamento como insumo alternativo em matrizes cimentícias.

5.6 ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA DAS MISTURAS

Os índices de consistência das misturas controle, M1, M2, M3, M4, M5 e M6 são apresentados na Tabela 7 e no gráfico da Figura 20. Para facilitar a interpretação dos resultados, a legenda das misturas foi novamente adicionada na Tabela 7. Ao considerar os valores máximos de índices de consistência de cada mistura, a que demonstrou menor trabalhabilidade foi a M3, apresentando uma diminuição de cerca de 40 % em relação à mistura controle. Ainda em relação à mistura controle, as misturas M1, M6 e M4 apresentaram reduções de, aproximadamente, 27 %, 22 % e 23 %, respectivamente. Já as misturas M2 e M5 apresentaram aumentos de cerca de 1 % e 3 %, respectivamente.

Tabela 7 - Resultados dos ensaios de índice de consistência das misturas

Medições de diâmetro	controle	M1	M2	M3	M4	M5	M6
<i>d</i> 1 / mm	266	194	269	158	201	272	205
<i>d</i> 2 / mm	268	192	270	161	206	275	208
<i>d</i> 3 / mm	266	194	267	159	205	274	209
média / mm	266,7	193,3	268,7	159,3	204,0	273,7	207,3
Incerteza padrão / mm	0,2	0,2	0,3	0,3	0,5	0,3	0,4
Valor máximo* / mm	266,9	193,5	269,0	159,6	204,5	274,0	207,7

*Valor máximo somando o valor positivo da incerteza padrão.

Sp: aditivo superplasticificante para argamassa; LS: lodo seco sem calcinar; LC: lodo calcinado.

M1: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo seco e sem aditivo superplasticificante.

M2: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo seco e aditivo superplasticificante.

M3: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo seco e sem aditivo superplasticificante.

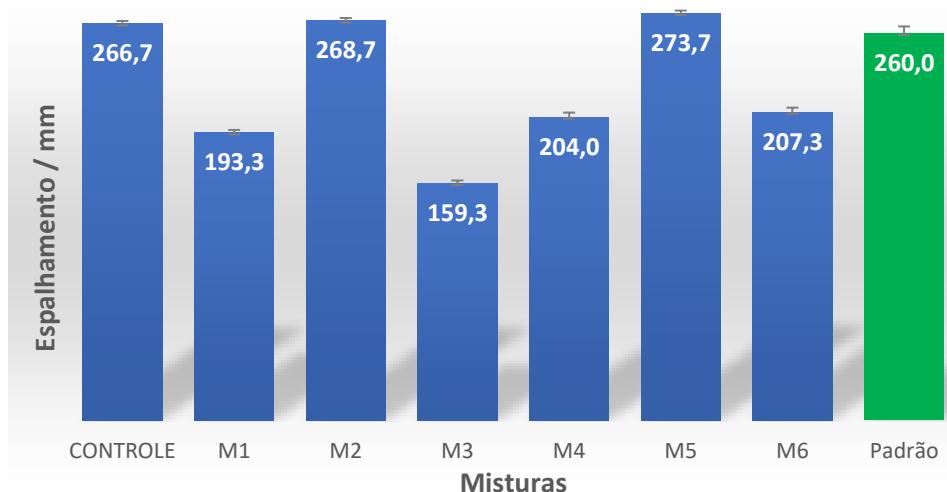
M4: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo seco e aditivo superplasticificante.

M5: mistura contendo cimento, areia, água, 5 % de lodo calcinado e aditivo superplasticificante.

M6: mistura contendo cimento, areia, água, 10 % de lodo calcinado e aditivo superplasticificante.

Fonte: próprio autor.

Figura 20 - Gráfico dos resultados do índice de consistência das misturas, em mm. As barras pretas são a incerteza padrão para mais e para menos do valor medido.



Fonte: próprio autor.

É possível afirmar, a partir dos resultados, que quanto maior a adição de lodo seco (sem adição de aditivo Sp), menor o índice de consistência das misturas. Esse comportamento já era esperado, uma vez que o lodo de ETA seco foi adicionado nas misturas como enchimento, e não como substituição parcial do cimento. Também, a

diminuição do índice de consistência deve-se à morfologia irregular e à alta absorção de partículas de lodo, por conta da alta porosidade das partículas (Zhou *et al.*, 2024; Al-Rawashdeh *et al.*, 2022).

É importante mencionar que o lodo seco (sem calcinar) adicionado nas misturas M1 à M4 possui grande parte da sua granulometria com tamanhos que variam entre, aproximadamente, 013 mm e 1 mm (vide curva granulométrica na Figura 13(b) da seção 5.1). Neste trabalho, o lodo foi incorporado nas misturas da mesma forma como saiu do processo de moagem, sem que houvesse uma separação dos grãos mais finos para incorporação. Utilizar somente grãos menores que 0,13 mm (por exemplo) demandaria um novo processo de moagem do lodo, além de sucessivas etapas de separação granulométrica, o que reduziria o rendimento oriundo do processo de reciclagem do lodo, além do aumento do consumo de energia elétrica do processo. Um dos objetivos deste trabalho é exatamente apresentar resultados da adição do lodo de ETA em misturas de argamassas cimentícias considerando o menor consumo de energia elétrica envolvida nos procedimentos experimentais.

Como esperado, a adição de Sp nas misturas com lodo seco de ETA promoveu uma melhora significativa nos índices de consistência. De acordo com a NBR 13276 (ABNT, 2016), uma argamassa padrão de uso geral deve ter entre 255 mm e 265 mm de índice de consistência. Ao comparar os valores dos índices de consistência das misturas M1 e M2 (193,5 mm e 269,0 mm, respectivamente), conclui-se que a adição de 1,2 % de Sp (em relação a massa do cimento) proporcionou que o valor do índice de consistência da mistura com 5 % de lodo seco (M2) se aproximasse do valor estabelecido na NBR 13276 (ABNT, 2016) para uma argamassa padrão (diferença de cerca de 2 %). No entanto, para as misturas com 10 % de lodo seco (M3 e M4), a adição do aditivo Sp melhorou o índice de consistência, mas não foi o suficiente para se aproximar do valor da argamassa padrão (diferenças de 40 % e 23 % para M3 e M4, aproximadamente e respectivamente). Tendo em vista os testes realizados antes da produção dos corpos de prova (relatado na seção 5.1), tanto para 5 % quanto para 10 % de lodo incorporado, o Sp proporcionou maior facilidade no momento da moldagem das misturas nos moldes, e principalmente redução do tempo de moldagem. Por esse motivo que as misturas com lodo calcinado (M5 e M6) foram produzidas com a utilização do Sp.

Em relação às duas misturas com lodo calcinado (M5 e M6), ambas produzidas com a adição de Sp, apenas a mistura com 10 % de lodo (M6) apresentou redução no índice de consistência em relação à mistura controle (aproximadamente 22 %). Daza-Marques *et al.* (2024) estudaram a substituição de parte do cimento Portland por lodo de estação de tratamento de água calcinado em argamassas. Mesmo realizando a calcinação do lodo durante 2 horas e a uma temperatura de 600 °C, de acordo com os autores, a substituição de 10 % de lodo calcinado por cimento Portland comum (sem pozolana) levou a uma redução de 45,11 % no índice de consistência, em relação à mistura de referência. A mistura M6 desta pesquisa teve o lodo de ETA incorporado como enchimento, e não como substituto parcial do cimento. Ainda assim, uma redução menor no índice de consistência de M6 em relação à mistura controle foi verificada (aproximadamente 22 %), em relação ao resultado apresentado por Daza-Marques *et al.* (2024) (45,11 %), que pode ser justificada pelo uso do aditivo Sp.

A mistura com 5 % de lodo calcinado (M5) apresentou um aumento no índice de consistência de cerca de 3 % e 4 % em relação aos valores da mistura controle e argamassa padrão, respectivamente. Resultados similares são verificados na literatura, no entanto, para o lodo de ETA substituindo parcialmente o cimento ou a areia. No estudo de Al-Rawashdeh *et al.* (2022) foi realizada a substituição de 5 % de lodo de ETA calcinado (a 900 °C durante 2 horas) pela areia de sílica na produção de argamassas, e praticamente não houve alteração no valor do índice de consistência (diferença de aproximadamente 1 %), em relação à mistura de referência. Li *et al.* (2021) substituiu 5 % de material cimentício por lodo de ETA calcinado em argamassas, fazendo uso também de aditivo superpastificante, e não foi verificada diferença significativa em relação ao valor de consistência da mistura controle.

A adição de aditivo Sp em misturas contendo lodo de estação de tratamento de água deve sempre ser analisada como uma opção, uma vez que favorece que os valores das trabalhabilidades dessas misturas se aproximem ou se igualem ao valor de trabalhabilidade de uma argamassa padrão (Hagemann *et al.*, 2019; Monzó *et al.*, 2003). No entanto, é sempre necessário levar em consideração o impacto do uso desses aditivos no desempenho mecânico das argamassas, bem como realizar uma análise de custos detalhada para viabilizar a sua utilização (Zhou *et al.*, 2024).

5.7 RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

As resistências à tração na flexão, para cada mistura, foram calculadas por meio da Equação 25 da seção 4.9.4. Para cada conjunto de dados de resistência à tração na flexão foi realizada uma análise de outliers, por meio da ferramenta gráfica caixa e bigode (boxplot). Os gráficos boxplot das resistências à tração na flexão de cada mistura podem ser verificados no Apêndice D. Os resultados das resistências à tração na flexão, após a remoção dos outliers, estão apresentados na Tabela 8 e na Figura 21. As barras pretas acima de cada barra azul não são barras de erro ou desvio padrão amostral, mas sim as incertezas expandidas calculadas com base no procedimento descrito nas seções 3.7.2 (revisão bibliográfica) 4.11 (metodologia). Os resultados mostram maior resistência à tração na flexão para a amostra controle em comparação a todas as misturas de argamassas contendo lodo, independente de seco ou calcinado. As misturas com lodo seco M4, M3, M1 e M2 apresentaram reduções de aproximadamente 64 %, 62 %, 58 % e 56 % em comparação com a mistura controle, respectivamente. Para a misturas com lodo calcinado M6 e M5, as reduções em comparação com a mistura controle foram aproximadamente 26 % e 14 %, respectivamente.

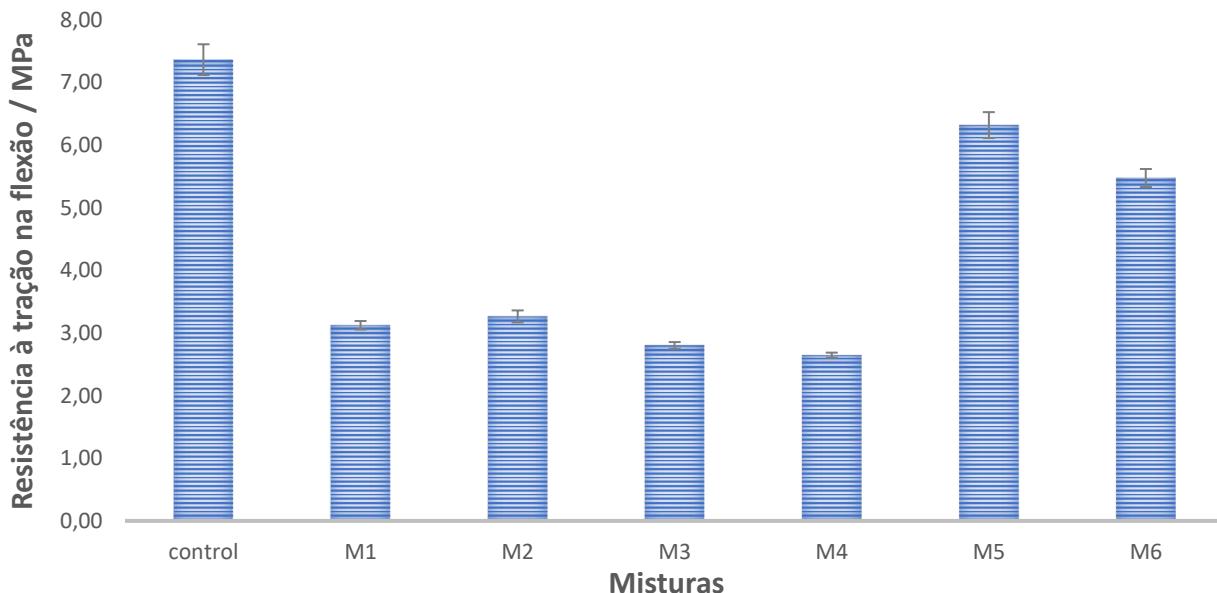
Tabela 8 - Resultados das resistências à tração na flexão.

Misturas	Descrição	Resistência à tração na flexão / MPa	Incerteza expandida / MPa	Reduções em relação à mistura controle
controle	Sem LETA	7,4	0,3	0 %
M1	5% de LETA	3,1	0,1	58 %
M2	5% de LETA mais Sp	3,3	0,1	56 %
M3	10% de LETA	2,8	0,1	62 %
M4	10% de LETA mais Sp	2,7	0,1	64 %
M5	5% de LETAC	6,3	0,3	14 %
M6	10% de LETAC	5,5	0,2	26 %

LETA: lodo de ETA; LETAC: lodo de ETA calcinado; Sp: superplastificante; NA: não se aplica

Fonte: próprio autor.

Figura 21 – Gráfico dos resultados de resistências à tração na flexão das misturas. As barras pretas são as incertezas expandidas (para uma PA de 90 %).



Fonte: próprio autor.

A partir da análise dos resultados é possível afirmar que o uso de aditivo superplasticante (Sp) não contribuiu e nem prejudicou de maneira efetiva as resistências à tração na flexão das misturas. Ao comparar as misturas M1 (5 % de lodo seco) e M2 (5 % de lodo seco mais Sp), verifica-se que resultado da mistura M2 é maior em cerca de 5 %. Para as misturas contendo 10 % de lodo seco e 10 % de lodo seco mais Sp (M3 e M4, respectivamente), o efeito foi uma redução de cerca de 5 % no resultado de M4 em relação ao resultado de M3. No entanto, conforme descrito na seção 5.3, a adição de Sp contribuiu para a melhora do índice de consistência das misturas, permitindo um menor tempo de moldagem, devido à maior facilidade de adensamento das misturas nos moldes de tração na flexão. Em pesquisas anteriores (Kaur *et al.*, 2023; García-Troncoso *et al.*, 2023), a substituição parcial da areia por resíduos reciclados teve o foco voltado para o ajuste da trabalhabilidade das argamassas fazendo uso de aditivos superplasticificantes. De acordo com Zhou *et al.* (2024), essa abordagem pode levar ao aumento dos custos, além da possibilidade de comprometimento no desempenho mecânico. Apesar disso, Zhou *et al.* (2024) afirmam que estudos experimentais mais aprofundados devem ser realizados, pois a depender das quantidades de aditivo utilizadas para cada caso, é possível obter desempenho mecânico e ao mesmo tempo economia de custo na construção.

Os resultados apresentados na Figura 21 apontam também que quanto maior o teor de lodo seco (sem calcinar), maior a redução nas resistências à tração na flexão. A redução máxima foi verificada para o resultado da mistura M4 (aproximadamente 64 % menor que o da mistura controle). Além do alto teor de matéria orgânica no lodo sem calcinar, outro fator que pode ter contribuído para essa redução expressiva pode ter relação com a alteração na relação água/cimento das misturas, ocasionada pela adição de lodo de ETA sem calcinar. De acordo com o gráfico de secagem (Figura 12 da seção 5.1), mesmo após 24 h de secagem, ainda resta aproximadamente 1 % de água no lodo. Além disso, a presença de água estrutural (devido a não calcinação) pode contribuir também para a alteração na relação água/cimento, com o aumento da quantidade de água na mistura, o que ocasiona a redução da resistência mecânica.

Na literatura, não foi possível encontrar em outros trabalhos resultados de resistência à tração na flexão para argamassas com lodo de estação de tratamento de água sem calcinar. Na seção 5.11 (resultados da incerteza expandida) os resultados serão comparados com os valores de resistência à tração na flexão recomendados na NBR 13281-1 (ABNT, 2023), que se refere aos requisitos das quatro classes de resistência à tração na flexão para argamassas de revestimento de tetos e paredes.

Para as misturas com lodo calcinado (M5 e M6), em relação à mistura controle, as reduções foram de 14 % e 26 % (respectivamente), valores significativamente menores que os verificados para as misturas contendo lodo seco sem calcinar (reduções 56 % e 64 % para M2 e M4, respectivamente). A comparação de M5 e M6 foi feita com M2 e M4 pois as quatro misturas possuem Sp em sua composição. Esse resultado possui similaridade com o encontrado por Al-Rawashdeh *et al.* (2022), que substituiu areia de sílica por lodo de ETA calcinado em argamassas cimentícias. De acordo com os autores, maior resistência à tração na flexão foi verificada para as amostras controle em comparação com outras amostras de argamassa contendo 5 % e 10 % de lodo calcinado (para a idade de 28 dias de cura). A redução na resistência à tração na flexão das misturas com lodo calcinado, em comparação às misturas controle, pode ter uma explicação relacionada ao tempo de cura das argamassas. Al-Rawashdeh *et al.* (2022) verificaram uma melhora na resistência à tração na flexão para as argamassas que foram deixadas em processo de cura por 90 dias, ao invés de 28 dias. Segundo os autores, essa melhora aos 90 dias de idade de cura se deve

a três fatores: 1) alta porosidade do lodo, que resulta em mais água a ser absorvida e consequentemente afeta o processo de hidratação ao longo do tempo; 2) reatividade relativamente alta do lodo calcinado causada pelo alto teor de CaO e sílica amorfa; e 3) taxa de desenvolvimento tardio da atividade pozolânica oriunda da composição do lodo calcinado (Kesikidou; Konopisi; Anastasiou, 2021), que faz com que seja necessário mais tempo para que o processo de hidratação seja concluído para formar compostos que possuam propriedades de ligação (Andrade *et al.*, 2019). No trabalho de Ruviaro *et al.* (2020) os resultados de resistência à tração na flexão da mistura controle, quando comparados com os resultados das misturas com 10 % de lodo de ETA, foram metrologicamente iguais. De acordo com os autores, a substituição de até 10 % de cimento por lodo de ETA calcinado pode ser realizada sem perdas significativas nas resistências à tração na flexão. Resultados semelhantes foram encontrados por Zhou *et al.* (2022) e por Andrade *et al.* (2018). Em todos esses trabalhos citados, além do lodo ter sido incorporado como substituto parcial do cimento, foi calcinado a uma temperatura de 600°C à 900°C, durante o tempo de uma hora ou mais.

No presente estudo, o lodo de ETA foi adicionado como enchimento e calcinado a uma temperatura mais baixa (515 °C) em comparação com as temperaturas de calcinação utilizadas nos estudos citados nesta seção. A “recuperação” das resistências à tração na flexão das misturas com lodo calcinado (em comparação com as misturas com lodo sem calcinar) pode ser explicada pelos resultados de TGA, Chapelle modificado e IAP. O resultado do TGA indica que acima de 515 °C possivelmente nenhuma matéria orgânica permanece no material, e isso tem relação direta com o aumento de resistência (Gomes *et al.*, 2020); o resultado do ensaio de Chapelle modificado para o lodo de ETA calcinado aponta para uma maior capacidade de fixação de hidróxido de cálcio, ou seja maior atividade pozolânica; e o resultado do ensaio de IAP mostrou (também) que o lodo de ETA calcinado possui potencial pozolânico, haja vista o resultado (93,8 %) superior ao valor de 90 % indicado na NBR 12653 (ABNT, 2019).

Com base nas reduções das resistências à tração na flexão (em relação à mistura controle) apresentadas na Tabela 8, verifica-se que as misturas M5 e M6 (com lodo de ETA calcinado) não apresentaram reduções tão críticas quanto àquelas apresentadas pelas misturas sem LETA calcinado (cujas reduções foram todas acima de 50 %). Do ponto de vista metrológico, mesmo considerando a menor redução

verificada na Tabela 8 (14 % para a mistura M5), ainda assim é possível afirmar que essa redução é significativa. Ao considerar a incerteza expandida de medição, a mistura controle tem valores entre [7,1; 7,7] MPa, e a mistura M5 entre [6,0; 6,6] MPa. Como os intervalos não se sobrepõem, a diferença pode ser considerada significativa, com 90 % de confiança (probabilidade de abrangência adotada no cálculo do fator de abrangência k). No entanto, a aplicação desejada é que vai determinar se as misturas podem ou não ser empregadas. Se a norma técnica de referência exigir, por exemplo, resistência mínima de 4 MPa (valor típico para algumas aplicações de argamassa de revestimento), tanto M5 como M6 ainda atendem.

5.8 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

As resistências à compressão, para cada mistura, foram calculadas por meio da Equação 39 (seção 4.10.3), e os resultados que apresentaram variação superior a 10 % da média aritmética foram descartados, conforme recomenda a NBR 16738 (ABNT, 2019). As resistências médias, após o tratamento dos dados, estão apresentadas na Tabela 9 e na Figura 22. As barras pretas acima de cada barra azul representam as incertezas expandidas, calculadas com base no procedimento descrito nas seções 3.7.2 (revisão bibliográfica) 4.11 (metodologia).

Os resultados mostram maior resistência à compressão para a amostra controle em comparação todas as misturas de argamassas contendo lodo seco sem calcinar (misturas M1 à M4). As misturas M4, M3, M1 e M2 apresentaram reduções de 42 %, 39 %, 34 % e 34 % em comparação com a mistura controle, aproximadamente e respectivamente. Para as misturas com lodo calcinado M5 e M6, verifica-se um aumento em torno de 25 % e uma redução de 4 %, em comparação com a mistura controle, respectivamente. Esse comportamento é coerente com o observado por Gomes *et al.* (2020), que também verificaram decréscimos de cerca de 25 % a 35 % em misturas contendo 5 % e 10 % de lodo seco, respectivamente. A redução pode ser atribuída à presença de matéria orgânica residual e microfissuras na zona de transição dos grãos de lodo (Gomes *et al.*, 2017; Wang *et al.*, 2018; Oliveira Andrade *et al.*, 2018), as quais comprometem a coesão da matriz cimentícia e dificultam o desenvolvimento completo dos produtos de hidratação.

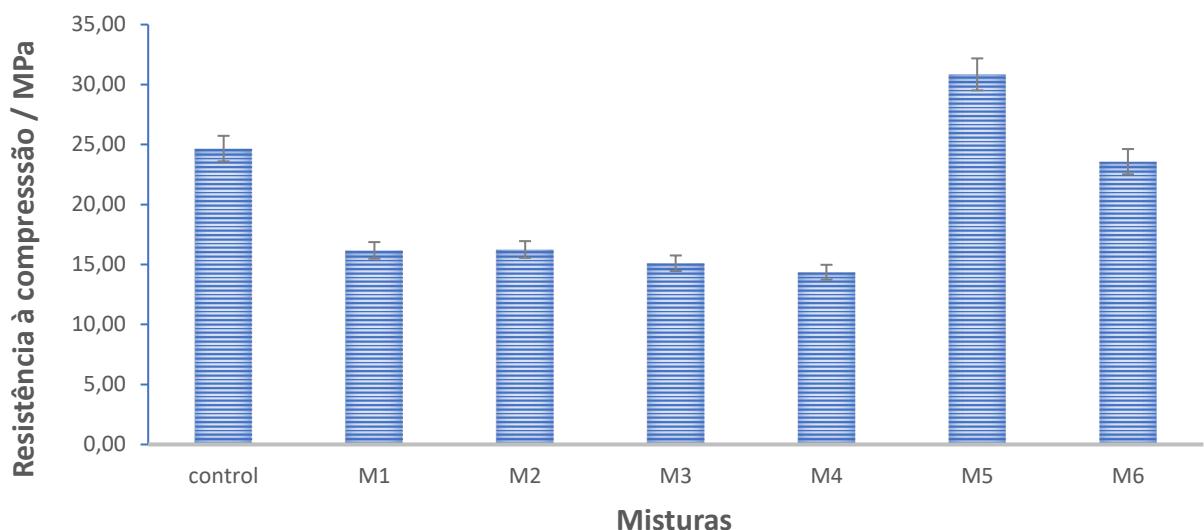
Tabela 9 - Resultados das resistências à compressão.

Misturas	Descrição	Resistência à compressão / MPa	Incerteza expandida / MPa	Variação em relação à mistura controle
controle	Sem LETA	24,7	0,3	0 %
M1	5% de LETA	16,2	0,2	redução de 34 %
M2	5% de LETA mais Sp	16,3	0,2	redução de 34 %
M3	10% de LETA	15,1	0,2	redução de 39 %
M4	10% de LETA mais Sp	14,4	0,2	redução de 42 %
M5	5% de LETAC	30,9	0,5	aumento de 25 %
M6	10% de LETAC	23,6	0,5	redução de 4 %

LETA: lodo de ETA; LETAC: lodo de ETA calcinado; Sp: superplastificante; NA: não se aplica

Fonte: próprio autor.

Figura 22 - Gráfico dos resultados de resistência à compressão das misturas. As barras pretas são as incertezas expandidas (para uma PA de 90 %).



Fonte: próprio autor.

Ao analisar as misturas contendo lodo calcinado (M5 e M6), observa-se comportamento distinto. A mistura M5 apresentou aumento de 25 % na resistência à compressão em relação à mistura controle, enquanto M6 apresentou uma redução

discreta de 4 %. Esse ganho de desempenho na M5 pode estar relacionado à atividade pozolânica do lodo calcinado, conforme comprovado pelos ensaios de Chapelle modificado e pelo índice de atividade pozolânica (IAP). Essa evidência está em consonância com os estudos de Hwang *et al.* (2017), Qin *et al.* (2022) e Daza-Marques *et al.* (2024), que relataram aumentos de resistência em misturas com teores moderados (até 5 %) de lodo de ETA calcinado, especialmente em idades mais avançadas de cura. Em ambos os casos, o ganho de resistência é atribuído à formação de compostos secundários de hidratação (C–S–H e C–A–S–H), resultantes da reação da sílica e alumina amorfas do lodo com o hidróxido de cálcio liberado na hidratação do cimento (He *et al.*, 2021; Yang *et al.*, 2023).

A melhora observada na mistura M5 reforça a hipótese de que o tratamento térmico promoveu a transformação de fases amorfas não reativas em reativas, conforme destacado por Shamaki *et al.* (2021) e Silva e Lopes (2022). Por outro lado, o desempenho inferior da mistura M6 (com 10 % de lodo calcinado e superplastificante) pode estar associado à redução da trabalhabilidade causada pelo maior teor de sólidos incorporados, o que comprometeu o adensamento da mistura — efeito também relatado por Al-Rawashdeh *et al.* (2022) e Pham *et al.* (2021), que observaram queda de resistência em teores superiores a 10 % de substituição. De fato, conforme descrito na seção 5.6, a trabalhabilidade da mistura M6 foi de 210,3 mm, inferior ao valor de 275,7 mm da mistura M5 e próximo ao limite inferior de uma argamassa convencional.

Daza-Marques *et al.* (2024) afirmam que a porcentagem de substituição do cimento por um material cimentício pozolânico será sempre limitada pelo fato de que o material cimentício requer portlandita (CH) para reagir. Ainda de acordo com os autores, uma vez que a taxa de substituição do cimento excede um determinado limite, não haverá a quantidade de cimento necessária para sua hidratação produzir C-S-H (hidrato de silicato de cálcio) suficiente, o que resulta em uma porção do material pozolânico sem reatividade, devido à baixa produção de portlandita. Como consequência, tem-se uma piora das propriedades mecânicas da argamassa em comparação às misturas sem adições minerais. No contexto de incorporação do material pozolânico (lodo calcinado) como enchimento, ao invés de substituição parcial do cimento, o problema relatado por Daza-Marques não ocorreria. No entanto, deve-se tomar cuidado com a trabalhabilidade das misturas, pois como ficou provado

nesta trabalho, a inserção de mais de 5 % de lodo de ETA calcinado impacta negativamente no índice de consistência, e esta possui uma relação direta com a resistência mecânica.

Com base nas variações das resistências à compressão (em relação à mistura controle) apresentadas na Tabela 9, do ponto de vista metrológico, verifica-se que as reduções para as misturas sem LETA calcinado foram significativas (todas acima de 30 %). Para as misturas com LETA calcinado, os resultados apontam um aumento estatisticamente significativo da resistência à compressão para a mistura M5 (cerca de 25 %) e uma redução também significativa para M6 – ambas em relação à mistura controle. A mistura controle apresenta valores de resistência à compressão que variam entre [24,4; 25,0] MPa, enquanto a mistura M6 possui variação no intervalo [23,1; 24,1] MPa. Como os intervalos não se sobrepõem é possível afirmar que há diferença significativa entre os resultados das misturas controle e M6 (com 90 % de confiança). Em relação à mistura M5 – faixa de valores [30,4; 31,4] – é possível afirmar também que o aumento é significativo em relação à mistura controle. De acordo com a aplicação desejada, a conformidade com os requisitos normativos que irá determinar se as misturas podem ou não ser empregadas.

5.9 DISCUSSÕES A CERCA DA INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

A avaliação das incertezas associadas à grandeza resistência à tração na flexão tem início com uma análise detalhada das variáveis de entrada e a constante presentes na função de medição (Equação 12 – seção 4.7). A princípio, a dúvida era saber se o valor “1,5” que aparece na função de medição de fato pode ser considerado uma constante, ou se poderia trazer consigo alguma fonte de incerteza associada. A definição incompleta (ou expressão) da função de medição é um dos fatores que pode esconder possíveis fontes de erros grosseiros. Para sanar esta dúvida, foi realizada a dedução da Equação 12, com o propósito de entender como o valor “1,5” aparece na equação. Constatou-se que o valor “1,5” pode ser considerado de fato uma constante, pois ele aparece a partir da definição conceitual para o cálculo da resistência à tração na flexão, considerando uma carga aplicada no centro de uma viga de seção

transversal retangular. Essa definição compreende a análise da resistência à tração na flexão como uma função das variáveis “momento fletor máximo”, “distância da linha neutra até a extremidade de uma das bases da seção transversal” e o “momento de inércia”. Os detalhes sobre a dedução podem ser vistos no Apêndice E.

Após a análise descrita no parágrafo anterior, realizou-se a remoção dos possíveis *outliers*, que poderiam aumentar a variabilidade dos dados. Nas próximas seções, serão apresentados os cálculos relacionados à avaliação da incerteza padrão realizada com base no modelo de medição apresentado na Equação 25. O objetivo aqui, nesta seção, é detalhar os cálculos e apresentar os valores das incertezas padrão de todas as grandezas relacionadas com a medição das resistências à tração na flexão das misturas (com base nos procedimentos descritos na seção 4.9).

5.9.1 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza carga aplicada no centro dos corpos de prova (F_{f_i}) - mistura controle

As medições diretas realizadas para a grandeza força aplicada no centro dos corpos de prova (F_{f_i}) são apresentadas na Tabela 10. Já as medições com as respectivas correções informadas no certificado de calibração da máquina universal, para a “mistura controle”, são apresentadas na Tabela 11. A avaliação da incerteza foi realizada com base nos valores corrigidos.

Tabela 10 - Medições diretas para a grandeza força aplicada no centro dos corpos de prova (mistura controle).

CPs	F_{f_i} / N	CPs	F_{f_i} / N	CPs	F_{f_i} / N
1	3626,39	13	3078,92	25	2755,90
2	3381,95	14	3527,36	26	2883,80
3	3419,57	15	3220,99	27	2862,66
4	3625,71	16	3180,08	28	2882,07
5	4006,50	17	3065,57	29	2763,76
6	3177,90	18	3835,66	30	2736,44
7	2895,86	19	3337,64	31	2953,16
8	3933,48	20	3044,56	32	2891,21
9	3908,89	21	3205,22	33	3022,26
10	3610,75	22	3154,14	34	2791,12
11	3820,26	23	3413,82	35	2872,56
12	3198,97	24	2807,57	36	2877,81
Média / N		3215,85			
Desvio padrão amostral / N		379,69			
Desvio padrão relativo		11,8 %			

Fonte: próprio autor.

Tabela 11 - Medições diretas (com as correções da calibração) para a grandeza força aplicada no centro dos corpos de prova (mistura Controle).

CPs	F_{f_i} / N	CPs	F_{f_i} / N	CPs	F_{f_i} / N
1	3718,06	13	3170,59	25	2847,57
2	3473,62	14	3619,03	26	2975,47
3	3511,24	15	3312,66	27	2954,33
4	3717,38	16	3271,75	28	2973,74
5	4098,17	17	3157,24	29	2855,43
6	3269,57	18	3927,33	30	2828,11
7	2987,53	19	3429,31	31	3044,83
8	4025,15	20	3136,23	32	2982,88
9	4000,56	21	3296,89	33	3113,93
10	3702,42	22	3245,81	34	2882,79
11	3911,93	23	3505,49	35	2964,23
12	3290,64	24	2899,24	36	2969,48
Média / N		3307,52			
Desvio padrão amostral / N		379,69			
Desvio padrão relativo		11,5 %			

Fonte: próprio autor.

Os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza F_{f_i} (descritas na Equação 14 da seção 4.9.1) podem ser verificados na Tabela 12. A partir dos resultados apresentados na Tabela 12 é possível verificar que a incerteza padrão relativa da grandeza F_{f_i} , para a mistura controle, é de aproximadamente 2 %. Para medições realizadas em ambiente de laboratório, em condições (temperatura e umidade relativa do ar) controladas, o adequado é que a incerteza padrão relativa não ultrapasse 5 %. Portanto, essa incerteza padrão relativa é aceitável. Ao observar os coeficientes de Kessel na Tabela 12, verifica-se que a fonte de incerteza que contribui majoritariamente para a incerteza padrão da grandeza F_{f_i} é a da repetibilidade (cerca de 99,8 %). As influências das incertezas da resolução e da calibração podem ser consideradas desprezáveis perante a da repetibilidade.

Tabela 12 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força aplicada no centro do corpo de prova (mistura controle).

Fontes de incertezas	Valor / N	Coeficientes de Kessel
$\overline{F_{f_i}}$	3307,518	NA
$u(\overline{F_{f_i}})$	63,282	99,8 %
u_{CR_m}	0,029	0 %
u_{CC_m}	2,65	0,2 %
$u(F_{f_i})$	63,338	NA
$u_r(F_{f_i})$	2 %	NA

Legenda: NA – Não se aplica.

Fonte: próprio autor.

Logo, se for necessária a redução da incerteza padrão da grandeza F_{f_i} , deve-se começar a análise pela fonte de incerteza da repetibilidade. Ao aumentar a quantidade de repetições, é possível reduzir a variabilidade e, consequentemente, a incerteza associada. É característica desse tipo de experimento a heterogeneidade dos corpos de prova, logo se for necessário minimizar a incerteza da repetibilidade, outra opção é começar por um estudo sobre como produzir corpos de prova mais

homogêneos. Contudo, como a incerteza padrão relativa é adequada, a pesquisa teve continuidade, sem a necessidade de produzir novos corpos de prova. Os fatores que demandam maior “cuidado” na produção dos corpos de prova prismáticos são:

- A distribuição não uniforme dos materiais (cimento, areia, aditivos): pode haver regiões com mais cimento e outras com mais areia e resíduo de lodo de ETA, o que pode gerar resistências diferentes dentro do mesmo lote. Principalmente se os tempos de misturas (para cada etapa) recomendados na norma não forem seguidos;
- Incorporação de ar ou bolhas: se a compactação não for bem-feita, os corpos de prova poderão ter porosidade variável, o que pode reduzir a resistência de forma imprevisível (Metha e Monteiro, 2014);
- Segregação na moldagem: se a argamassa for vertida muito rapidamente ou sem cuidado, pode ocorrer a segregação de grãos, formando zonas fracas (Metha e Monteiro, 2014);
- Processo de desmoldagem: ao desmoldar os corpos de prova dos moldes metálicos, é necessário o cuidado para não danificar o corpo de prova. Qualquer impacto mais forte para desmoldar pode ocasionar a perda de material, o que pode impactar na resistência.

Para melhorar a credibilidade dos resultados, antes do início da realização do primeiro teste, a máquina universal de ensaios foi calibrada por empresa acreditada pela Rede Brasileira de Calibração/INMETRO, de acordo com a NBR ISO/IEC 17025 (ABNT, 2017). O relatório de calibração da máquina pode ser visto no Anexo 3.

Verifica-se no relatório do Anexo 3 que a calibração foi realizada para os pontos 0 N, 600 N, 2000 N, 3000 N, 20000 N, 30000 N, 40000 N, 50000 N, 60000 N e 70000 N. Como não foi realizada a calibração para o ponto 3307,5175, (valor médio das resistências à tração na flexão obtido nos experimentos), adotou-se a incerteza da faixa de 3000 N para o cálculo da incerteza padrão da calibração. No certificado de calibração a incerteza relatada é a expandida, baseada em uma incerteza padrão multiplicada por um fator de abrangência ($k = 2$), proporcionando um nível de confiança de aproximadamente 95 %. A incerteza padrão da correção da calibração

da máquina (u_{CC_m}) foi calculada pela divisão da incerteza expandida da faixa de calibração pelo fator de abrangência “ k ”.

A falta da calibração comprometeria o estudo experimental realizado, uma vez que não se teria ideia alguma das incertezas associadas ao sistema de medição, e se o instrumento está com erros sistemáticos significativos. Caso a máquina não tivesse sido calibrada, deveria ter sido verificada (realizado testes para avaliar se as indicações da máquina estão dentro de intervalos aceitáveis) e seria necessário superestimar a componente do valor da incerteza da correção da calibração. Com isso, seguramente, essa fonte de incerteza passaria a ter uma influência maior sob a incerteza padrão da grandeza F_{f_i} . Os testes de resistência à tração na flexão e compressão foram realizados com base na NBR 16738 (ABNT, 2019). Com base nessa norma, “a máquina deve ser calibrada de acordo com a NBR ISO 7500-1 (ABNT, 2016) e utilizada na faixa indicada nessa calibração classe 1 ou melhor” (vide informações no Anexo 3). Na faixa em que a máquina foi calibrada (de 0 kN à 70 kN) esse requisito foi atendido. Esse fato, que só foi comprovado por conta do processo de calibração, é que indica que os resultados oriundos do equipamento de medição (máquina universal) utilizado são confiáveis.

5.9.2 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza distância entre os apoios (L) - mistura controle

As medições diretas realizadas para a grandeza “distância entre os apoios” (L) e as medições após as correções da calibração (verificadas no relatório de calibração do paquímetro digital - Anexo 2) são apresentadas na Tabela 13. Os valores corrigidos foram utilizados na avaliação da incerteza de L .

Tabela 13 - Medidas repetidas da distância entre os apoios.

Medidas	L / mm	L / mm (com correções)
1	100,11	100,12
2	100,12	100,13
3	100,11	100,12
4	100,11	100,12
5	100,12	100,13
Média / mm	100,114	100,124
Desvio padrão amostral / mm	0,00574	0,00574
Desvio padrão relativo	0,005767 %	0,005767 %

Fonte: próprio autor.

Os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza L podem ser verificados na Tabela 14. Verifica-se nessa tabela que a maior contribuição vem da calibração. O valor da incerteza padrão da calibração foi obtido por meio da divisão da incerteza expandida pelo fator de abrangência ($k = 2$). Da análise da Tabela 14, é possível verificar que a ordem de grandeza da incerteza padrão da calibração é 10 vezes maior que as incertezas da repetibilidade e resolução (respectivamente), por isso, ela contribui com a maior parcela. Contudo, como a incerteza padrão relativa ($u_r(L)$) é pequena (0,01 %), não há necessidade de intervenção para reduzir o valor da incerteza padrão.

Tabela 14 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza distância entre os apoios.

Descrição	Símbolo	Valor / mm	Coeficientes de Kessel
Grandeza	\bar{L}	100,1240	NA
Tipo A da incerteza padrão*	$u(\bar{L})$	0,0024	5,0 %
Incerteza padrão da resolução	u_{CR_p}	0,0029	7,5 %
Incerteza padrão da calibração	u_{CC_p}	0,01	87,5 %
Incerteza padrão da grandeza	$u(L)$	0,0107	NA
Incerteza relativa da grandeza	$u_r(L)$	0,01 %	NA

Legenda: NA – Não se aplica; *Desvio padrão amostral da média.

Fonte: próprio autor.

5.9.3 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza largura da seção transversal do corpo de prova (b_i) - mistura controle

As medições diretas realizadas para a grandeza largura da seção transversal do corpo de prova (b_i), para a “mistura controle”, são apresentadas na Tabela 15. Os valores lidos no paquímetro digital, b_i , estão na faixa de 39,89 mm à 40,83 mm. No relatório de calibração do paquímetro digital é possível verificar que as tendências para as faixas de 0 mm à 100 mm tem valores iguais a “zero”. Por isso, na Tabela 15 são apresentados os mesmos valores lidos, haja vista que a correção que teria de ser aplicada a cada medida não altera seu valor.

Tabela 15 - Medições diretas para a grandeza largura da seção transversal dos corpos de prova (mistura controle).

CPs	b_i / mm	CPs	b_i / mm	CPs	b_i / mm
1	40,84	13	40,36	25	40,91
2	40,34	14	40,74	26	40,88
3	40,49	15	40,59	27	40,78
4	39,89	16	40,81	28	40,84
5	40,92	17	40,93	29	40,82
6	40,35	18	40,84	30	40,89
7	40,49	19	40,72	31	40,67
8	40,59	20	40,79	32	40,90
9	40,84	21	40,83	33	40,81
10	40,82	22	40,88	34	40,68
11	40,49	23	40,91	35	40,81
12	40,51	24	40,92	36	40,84
Média / mm		40,7144			
Desvio padrão amostral / mm		0,2259			
Desvio padrão relativo		0,5547 %			

Fonte: próprio autor.

Os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza b_i são apresentados na Tabela 16. A partir dos resultados apresentados na Tabela 16 é possível verificar que a incerteza padrão relativa da grandeza b_i , para a mistura controle, é de aproximadamente 0,1 %. Para medições realizadas em ambiente de

laboratório, esse resultado pode ser considerado apropriado. Ao observar os coeficientes de Kessel na Tabela 16, verifica-se que a fonte de incerteza que mais contribui para a incerteza padrão da grandeza b_i é a da repetibilidade, seguida da incerteza da calibração da máquina. A influência da incerteza da resolução pode ser considerada desprezável, uma vez que o coeficiente de Kessel para essa contribuição é insignificante perante os demais. Assim como para a grandeza F_{f_i} , se o objetivo for a redução da incerteza padrão da grandeza b_i , deve-se começar a análise pela fonte de incerteza da repetibilidade. Uma solução viável é a aquisição de novos moldes metálicos para a moldagem dos corpos de prova. Os moldes metálicos utilizados para a produção dos corpos de prova desta pesquisa, apesar de estarem em bom estado de conservação, possuem notoriamente algumas pequenas deformações, provavelmente oriundas do efeito de dilatação térmica do aço ao longo do tempo. Se a moldagem dos corpos de prova for realizada em moldes “novos”, possivelmente, vai haver uma redução na variabilidade das larguras das seções transversais dos corpos de prova, tendo como consequência provável uma redução na incerteza da repetibilidade. O impacto da fonte de incerteza da calibração (7 %) também é pequeno quando comparado com o da repetibilidade (92,5 %). Logo, a contribuição dessa fonte de incerteza não deve ser motivo de preocupação.

Tabela 16 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza largura da seção transversal do corpo de prova (mistura controle).

Descrição	Símbolo	Valor / mm	Coeficientes de Kessel
Grandeza	\bar{b}_l	40,7144	NA
Tipo A da incerteza padrão*	$u(\bar{b}_l)$	0,0376	92,5%
Incerteza padrão da resolução	u_{CR_p}	0,0029	0,5%
Incerteza padrão da calibração	u_{CC_p}	0,01	7,0%
Incerteza padrão da grandeza	$u(b_i)$	0,0390	NA
Incerteza relativa da grandeza	$u_r(b_i)$	0,1 %	NA

Legenda: NA – Não se aplica; *Desvio padrão amostral da média.

Fonte: próprio autor.

Ressalta-se aqui (mais uma vez) que caso o equipamento de medição (paquímetro digital) não estivesse calibrado, a solução seria realizar uma verificação metrológica do instrumento e majorar um valor para a incerteza padrão. Por isso, é sempre recomendado realizar medições experimentais com equipamentos calibrados. Contudo a incerteza padrão da grandeza (aproximadamente 0,1 % do valor da grandeza) é pequena, portanto, não é necessário adotar medidas para sua redução.

5.9.4 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (R_{f_i}) - mistura controle

A incerteza padrão da resistência à tração na flexão é calculada com base no modelo de medição apresentado na Equação 25 da seção 4.9.4. Conforme explicado na seção 4.9.4, é necessário considerar a correlação entre as grandezas L e b_i , pois utilizou-se o mesmo equipamento de medição nas medições diretas dessas duas grandezas. Para tanto, o cálculo da incerteza padrão para R_{f_i} foi realizado considerando três valores de coeficientes de correlação para L e b_i : -1, 0, 1 (correlação mínima, nula e máxima).

Na Tabela 17 estão apresentadas as informações sobre as grandezas utilizadas no cálculo da resistência à tração na flexão, suas estimativas e incertezas, bem como as contribuições (coeficientes de sensibilidade multiplicados pelas incertezas padrão) e os coeficientes de Kessel de cada uma delas.

Tabela 17 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza resistência à tração na flexão (mistura controle).

Grandezas	Estimativas	Incógnitas padrão (para o coeficiente de correlação -1)	Contribuições / MPa	Coefic. Kessel
F_{f_l} / N	3307,52	63,34	0,143760656	97,6 %
\bar{L} / mm	100,12	0,01	0,000786021	0,0 %
\bar{b}_l / mm	40,71	0,04	-0,021181122	2,2 %
R_{f_i} / MPa	7,36	0,14	NA	NA
Contrib. da correl.	NA	NA	0,005770409	0,2 %
Grandezas	Estimativas	Incógnitas padrão (para o coeficiente de correlação 0)	Contribuições / MPa	Coefic. Kessel
F_{f_l} / N	3307,52	63,34	0,140943398	97,8 %
\bar{L} / mm	100,12	0,01	0,000786021	0,0 %
\bar{b}_l / mm	40,71	0,04	-0,021181122	2,2 %
R_{f_i} / MPa	7,36	0,14	NA	
Contrib. da correl.	NA	NA	0	0,0 %
Grandezas	Estimativas	Incógnitas padrão (para o coeficiente de correlação 1)	Contribuições / MPa	Coefic. Kessel
F_{f_l} / N	3307,12	63,34	0,143760656	97,9 %
\bar{L} / mm	100,12	0,01	0,000786021	0,0 %
\bar{b}_l / mm	40,71	0,04	-0,021181122	2,2 %
R_{f_i} / MPa	7,36	0,14		
Contrib. da correl.	NA	NA	NA	- 0,2 %

Fonte: próprio autor.

A análise das informações da Tabela 17 permite afirmar que a covariância entre L e b_l não interfere significativamente no resultado da incerteza padrão da resistência à tração na flexão, independente do coeficiente de correlação aplicado. Ou seja, qualquer que seja o valor do coeficiente de correlação, não há alteração no valor da incerteza padrão da grandeza. Isso ocorre porque a contribuição das grandezas L e b_l para a variância do mensurando (R_{f_i}), juntas, respondem por aproximadamente 2 % da incerteza total (ou seja, insignificantes perante a contribuição de F_{f_l}). Assim, mesmo variações no coeficiente de correlação entre elas resultam em efeito praticamente insignificante sobre a incerteza combinada. No caso das grandezas com

contribuição dominante, como nesse caso foi o F_{f_i} , a correlação teria impacto expressivo no resultado final, conforme previsto pela equação geral da LPI.

A incerteza de b_i contribui com cerca de 2 % para a incerteza da grandeza R_{f_i} , valor também pequeno quando comparado ao valor de contribuição da incerteza de F_{f_i} (aproximadamente 98 % - independente do coeficiente de correlação aplicado).

Como mostrado, a maior contribuição para a incerteza da resistência à tração na flexão vem da incerteza da grandeza força aplicada no centro do corpo de prova (aproximadamente 98 %). Na prática, os limites impostos por normas para a resistência à tração na flexão, de acordo com a aplicação desejada para as argamassas, é que pode indicar se há ou não a necessidade de se intervir para reduzir o efeito de alguma fonte de incerteza.

5.9.5 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à tração na flexão (R_{f_i}) - misturas M1 à M6

O mesmo comportamento das contribuições das incertezas apresentado para a mistura controle (cujas discussões foram apresentadas na seção 5.9.4) foi verificado para as misturas M1 à M6, ou seja, tanto para a grandeza F_{f_i} quanto para a grandeza b_i , de todas as misturas, as fontes de incerteza de maiores contribuições foram da repetibilidade. Para a resistência à tração na flexão (R_{f_i}), a força aplicada no centro do corpo de prova (F_{f_i}) também foi dominante, para todas as misturas. Para fins de verificação, na Tabela 18 são apresentados os coeficientes de Kessel da repetibilidade, resolução e calibração, para as grandezas F_{f_i} e b_i , e também as contribuições de Kessel de F_{f_i} , L e b_i para a resistência à tração na flexão (R_{f_i}) de todas as misturas. A incerteza de L é igual para todas as misturas, pois se trata da distância entre os apoios, que não tem relação com as medições feitas diretamente nos corpos de prova. Por isso, as contribuições das fontes de incerteza para L não foram adicionadas na Tabela 18, pois já foram apresentadas para a mistura controle. Todos os dados e informações das misturas M1 à M6 (dados brutos, verificação de

outliers, valores após correções da calibração e incertezas das grandezas) podem ser vistos no Apêndice D.

Tabela 18 - Coeficientes de contribuição de Kessel de todas as grandezas, para todas as misturas.

Misturas	KESSEL da F_{f_i} / %			KESSEL de b_i / %			KESSEL da R_{f_i} / %		
	Repet.	Resol.	Cal.	Repet.	Resol.	Cal.	F_{f_i}	L	b_i
controle	99,8	0	0,2	93	1	6	98	0	2
M1	99	0	1	96	1	3	91	0	9
M2	99	0	1	98	0	2	92	0	8
M3	98	0	2	92	1	7	95	0	5
M4	97	0	3	90	1	9	93	0	7
M5	99,7	0	0,3	98	0	2	93	0	7
M6	99,5	0	0,5	86	1	13	98	0	2

Legenda: Repet. – repetibilidade; Resol. – resolução; Cal. – calibração.

Fonte: próprio autor.

Todas as considerações realizadas nas seções 5.6.1 a 5.6.4 (para a mistura controle), são válidas para as demais misturas, tendo em vista o comportamento similar dos efeitos das contribuições das fontes de incertezas.

5.10 DISCUSSÕES SOBRE A INCERTEZA PADRÃO PARA OS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Antes de iniciar os cálculos das resistências à compressão e de suas incertezas padrão, foi realizado o tratamento para o descarte de resultados que apresentaram variação maior que 10 % da média aritmética, conforme relatado na seção 5.8. Nas próximas seções, serão apresentados os cálculos relacionados à avaliação da incerteza padrão realizada com base no modelo de medição apresentado na Equação 39 da seção 4.10.3. O objetivo aqui, nesta seção, é detalhar os cálculos e apresentar os valores das incertezas padrão das grandezas relacionadas com a medição das resistências à compressão das misturas (com base nos procedimentos descritos na seção 4.10).

5.10.1 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza força máxima de ruptura (F_{c_i}) - mistura controle

As medições diretas realizadas para a grandeza força máxima de ruptura (F_{c_i}), para a “mistura controle”, são apresentadas na Tabela 19. Já as medições com as respectivas correções informadas no certificado de calibração da máquina universal, para a “mistura controle”, são apresentadas na Tabela 20. A avaliação da incerteza foi realizada com base nos valores corrigidos.

Tabela 19 - Medições diretas para a grandeza força máxima de ruptura (mistura controle).

CPs	F_{c_i} / N						
1	39270,4	19	38359,9	38	36395,0	56	40425,2
2	41376,3	20	41862,2	39	39134,1	57	38225,5
3	42584,5	21	42228,7	40	36726,7	58	39544,0
4	40157,1	22	37859,0	41	39614,0	59	39373,6
5	40348,5	23	39826,0	42	39801,1	60	39004,5
6	39047,6	24	40169,0	43	40248,0	61	39915,4
7	39997,8	25	39243,0	44	41187,8	62	38808,9
8	40457,5	26	38785,0	45	38273,1	63	38437,9
9	39943,1	27	37859,4	46	41338,2	64	39851,5
10	41417,7	28	42523,1	47	40735,5	65	39157,6
11	41082,2	29	40204,8	48	39184,5	66	37538,6
12	40868,5	30	42305,8	49	40511,9	67	41214,9
13	40180,9	31	41610,5	50	39218,3	68	37950,9
14	41723,8	32	39257,0	51	40668,7	69	38668,4
16	41849,8	33	38689,8	52	42575,7	70	39562,0
17	40754,0	35	40771,3	53	39042,9	71	38576,4
18	40124,0	36	37077,1	55	39125,4	72	38384,6

Nota: Os corpos de prova 15, 34, 37 e 54 foram excluídos por apresentarem valores com variação superior a 10 % da média aritmética.

Fonte: próprio autor.

Tabela 20 - Medições diretas (com as correções da calibração) para a grandeza força máxima de ruptura (mistura controle).

CPs	F_{c_i} / N	CPs	F_{c_i} / N	CPs	F_{c_i} / N	CPs	F_{c_i} / N
1	39488,12	19	38577,62	38	36612,72	56	40642,92
2	41594,02	20	42079,92	39	39351,82	57	38443,22
3	42802,22	21	42446,42	40	36944,42	58	39761,72
4	40374,82	22	38076,72	41	39831,72	59	39591,32
5	40566,22	23	40043,72	42	40018,82	60	39222,22
6	39265,32	24	40386,72	43	40465,72	61	40133,12
7	40215,52	25	39460,72	44	41405,52	62	39026,62
8	40675,22	26	39002,72	45	38490,82	63	38655,62
9	40160,82	27	38077,12	46	41555,92	64	40069,22
10	41635,42	28	42740,82	47	40953,22	65	39375,32
11	41299,92	29	40422,52	48	39402,22	66	37756,32
12	41086,22	30	42523,52	49	40729,62	67	41432,62
13	40398,62	31	41828,22	50	39436,02	68	38168,62
14	41941,52	32	39474,72	51	40886,42	69	38886,12
16	42067,52	33	38907,52	52	42793,42	70	39779,72
17	40971,72	35	40989,02	53	39260,62	71	38794,12
18	40341,72	36	37294,82	55	39343,12	72	38602,32
Média aritmética / N				40044,72			
Desvio padrão amostral / N				1429,93			
Desvio padrão relativo				3,6 %			

Nota: Os corpos de prova 15, 34, 37 e 54 foram excluídos por apresentarem valores com variação superior a 10 % da média aritmética

Fonte: próprio autor.

Os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza F_{c_i} são apresentados na Tabela 21. A partir dos resultados apresentados nessa tabela é possível verificar que a incerteza padrão relativa da grandeza F_{c_i} , para a mistura controle, é de aproximadamente 2,2 %, valor considerado adequado para medições realizadas em ambiente de laboratório. A análise dos coeficientes de Kessel na Tabela 21 indica que as fontes de incertezas que mais contribuem para a incerteza padrão da grandeza F_{c_i} são da condição de preservação da amostra (Pr) e do efeito de planicidade (Pl), cada uma contribuindo com 45,4 % da variância total. Corpos de prova em condições de preservação ruins (por exemplo, com muitos poros e ondulações) podem levar a leituras de forças máximas equivocadas. Isso porque os poros e ondulações nas superfícies dos corpos de prova criam “espaços vazios” entre as chapas auxiliares e a superfície dos corpos de prova, prejudicando a transferência

de carga das chapas para os CPs. A consequência disso, possivelmente, são leituras de forças máximas de rupturas mais baixas. Em relação ao efeito da planicidade, caso as superfícies das chapas auxiliares não estejam visivelmente planas, certamente vai haver espaços entre as chapas auxiliares e os pratos (da máquina) de aplicação de carga, tendo impacto também na transferência de carga das chapas para os CPs. Essas fontes de incerteza foram identificadas na literatura, no trabalho de Dhoska *et al.* (2018). Observa-se que as incertezas associadas às correções de preservação da amostra, efeito de planicidade, ângulo de contato e centralização, estimadas por meio de percentuais fixos da força média de ruptura (1,5 %, 1,5 %, 0,1 % e 0,5 %, respectivamente), tendem a resultar em valores superiores à incerteza associada à repetibilidade dos resultados experimentais. Tal comportamento decorre do caráter conservador dos percentuais adotados, para uma máquina de ensaio de compressão manual (prensa), de diferente capacidade e configuração elétrica e mecânica da máquina utilizada nesta pesquisa (máquina servo controlada calibrada e com indicação de classe de precisão 0,5), podendo, portanto, superestimar a contribuição real dessas fontes.

No caso específico desta pesquisa, em que se dispõe de 67 medições independentes da força máxima de ruptura (para a mistura controle), a incerteza padrão da repetibilidade pode já estar incorporando, de forma empírica, as variações associadas às pequenas diferenças de posicionamento, planicidade, alinhamento e condição superficial das amostras durante os ensaios. Assim, é razoável admitir que as fontes de incerteza verificadas em Dhoska *et al.* (2018) possam ser englobadas pela incerteza de repetibilidade, evitando dupla contagem de efeitos. Também, reconhece-se que a validade dos fatores percentuais utilizados dependeria de uma avaliação experimental específica da máquina de ensaio empregada, a qual poderia ser objeto de investigação complementar, caso se desejasse refinar a modelagem metrológica da medição de força. Por isso, na Tabela 22 são apresentados os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza F_{ci} , mas desconsiderando as fontes de incerteza identificadas em Dhoska *et al.* (2018). Os resultados apresentados na Tabela 22 foram utilizados como base para o cálculo da incerteza padrão da grandeza de saída (resistência à compressão).

Tabela 21 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força máxima de ruptura (mistura controle).

Descrição	Símbolos	Valor / N	Coeficientes de Kessel
Grandeza	\bar{F}_{c_i}	40044,7215	NA
Tipo A da incerteza padrão	$u(\bar{F}_{c_i})$	173,4046	3,8 %
Incerteza padrão da resolução	u_{CR_m}	0,0288	0,0 %
Incerteza padrão da calibração	u_{CC_m}	26,5	0,1 %
Incerteza padrão de Pr	u_{CP_r}	600,6708	45,4 %
Incerteza padrão de Pl	u_{CPl}	600,6708	45,4 %
Incerteza padrão de Ac	u_{CAC}	40,0447	0,2 %
Incerteza padrão de Ce	u_{CCE}	200,2236	5,1 %
Incerteza padrão da grandeza	$u(F_{c_i})$	891,1090	NA
Incerteza padrão relativa	$u_r(F_{c_i})$	2,2 %	NA

Legenda: NA: não se aplica.

Fonte: próprio autor.

Tabela 22 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza força máxima de ruptura (mistura controle) sem considerar as incertezas verificadas em Dhoska *et al.* (2018).

Descrição	Símbolos	Valor / N	Coeficientes de Kessel
Grandeza	\bar{F}_{c_i}	40044,7215	NA
Tipo A da incerteza padrão	$u(\bar{F}_{c_i})$	173,4046	97,7 %
Incerteza padrão da resolução	u_{CR_m}	0,0288	0,0 %
Incerteza padrão da calibração	u_{CC_m}	26,5	2,3 %
Incerteza padrão de Pr	u_{CP_r}	0	0 %
Incerteza padrão de Pl	u_{CPl}	0	0 %
Incerteza padrão de Ac	u_{CAC}	0	0 %
Incerteza padrão de Ce	u_{CCE}	0	0 %
Incerteza padrão da grandeza	$u(F_{c_i})$	175,4178	NA
Incerteza padrão relativa	$u_r(F_{c_i})$	0,44 %	NA

Legenda: NA: não se aplica.

Fonte: próprio autor.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 22 é possível verificar que a incerteza padrão relativa da grandeza F_{ci} , para a mistura controle, é de aproximadamente 0,44 %, cinco vezes menor que o valor de incerteza padrão relativa apresentado na Tabela 21 (2,2 %), quando se considera as fontes de incerteza de Dhoska *et al.* (2018).

A análise dos coeficientes de Kessel evidencia que a repetibilidade é a principal fonte de incerteza associada à medição da força máxima de ruptura, com 97,7 % de contribuição para a incerteza padrão combinada. Esse resultado indica que a variabilidade intrínseca das medições experimentais — relacionada a fatores como heterogeneidade das amostras, pequenas diferenças de posicionamento ou microdefeitos na superfície dos corpos de prova — é o fator que mais influencia a incerteza da força máxima. Em contrapartida, a resolução do sistema de medição da máquina de ensaio apresentou contribuição praticamente nula (0,0000003 %), o que demonstra que o equipamento possui resolução suficientemente fina para capturar variações de força dentro da faixa de interesse sem impactar significativamente o resultado. A incerteza de calibração do sistema de força contribuiu com apenas 2,3 % para a incerteza total, refletindo a alta confiabilidade metrológica da máquina de ensaio (classificada como Classe de precisão 0,5) e o uso adequado dentro da faixa calibrada.

5.10.2 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza área das chapas auxiliares (A) - mistura e controle

A grandeza “área das chapas auxiliares” (A) é uma medida indireta, calculada por meio da Equação 35, descrita na seção 4.10.2. Logo, é necessário primeiro apresentar os cálculos e resultados das incertezas para as medições diretas dos lados das chapas auxiliares ($L1, L2, L3, L4, L5, L6, L7$ e $L8$). As medições diretas realizadas nos lados das chapas auxiliares são apresentadas na Tabela 23. Foram realizadas cinco medidas repetidas para cada lado. Os valores lidos no paquímetro digital estão na faixa de 39,91 mm à 40,50 mm. No relatório de calibração do paquímetro digital é possível verificar que as tendências para as faixas de 0 mm à 100 mm tem valores

iguais a “zero”. Por isso, na Tabela 23 são apresentados os mesmos valores lidos, haja vista que a correção que teria de ser aplicada a cada medida não altera seu valor.

Tabela 23 - Medições diretas para os oito lados das chapas auxiliares (superior e inferior).

Lados	Medições / mm					\bar{L}_b / mm	Desvio padrão amostral / mm	Desvio padrão relativo
L_1	40,23	40,21	40,25	40,22	40,23	40,23	0,01483	0,04 %
L_2	39,91	39,94	39,92	39,93	39,92	39,92	0,01140	0,03 %
L_3	40,54	40,51	40,53	40,51	40,52	40,52	0,01304	0,03 %
L_4	40,36	40,32	40,33	40,34	40,35	40,34	0,01581	0,04 %
L_5	40,43	40,41	40,44	40,42	40,41	40,42	0,01304	0,03 %
L_6	40,11	40,09	40,12	40,08	40,09	40,10	0,01643	0,04 %
L_7	40,32	40,35	40,32	40,34	40,33	40,33	0,01304	0,03 %
L_8	40,52	40,49	40,48	40,51	40,49	40,50	0,01643	0,04 %

Fonte: próprio autor.

Os resultados relacionados às fontes de incertezas identificadas para a grandeza L_b (descritas na Equação 36 da seção 4.10.2) são apresentados na Tabela 24. Os coeficientes de contribuição de Kessel também mostram que a calibração é a fonte de incerteza mais relevante. Na Tabela 24 verifica-se que a ordem de grandeza da incerteza padrão da calibração é significativamente maior (cerca de 10 vezes) que as incertezas da repetibilidade e resolução, por isso, ela contribui com a maior parcela. Utilizar um paquímetro com visor digital com incerteza de calibração menor pode reduzir o maior efeito da calibração. No entanto, como as incertezas padrão relativas ($u_r(L_b)$) são pequenas (nenhuma próxima de 1 %), não há necessidade de intervenção para reduzir o valor das incertezas padrão, nem estudos adicionais para uma maior compreensão dos valores das incertezas. O cuidado que se deve tomar, ao realizar ensaios de compressão pelo método prismático, é a utilização de chapas auxiliares cujas medidas dos lados estejam o mais próximo possível de 40 mm.

Tabela 24 - Incertezas padrão das fontes de incerteza e incerteza padrão da grandeza lado das chapas.

Descrição	Incerteza da repetibilidade	Incerteza da resolução	Incerteza da calibração	Incerteza da grandeza	Incerteza padrão relativa	Coeficientes de contribuição de Kessel		
Lados	$u(\bar{L}_b)$ / mm	u_{CR_p} / mm	u_{CC_p} / mm	$u(L_b)$ / mm	$u_r(L_b)$	Repet.	Resol.	Cal.
L_1	0,0066	0,003	0,01	0,0123	0,031 %	29 %	5 %	66 %
L_2	0,0051	0,003	0,01	0,0116	0,029 %	20 %	6 %	74 %
L_3	0,0058	0,003	0,01	0,0119	0,029 %	24 %	6 %	70 %
L_4	0,0071	0,003	0,01	0,0126	0,031 %	32 %	5 %	63 %
L_5	0,0058	0,003	0,01	0,0119	0,030 %	24 %	6 %	70 %
L_6	0,0073	0,003	0,01	0,0127	0,032 %	33 %	5 %	62 %
L_7	0,0058	0,003	0,01	0,0119	0,030 %	24 %	6 %	70 %
L_8	0,0073	0,003	0,01	0,0127	0,031 %	33 %	5 %	62 %

Legenda: Repet. – repetibilidade; Resol. – resolução; Cal. – calibração.

Fonte: próprio autor.

A incerteza padrão da área é calculada com base na combinação das incertezas padrão de cada lado L_b . As medições dos oito lados das chapas auxiliares foram realizadas com o mesmo paquímetro digital, por isso foi considerada a correlação entre as grandezas L_1 à L_8 . Como não se sabe a real correlação entre essas grandezas, o cálculo da incerteza padrão para “A” foi realizado considerando três valores de coeficientes de correlação: -1, 0, 1 (correlação mínima, nula e máxima). Para o coeficiente de correlação “-1” não foi possível realizar os cálculos, pois aparece valores negativos dentro da raiz da Equação 38 da seção 4.10.2. Para valores negativos maiores que -0,14 até é possível encontrar valores para a incerteza padrão da área. No entanto, nesses cenários, são verificados somente valores negativos para as contribuições das correlações, o que não faz sentido do ponto de vista matemático. Nas Tabelas 25 e 26 estão apresentadas as informações resumidas da incerteza padrão e coeficientes de Kessel para a grandeza área (A) (para os coeficientes de correlação 0 e 1, respectivamente).

Os resultados da Tabela 25 (coeficiente de correlação “0”) mostram que as contribuições das incertezas de todos os lados para a incerteza da área são praticamente as mesmas. As maiores contribuições foram de L_4 , L_6 e L_8 (13,3 %, 13,6 % e 13,6 %, respectivamente). Ao considerar o coeficiente de correlação “1”

(Tabela 26), observa-se um impacto significativo da contribuição dessa correlação para a incerteza da área. O valor da incerteza padrão da área passa de 2,79 mm² (coeficiente de correção “0”) para 7,88 mm² (coeficiente de correção “1”), um aumento de aproximadamente 260 %.

Tabela 25 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza área (coeficiente de correlação 0).

Coeficiente de correlação 0					
Descrição Lados das chapas	Grandez \bar{L}_k / mm	Incerteza padrão da grandeza $u(L_k)$ / mm	Incerteza padrão relativa $u_r(L_k)$	Contribuições / mm ²	Coeficientes de contribuição de Kessel
$L1$	40,23	0,01234	0,031 %	0,99064	13 %
$L2$	39,92	0,01159	0,029 %	0,93591	11 %
$L3$	40,52	0,01193	0,029 %	0,95757	12 %
$L4$	40,35	0,01258	0,031 %	1,01608	13 %
$L5$	40,41	0,01193	0,030 %	0,96153	12 %
$L6$	40,09	0,01274	0,032 %	1,02888	14 %
$L7$	40,33	0,01193	0,030 %	0,96153	12 %
$L8$	40,49	0,01274	0,031 %	1,02888	13 %
Contrib. correl.	NA			0	0 %
Área / mm²	1623,7209	$u(A) / \text{mm}^2$	2,7880	$u_r(A)$	0,2 %

Legenda: Contrib. correl. – contribuição da correlação; NA: não se aplica.

Fonte: próprio autor.

Tabela 26 - Tabela Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza área (coeficiente de correlação 1).

Coeficiente de correlação 1					
Descrição	Grandeza	Inceteza padrão da grandeza	Inceteza padrão relativa	Contribuições / mm ²	Coeficientes de contribuição de Kessel
Lados das chapas	\bar{L}_k / mm	$u(L_k)$ / mm	$u_r(L_k)$		
$L1$	40,23	0,01234	0,031 %	0,99064	1,6 %
$L2$	39,92	0,01159	0,029 %	0,93591	1,4 %
$L3$	40,52	0,01193	0,029 %	0,95757	1,5 %
$L4$	40,35	0,01258	0,031 %	1,01608	1,7 %
$L5$	40,41	0,01193	0,030 %	0,96153	1,5 %
$L6$	40,09	0,01274	0,032 %	1,02888	1,7 %
$L7$	40,33	0,01193	0,030 %	0,96153	1,5 %
$L8$	40,49	0,01274	0,031 %	1,02888	1,7 %
Contrib. correl.	NA			7,37144	87,5 %
Área / mm²	1623,7209	$u(A)$ / mm²	7,8811	$u_r(A)$	0,5 %

Legenda: Contrib. correl. – contribuição da correlação; NA: não se aplica.

Fonte: próprio autor.

De acordo com GUM (BIPM *et al.*, 2012a), como o mesmo equipamento (paquímetro com visor digital) foi utilizado nas medições de todos os lados, não se deve desprezar a influência das covariâncias dos lados. Logo, é possível afirmar que a incerteza padrão da área é no mínimo 2,79 mm² (se não houver correlação) e no máximo 7,88 mm² (se tiver correlação máxima). Porém, mesmo considerando o valor máximo, a incerteza padrão relativa é pequena (cerca de 0,5 %), o que evidencia que os resultados experimentais possuem boa qualidade. Para o cálculo da incerteza padrão da resistência à compressão (R_{ci}), foi considerada a incerteza máxima da área (7,88 mm²).

5.10.3 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza R_{ci} (mistura controle)

A incerteza padrão da resistência à compressão é calculada com base no modelo de medição apresentado na Equação 39 da seção 4.10.3. Como as grandezas área das chapas auxiliares e força máxima de ruptura foram obtidas a partir de medições realizadas em equipamentos diferentes (paquímetro digital e máquina universal, respectivamente), foi considerado que não há correlação entre elas. Na Tabela 27 estão apresentadas as informações necessárias para a interpretação da incerteza padrão da resistência à compressão. Observa-se que a incerteza padrão relativa da resistência à compressão pode ser considerada adequada (0,7 %) para medições realizadas em ambiente de laboratório.

Tabela 27 - Informações para a interpretação da incerteza padrão da grandeza resistência à compressão (mistura controle).

Grandezas	Estimativas	Incógnitas padrão	Contribuições / MPa	Kessel
F_{ci} / N	40044,722	175,4178	0,10803	45 %
A / mm ²	1623,721	7,881	- 0,11970	55 %
R_{ci}	24,662 MPa	0,161 MPa	NA	$u_r(R_{ci}) = 0,7\%$

Legenda: NA – Não se aplica.

Fonte: próprio autor.

Para a mistura controle, a maior contribuição para a incerteza de R_{ci} vem da incerteza da área das chapas auxiliares (aproximadamente de 55 %). Logo, se for necessário reduzir a incerteza padrão da resistência à compressão, deve-se concentrar esforços (primeiro) na grandeza área das chapas auxiliares. Utilizar chapas com medidas próximas de 40 mm (conforme recomenda a norma) pode contribuir para reduzir essa maior contribuição da incerteza da área das chapas.

A análise dos coeficientes de Kessel para a grandeza F_{c_i} (Tabela 22 da seção 5.10.1) aponta que a repetibilidade é a principal fonte de incerteza associada à medição da força máxima de ruptura. A variabilidade intrínseca das medições experimentais — relacionada a fatores como heterogeneidade das amostras, pequenas diferenças de posicionamento, microdefeitos na superfície dos corpos de prova e o efeito de planicidade — é o fator que mais influencia a incerteza da força máxima de ruptura. Logo, um estudo experimental mais detalhado sobre os possíveis efeitos desses fatores pode contribuir para a redução do impacto na incerteza padrão da força máxima de ruptura. Como consequência, haverá também uma redução do impacto da incerteza padrão da força máxima de ruptura para a incerteza padrão da resistência à compressão.

5.10.4 Cálculo e resultados da incerteza padrão para a grandeza resistência à compressão (R_{c_i}) - misturas M1 à M6

Na Tabela 28 são apresentados os coeficientes de Kessel para a grandeza F_{c_i} , e também as contribuições de Kessel de F_{c_i} e A para a resistência à compressão (R_{c_i}), de todas as misturas. Para a grandeza área das chapas auxiliares (A), a incerteza padrão é igual para todas as misturas, pois não tem relação com as medições realizadas nos corpos de prova. Por isso, as contribuições das fontes de incerteza para a grandeza A não foram adicionadas na Tabela 28, pois já foram apresentadas. Todos os dados e informações das misturas M1 à M6 (dados brutos, verificação da variabilidade de 10 % da média aritmética, valores após correções da calibração e incertezas das grandezas) podem ser vistos no Apêndice D.

Tabela 28 - Contribuições de Kessel para as grandezas associadas ao cálculo da resistência à compressão (de todas as misturas).

Misturas	KESSEL da F_{c_i} / %			KESSEL da R_{c_i} / %	
	Repet.	Resol.	Cal.	F_{c_i}	A
controle	98 %	0 %	2 %	45 %	55 %
M1	98 %	0 %	2 %	57 %	43 %
M2	98 %	0 %	2 %	57 %	43 %
M3	98 %	0 %	2 %	59 %	41 %
M4	96 %	0 %	4 %	44 %	56 %
M5	99 %	0 %	1 %	71 %	29 %
M6	99 %	0 %	1 %	82 %	18 %

Legenda: Repet. – repetibilidade; Resol. – Resolução; Cal. – Calibração.

Fonte: próprio autor.

Na Tabela 28 observa-se que, para as misturas M1, M2 e M3, as maiores contribuições para a incerteza combinada de R_{c_i} foram da força máxima de ruptura. A mistura M4 teve comportamento similar à da mistura controle, cuja maior contribuição foi da incerteza da área das chapas. Para as misturas M5 e M6, valores de contribuições de Kessel maiores foram verificados para a força máxima – quando comparados aos valores das misturas M1, M2 e M3 – devido à maior variabilidade dos dados, possivelmente atrelada a menor amostragem (24 resultados para cada amostra). Possivelmente, se a amostragem de M5 e M6 fosse tão grande quanto a amostragem das demais misturas, as contribuições das forças máximas das misturas M5 e M6 seriam próximas das contribuições das demais misturas. Todas as considerações realizadas nas seções 5.10.1 e 5.10.2 (para a mistura controle), são válidas para as demais misturas, tendo em vista o comportamento similar dos efeitos das contribuições das incertezas.

5.11 DISCUSSÕES SOBRE A INCERTEZA EXPANDIDA PARA OS RESULTADOS DAS RESISTÊNCIAS À TRAÇÃO NA FLEXÃO E COMPRESSÃO

Conforme relatado na seção de revisão bibliográfica, o GUM (BIPM *et al.*, 2012a) propõe o uso da incerteza padrão para expressar de maneira quantitativa o resultado

da incerteza da medição de uma grandeza. No entanto, em algumas situações, como a comparação com valores normativos para fins de aplicações científicas, comerciais ou industriais, deve-se utilizar o intervalo de abrangência, e se a FDP do mensurando for simétrica, a incerteza expandida de medição pode ser compreendida como um intervalo “de segurança” em torno do resultado da medição, no qual espera-se abranger uma porção equivalente à probabilidade de abrangência dos possíveis valores do mensurando (Martins *et al.*, 2010; BIPM *et al.*, 2012a).

As FDPs das grandezas de saída (resistência à tração na flexão e resistência à compressão) obtidas na simulação de Monte Carlo foram, para todas as misturas, aproximadamente Gaussianas. Isso indica que a simulação de Monte Carlo produziu grandezas de saídas (resistências à tração na flexão e compressão) que podem ser modeladas com segurança por uma distribuição normal. Com base nesses resultados, fica evidenciado que é possível utilizar a equação de Welch-Satterthwaite (que exige normalidade da grandeza de saída). Os resultados da simulação de Monte Carlo para todas as misturas (com as FDPs das grandezas de saídas) podem ser verificados no Apêndice F.

O principal benefício do uso da equação de Welch-Satterthwaite está na possibilidade de poder tratar as fontes de incerteza com graus de liberdade finitos. No entanto, na calculadora do NIST, quando se obtém uma FDP para a grandeza de saída aproximadamente gaussiana (como foi o caso para as resistências à tração na flexão e compressão), então os intervalos de abrangência só podem ser interpretados como intervalos de abrangência para o mensurando considerando graus de liberdade infinitos, não havendo a possibilidade de atribuir graus de liberdade para cada fonte de incerteza. Isso pode levar a conclusões equivocadas sobre os resultados.

Nas seções 5.11.1 e 5.11.2 são detalhados os cálculos e apresentados os valores associados às incertezas expandidas das resistências à tração na flexão e compressão das misturas, respectivamente. Além disso, são apresentados também os resultados da comparação dos valores das resistências com suas respectivas incertezas expandidas, com requisitos verificados em normas técnicas de algumas aplicações.

5.11.1 Cálculo e resultados da incerteza expandida (resistência à tração na flexão)

O cálculo da incerteza expandida é realizado pela multiplicação das incertezas padrão das grandezas de saída pelo fator de abrangência (k). Para que seja possível calcular o valor de k , antes, é necessário o cálculo dos graus de liberdade efetivos (v_{eff}), por meio da equação de Welch–Satterthwaite. Para a resistência à tração na flexão, primeiro fez-se necessário calcular os graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada F_{f_i} , L e b_i , cujos resultados para a mistura controle estão apresentados na Tabela 29. Para as misturas M1 à M6, os procedimentos adotados foram os mesmos expostos na Tabela 29 (com a alteração dos valores referentes aos resultados de cada mistura).

Tabela 29 - Cálculo dos graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada da resistência à tração na flexão (para a mistura controle).

Grandeza Força aplicada no centro dos corpos de prova (F_{f_i})				
Fonte de incerteza	Incerteza-padrão / N	$u(F_{f_i}) / N$	Graus de liberdade das fontes de incerteza	$v_{eff}(F_{f_i})$
Repetibilidade (Tipo A)	63,2820		35	NA*
Resolução	0,0029	64,6035	30	boa qualidade
Calibração	13		30	boa qualidade
Grandeza distância entre os apoios (L)				
Fonte de incerteza	Incerteza-padrão / mm	$u(L) / mm$	Graus de liberdade das fontes de incerteza	$v_{eff}(L)$
Repetibilidade (Tipo A)	0,0024		4	NA*
Resolução	0,0029	0,0107	30	boa qualidade
Calibração	0,01		30	boa qualidade
Grandeza distância entre os apoios (b_i)				
Fonte de incerteza	Incerteza-padrão / mm	$u(b_i) / mm$	Graus de liberdade das fontes de incerteza	$v_{eff}(b_i)$
Repetibilidade (Tipo A)	0,0376		35	NA*
Resolução	0,0029	0,0391	30	boa qualidade
Calibração	0,01		30	boa qualidade

NA*: Não se aplica, pois para a repetibilidade é $n-1$.

Fonte: próprio autor.

Na Tabela 29, os graus de liberdade efetivos das fontes de incerteza (do tipo B) das grandezas de entrada foram definidos com base no proposto por Bentley (2005). Considerando que os experimentos foram realizados com as condições ambientais controladas (medidas) e que os equipamentos de medição estavam calibrados (com certificados de calibração rastreáveis), adotou-se como qualidade da informação para essas incertezas o nível “Boa” (valor de graus de liberdade igual a 30). Adotar a qualidade da informação como “excelente” (valor de graus de liberdade igual a 100), seria o mesmo que dizer que a margem de erro do valor estimado para a incerteza é praticamente desprezável, como se tivesse sido obtida por métodos estatísticos de alta precisão e em laboratórios acreditados, o que não corresponde à realidade dos experimentos realizados nesse trabalho. Por outro lado, adotar o nível “razoável” (10 graus de liberdade) ou “pouco confiável” (3 graus de liberdade”), poderia levar a interpretação de que não há plena confiança na fonte de informação ou nos dados que foram usados para estimar a incerteza, como por exemplo dados obtidos a partir de informações antigas e desatualizadas, ausência de certificado de calibração e análise das condições ambientais não controladas (nem medidas) – o que também não reflete as condições reais dos experimentos conduzidos neste trabalho.

A adoção de uma probabilidade de abrangência (PA) de 90 % para o cálculo da incerteza expandida na resistência à tração na flexão está diretamente associada à natureza do processo de produção dos corpos de prova e ao comportamento intrínseco das misturas cimentícias avaliadas. A inclusão do lodo de ETA, sua heterogeneidade físico-química, o processo de moldagem manual e as características reológicas específicas dessas misturas introduzem variabilidade significativamente maior do que a usualmente observada em argamassas convencionais produzidas sob controle rigoroso. Em materiais com esse nível de dispersão inerente, a adoção de PA de 95 % tenderia a gerar intervalos de abrangência demasiadamente amplos, reduzindo a capacidade de distinção entre as misturas e dificultando a interpretação da conformidade em relação aos valores normativos. Nesse cenário, o uso de uma PA de 90 % fornece intervalos mais estreitos e tecnicamente úteis, preservando a sensibilidade analítica necessária para comparar misturas com níveis próximos de desempenho e permitindo uma avaliação mais equilibrada da conformidade, sem incorrer em interpretações excessivamente conservadoras ou excessivamente otimistas. Assim, a escolha de uma PA de 90 % é coerente com a variabilidade

inerente do mensurando e com a natureza do processo experimental adotado, garantindo intervalos compatíveis com a realidade das medições e adequados para a finalidade da análise.

Uma vez calculados os graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada (F_{f_i} , L e b_i) e definida a probabilidade abrangência, o valor de k foi obtido com base na distribuição t de Student. Na Tabela 30 estão apresentadas as incertezas expandidas de todas as misturas, bem como as informações principais utilizadas nos cálculos dessas incertezas. Já a Tabela 31 reúne os valores estimados das resistências à tração na flexão das misturas, com os respectivos valores mínimos e máximos obtidos a partir da incerteza expandida.

Tabela 30 - Informações utilizadas nos cálculos das incertezas expandidas e seus respectivos valores (para a resistência à tração na flexão).

Misturas	R_{f_i} / MPa	Incerteza padrão / MPa	Graus de liberdade efetivos para R_{f_i}	Probabilidade de abrangência / %	Fator de abrangência (k)	Incerteza expandida / MPa
controle	7,4	0,145	39,59		1,68	0,3
M1	3,1	0,040	43,14		1,68	0,1
M2	3,3	0,057	40,32		1,68	0,1
M3	2,8	0,031	40,30	90	1,68	0,1
M4	2,7	0,024	41,55		1,68	0,1
M5	6,3	0,122	12,80		1,78	0,3
M6	5,5	0,085	11,50		1,80	0,2

Fonte: próprio autor.

Tabela 31 - Valores mínimos e máximos (obtidos a partir das incertezas expandidas) para as resistências à tração na flexão das misturas.

Misturas	R_{f_i} / MPa	Valor mínimo / MPa	Valor máximo / MPa	Limites normativo* (classificação)
controle	7,4	7,1	7,7	R4: acima de 3 MPa
M1	3,1	3,0	3,2	R4: acima de 3 Mpa
M2	3,3	3,2	3,4	R4: acima de 3 Mpa
M3	2,8	2,7	2,9	R3: entre 1,5 MPa e 3,0 MPa
M4	2,7	2,6	2,8	R3: entre 1,5 MPa e 3,0 MPa
M5	6,3	6,0	6,6	R4: acima de 3 MPa
M6	5,5	5,3	5,7	R4: acima de 3 MPa

*Considerando a aplicação argamassas de revestimento de tetos e paredes NBR 13281-1 (ABNT, 2023)

Fonte: próprio autor.

De acordo com a ABNT NBR 13281-1/2023, as quatro classes de resistência à tração na flexão para argamassas de revestimento de tetos e paredes são: R1 – resistência à tração na flexão menor que 0,5 MPa; R2 – entre 0,5 MPa e 1,5 MPa; R3 – entre 1,5 MPa e 3,0 MPa; e R4 – resistência à tração na flexão acima de 3 MPa. Considerando os valores apresentados na Tabela 31, apenas as misturas M3 (valores entre 2,7 MPa e 2,9 MPa) e M4 (valores entre 2,6 MPa e 2,8 MPa) não atenderiam a classe de maior resistência à tração na flexão (R4 – acima de 3 MPa). Ainda assim, essas duas misturas seriam classificadas como a segunda melhor classe de resistência - R3. Mesmo com valores ainda aceitáveis, devido à presença de matéria orgânica no lodo (no caso das misturas M1 à M4 com lodo sem calcinar), que pode ter impacto a longo prazo nas propriedades mecânicas das misturas (Gomes *et al.*, 2020), é necessário a realização de ensaios de durabilidade, para que seja possível simular o efeito do tempo nas propriedades mecânicas.

Somente para fins de comparação, na Tabela 32 são apresentadas as incertezas expandidas calculadas pelos método do GUM (aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) e de Monte Carlo (MMC – ISO S1), bem como os valores mínimos e máximos obtidos a partir das incertezas expandidas calculadas pelo MMC.

Tabela 32 - Comparaçāo dos resultados das incertezas expandidas calculadas pelos mētodos do GUM (com aplicāo da equaçāo de Welch-Satterthwaite) e MMC (ISO-S1) para a resistēcia à traçāo na flexão.

Misturas	R_{f_i} / MPa	Incerteza expandida (GUM) / MPa	Incerteza expandida (MMC) / MPa	Valor mímico (MMC) / MPa	Valor máximo (MMC) / MPa	Limites normativo (classificação)
controle	7,4	0,3	0,3	7,13	7,59	R4: Acima de 3 MPa
M1	3,1	0,1	0,1	3,05	3,19	R4: Acima de 3 MPa
M2	3,3	0,1	0,1	3,18	3,36	R4: Acima de 3 MPa
M3	2,8	0,1	0,1	2,75	2,85	R3: Entre 1,5 MPa e 3 MPa
M4	2,7	0,1	0,1	2,61	2,69	R3: Entre 1,5 MPa e 3 MPa
M5	6,3	0,3	0,2	6,12	6,52	R4: Acima de 3 MPa
M6	5,5	0,2	0,2	5,34	5,62	R4: Acima de 3 MPa

Fonte: próprio autor.

As mesmas análises feitas no parágrafo anterior, a respeito dos requisitos de resistēcia à traçāo na flexão para argamassas de revestimento de tetos e paredes, sāo vālidas também quando sāo considerados os valores mímicos e māximos obtidos a partir da incerteza expandida calculada pelo mētodo de MMC, haja vista as pequenas (ou nenhuma) diferenças entre as incertezas expandidas calculadas pelos dois mētodos.

5.11.2 Cálculo e resultados da incerteza expandida (resistēcia à compressão)

No caso da resistēcia à compressão, primeiro foi calculado os graus de liberdade efetivos para a grandeza de entrada F_{c_i} (força māxima de ruptura). Em relaçāo à grandeza “área das chapas auxiliares” (A), como esta foi calculada de maneira indireta a partir das medições dos lados das chapas ($L1$ à $L8$), primeiro foi necessário obter os graus de liberdade para $L1$ à $L8$, antes do cálculo dos graus de liberdade para A . Os cálculos dos graus de liberdade para os lados $L1$ à $L8$ foram realizados considerando “boa qualidade” para as fontes de incerteza do Tipo B dessas grandezas (resolução e calibraçāo).

Nas Tabelas 33 e 34 estāo apresentados as informações e resultados associados ao cálculos dos graus de liberdade para as grandezas F_{c_i} e A ,

(respectivamente) para a mistura controle. Para as misturas M1 à M6 os procedimentos adotados foram os mesmos expostos nas Tabelas 33 e 34 (com a alteração dos valores referentes aos resultados de cada mistura).

Tabela 33 - Cálculo dos graus de liberdade efetivos para as grandezas de entrada da força máxima de ruptura (para a mistura controle).

Fontes de incerteza	Incerteza-padrão / N	$u(F_{c_i})$ / N	Graus de liberdade das fontes de incerteza	Graus de liberdade efetivos da grandeza F_{c_i}
Repetibilidade	173,404		67	NA*
Resolução	0,028	175,418	30	boa qualidade
Calibração	26,5		30	boa qualidade

NA: não se aplica, pois para a repetibilidade é $n-1$.

Fonte: próprio autor.

Tabela 34 – Cálculo dos graus de liberdade efetivos para a grandeza de entrada área das chapas auxiliares.

Lados das chapas (L1 à L8)	Incerteza-padrão / mm	Coeficientes de sensibilidade / mm	$u(A)$ / mm ²	Graus de liberdade dos lados (L1 à L8)	Graus de liberdade efetivo da grandeza "A"
L1	0,01234	80,26		28,3	
L2	0,01159	80,75		35,8	
L3	0,01193	80,26		32,4	
L4	0,01258	80,75		26,1	
L5	0,01193	80,60	7,881	32,4	14529,9
L6	0,01274	80,75		24,8	
L7	0,01193	80,60		32,4	
L8	0,01274	80,75		24,8	

Fonte: próprio autor.

Na Tabela 33, os graus de liberdade efetivos das fontes de incerteza da resolução e calibração foram relacionados com a qualidade da informação "Boa" (valor de graus de liberdade igual a 30), pelos mesmos motivos descritos no segundo parágrafo da seção 5.11.1.

Na Tabela 35 são mostradas as incertezas expandidas de todas as misturas, com as principais informações utilizadas nos cálculos dessas incertezas, enquanto na

Tabela 36 são apresentados os valores estimados das resistências à compressão das misturas com os respectivos valores mínimos e máximos obtidos a partir da incerteza expandida.

Tabela 35 – Informações utilizadas nos cálculos das incertezas expandidas e seus respectivos valores (para a resistência à compressão).

Misturas	R_{ci} / MPa	Incerteza padrão / MPa	Graus de liberdade efetivos para R_{ci}	Probabilidade de abrangência / %	Fator de abrangência (k)	Incerteza expandida / MPa
controle	24,7	0,161	345,27	90	1,65	0,3
M1	16,2	0,120	208,60		1,65	0,2
M2	16,3	0,120	200,14		1,65	0,2
M3	15,1	0,114	198,47		1,65	0,2
M4	14,4	0,093	371,90		1,65	0,2
M5	30,9	0,276	47,22		1,68	0,5
M6	23,6	0,279	33,21		1,69	0,5

Fonte: próprio autor.

Tabela 36 – Valores mínimos e máximos (obtidos a partir das incertezas expandidas) para as resistências à compressão das misturas.

Misturas	R_{ci} / MPa	Valor mínimo / MPa	Valor máximo / MPa	Limites normativos	Conformidade
controle	24,7	24,4	25,0	1) Cimento Portland* (≥ 32 MPa)	Atende 2
M1	16,2	16,0	16,4		Atende 2
M2	16,3	16,1	16,5		Atende 2
M3	15,1	14,9	15,3		Atende 2
M4	14,4	14,2	14,6		Atende 2
M5	30,9	30,4	31,4		Atende 2
M6	23,6	23,1	24,1		Atende 2

*Resistência mínima à compressão aos 28 dias do cimento CP IV utilizado na pesquisa.

Fonte: próprio autor.

A norma NBR 16738 (ABNT) 2019, utilizada como base na produção das misturas, especifica o método de ensaio para a determinação da resistência à compressão do cimento tipo Portland, por meio de corpos de prova do tipo prismáticos. O cimento Portland utilizado na produção das misturas foi o do tipo CP IV 32 que, de acordo com a NBR 16697 (ABNT, 2018), deve possuir, aos 28 dias cura, resistência à compressão mínima de 32 MPa. Na Tabela 36, verifica-se que nenhum dos resultados

atende o valor exigido pela NBR 16697 (ABNT, 2018). Isso indica que as misturas, nas condições testadas, não atendem ao desempenho mínimo exigido para o cimento CP IV 32. Tal comportamento pode estar associado a já mencionada variabilidade do processo de produção dos corpos de prova e à própria formulação da mistura (com inclusão do lodo de ETA), devendo o processo de produção das misturas ser revisado como um todo caso o atendimento normativo seja essencial.

A NBR 6136 (ABNT, 2016) determina os requisitos de resistência característica à compressão de bloco vazado de concreto simples para alvenaria (com e sem função estrutural). De acordo com essa norma, o bloco vazado com função estrutural, “Classe A”, deve ter no mínimo 8 MPa de resistência à compressão aos 28 dias de cura. Até mesmo a mistura M4, menor faixa de valores dentre os apresentados na Tabela 36 (entre 14,2 MPa e 14,6 MPa) atende a esse requisito com certa segurança. No entanto, as misturas estudadas nesta pesquisa são de argamassas, e não de concreto (como são os blocos de alvenaria). Para uma comparação futura mais direta, as misturas aqui estudadas podem ser utilizadas como base na produção de um novo traço (com a incorporação de brita) para a produção de blocos de concreto de alvenaria.

Também para fins de comparação, na Tabela 37 são apresentadas as incertezas expandidas calculadas pelos métodos do GUM (aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) e de Monte Carlo (MMC – ISO S1), bem como os valores mínimos e máximos obtidos a partir das incertezas expandidas calculadas pelo MMC.

Tabela 37 – Comparação dos resultados das incertezas expandidas calculadas pelos métodos do GUM (com aplicação da equação de Welch-Satterthwaite) e MMC (ISO-S1) para a resistência à compressão.

Misturas	R_{ci} / MPa	Incerteza expandida (GUM) / MPa	Incerteza expandida (MMC) / MPa	Valor mínimo (MMC) / MPa	Valor máximo (MMC) / MPa	Conformidade
controle	24,7	0,3	0,4	24,3	25,1	Atende 2*
M1	16,2	0,2	0,3	15,9	16,5	Atende 2*
M2	16,3	0,2	0,3	16,0	16,6	Atende 2*
M3	15,1	0,2	0,3	14,8	15,4	Atende 2*
M4	14,4	0,2	0,2	14,2	14,6	Atende 2*
M5	30,9	0,5	0,6	30,3	31,5	Atende 2*
M6	23,6	0,5	0,5	23,1	24,1	Atende 2*

*Mesmo limite normativo para bloco vazado (≥ 8 MPa) apresentado na Tabela 36.

Fonte: próprio autor.

Não houve alteração na conformidade considerando os novos limites mínimos e máximos calculados a partir da incerteza expandida pelo MMC. Logo, a mesma análise realizada para os resultados da Tabela 36, referentes aos requisitos de resistência à compressão do cimento CP IV 32 e dos blocos de alvenaria, também se aplica aos valores mínimos e máximos obtidos a partir da incerteza expandida calculada pelo MMC. Como as funções densidade de probabilidade das grandezas de saída geradas pelo MMC apresentaram comportamento normal (gaussiano) — confirmado por testes de normalidade —, era esperado que os valores das incertezas expandidas fossem próximos àqueles obtidos pelo método analítico preconizado pelo GUM (BIPM *et al.*, 2012a), o que confirma a consistência entre os dois procedimentos de avaliação.

6 CONCLUSÕES

Neste estudo, avaliou-se a adição do lodo de ETA às misturas de argamassas cimentícias como enchimento, diferentemente da maioria dos estudos relacionados na literatura, onde as argamassas são produzidas pela substituição parcial do cimento Portland ou agregado miúdo (areia). A abordagem utilizada oferece benefícios ambientais ao promover a sustentabilidade, mas também pode reduzir os custos de construção, melhorando o rendimento em massa.

A linha prioritária da pesquisa foi direcionada para o cálculo das resistências à tração na flexão e compressão das misturas, bem como a avaliação das incertezas relacionadas às medições experimentais dessas duas propriedades e do índice de atividade pozolânica por meio do ensaio de Chapelle modificado, assim como do índice de atividade pozolânica (IAP), dessa forma os resultados experimentais têm uma maior e melhor credibilidade. Além disso, outros pontos também foram estudados nesta pesquisa. Para o lodo de ETA, o programa experimental incluiu a caracterização por TGA, DRX e medição do índice de atividade pozolânica por meio do ensaio de Chapelle modificado. As misturas de argamassa com lodo de ETA foram testadas quanto ao índice de atividade pozolânica (IAP) (complementar ao ensaio de Chapelle modificado), índice de consistência, resistência à tração na flexão e resistência à compressão. As principais conclusões são resumidas da seguinte forma:

- Mesmo após o processo de calcinação, o DRX do lodo de ETA calcinado mostra que o material ainda é constituído principalmente por uma fase amorfa, que pode estar associada à presença de matéria orgânica. Isso indica que as condições de calcinação foram insuficientes para promover a cristalização completa. No entanto, ao considerar os resultados do (TGA), acima de 515 °C observa-se estabilização da curva de perda de massa, sugerindo que a decomposição do material orgânico está completa. Temperaturas de calcinação mais altas (como evidenciado na literatura) podem promover a transformação de fases amorfas em fases cristalinas, algo que seria ruim do ponto de vista da reatividade pozolânica. É essencial avaliar o objetivo real de uma aplicação futura, pois a calcinação em temperaturas mais altas e por períodos mais longos leva ao aumento do consumo de eletricidade, contribuindo assim para

um impacto ambiental negativo (vide informações nas Figuras 17 e 18 das seções 5.3 e 5.4, respectivamente).

- A incorporação do lodo de ETA como enchimento em níveis acima de 5 % pode afetar significativamente o índice de consistência das misturas, mesmo com o uso do superplastificante. O índice de consistência da mistura M3 (10 % de lodo de ETA seco sem Sp) é de 159,3 mm, aproximadamente 40 % menor que o da mistura controle (266,7 mm). Este valor também fica muito abaixo da faixa especificada pela NBR 13276 (ABNT, 2016) para uma argamassa padrão de uso geral (vide informações na Tabela 7 e Figura 20 da seção 5.6).
- A incorporação de lodo de ETA sem calcinar teve um impacto negativo significante na resistência à tração na flexão das misturas. As reduções ficaram no intervalo de 56 % (M2) à 64 % (M4). Para as misturas com lodo calcinado (M5 e M6), em relação à mistura controle, as reduções foram significativamente menores (14 % para M5 e 25 % para M6) que as verificadas para as misturas contendo lodo de ETA sem calcinar. Isso é consistente com os resultados encontrados na literatura, principalmente devido ao efeito da atividade pozolânica do lodo de ETA calcinado, confirmada pelos resultados dos ensaios de Chapelle modificado e índice de atividade pozolânica – IAP (vide informações na Tabela 6 e Figura 19 da seção 5.5; e na Tabela 8 e Figura 21 da seção 5.7).
- Quanto maior o teor de lodo de ETA sem calcinar nas misturas, maior a redução na resistência à compressão. As reduções variam de 42 % (M4) a 34 % (M2). Para o lodo de ETA calcinado, destaca-se a mistura com 5 % de lodo de ETA calcinado e Sp (mistura M5), com resistência à compressão aproximadamente 25 % maior que a da mistura controle. A eliminação de grande parte da matéria orgânica pelo processo de calcinação (verificada no TGA), o bom índice de consistência apresentado por essa mistura (próximo da argamassa padrão) e o efeito pozolânico comprovado por meio dos ensaios de Chapelle modificado e IAP, podem ter contribuído para esse aumento. O mesmo efeito não foi observado na mistura com 10 % de lodo de ETA calcinado com Sp (mistura M6), provavelmente devido à redução da trabalhabilidade causada pelo alto teor de lodo (vide informações na Tabela 9 e Figura 22 da seção 5.8).

- A avaliação das incertezas para as grandezas de entrada da resistência à tração na flexão (F_{f_i} , L e b_i) mostram que: 1) para a grandeza F_{f_i} , a maior contribuição foi da repetibilidade dos experimentos, possivelmente atrelada à heterogeneidade dos corpos de prova; 2) para a grandeza L , a calibração contribui com a maior parcela da incerteza, devido a ordem de grandeza da incerteza padrão da calibração ser 10 vezes maior que as incertezas da repetibilidade e resolução; 3) para a grandeza b_i , a repetibilidade representa a maior parcela da incerteza, variabilidade que pode estar associada a pequenas deformações nos moldes utilizados na produção dos CPs. As incertezas padrão relativas dessas três grandezas são consideradas baixas para medições realizadas em ambiente de laboratório, todas menores que 5 % (vide informações nas seções 5.9.1, 5.92 e 5.9.3).
- A avaliação das incertezas para as grandezas de entrada da resistência à compressão (F_{c_i} e A) mostram que: 1) para a grandeza F_{c_i} , as maiores contribuições foram da repetibilidade dos experimentos, provavelmente relacionadas a fatores como heterogeneidade das amostras, pequenas diferenças de posicionamento, microdefeitos na superfície dos corpos de prova e o efeito de planicidade; 2) para a grandeza A , o valor da incerteza padrão da área passa de $2,79 \text{ mm}^2$ (coeficiente de correlação “0”) para $7,88 \text{ mm}^2$ (coeficiente de correlação “1”), logo, não se pode ignorar a correlação entre as medidas dos lados L_b no cálculo da incerteza padrão da área das chapas auxiliares. A incerteza padrão relativa de F_{c_i} e de A são menores que 5 %, portanto, podem ser consideradas boas para medições realizadas em ambiente de laboratório (vide informações nas seções 5.10.1 e 5.10.2).
- A avaliação das incertezas para as resistências à tração na flexão e compressão mostram valores baixos de incerteza padrão, que podem ser comprovados pelos baixos valores de incerteza padrão relativas (nenhuma chegou próxima de 5 %). Para a incerteza padrão da resistência à tração na flexão, as maiores contribuições foram da carga aplicada no centro dos corpos de prova (F_{f_i}). Em relação à incerteza padrão da resistência à compressão (R_{c_i}), para as misturas M1, M2, M3, M5 e M6, as fontes de maiores influências foram da força máxima de ruptura (F_{c_i}). Para as misturas controle e M4, a incerteza da área das chapas foi preponderante. É importante mencionar que,

caso a máquina universal de ensaios não tivesse sido calibrada, o cálculo da incerteza não seria possível e a credibilidade dos resultados seria comprometida (vide informações nas seções 5.9.4, 5.9.5, 5.10.3 e 5.10.4).

- Ao comparar os resultados das incertezas expandidas associadas aos valores estimados das resistências à tração na flexão, com os requisitos indicados na NBR 13281-1 para argamassas de revestimento de tetos e paredes, verifica-se que apenas as misturas M3 (resistência à tração na flexão entre 2,7 MPa e 2,9 MPa) e M4 (resistência à tração na flexão entre 2,6 MPa e 2,8 MPa) não atenderiam a classe de maior resistência à tração na flexão indicada na norma (R4 – acima de 3 MPa). No entanto, essas duas misturas ainda seriam classificadas como a segunda melhor classe de resistência segundo a norma (R3 – valores entre 1,5 MPa e 3 MPa) (vide informações na Tabela 30 da seção 5.11.1).
- O cimento Portland utilizado na produção das misturas foi o do tipo CP IV 32 que, de acordo com a NBR 16697 (ABNT, 2018), deve possuir, aos 28 dias cura, resistência à compressão mínima de 32 MPa. Os resultados das incertezas expandidas associadas aos valores das resistências à compressão mostram que nenhum resultado atinge o valor exigido pela NBR 16697 (ABNT, 2018). Isso indica que as misturas, nas condições testadas, não atendem ao desempenho mínimo exigido para o cimento CP IV 32. A alta variabilidade do processo de produção dos corpos de prova e à própria formulação da mistura com altos teores de lodo podem ter relação com esse comportamento. Caso o atendimento normativo seja essencial, é necessário revisar todo o processo de misturas das argamassas (vide informações na Tabela 35 da seção 5.11.2).
- Considerando apenas a propriedade resistência à tração na flexão, a comparação dos resultados apresentados nessa tese com os valores previstos na NBR 13281-1 permite afirmar que as misturas estudadas podem ser consideradas para a aplicação “argamassas de revestimento de tetos e paredes”. Se houver necessidade de resistências acima de 3 MPa, as misturas M5 (entre 6,0 MPa e 6,6 MPa) e M6 (entre 5,3 MPa e 5,7 MPa) podem ser mais adequadas, haja vista que as faixas de resistências para essas duas misturas ultrapassam com folga o valor mínimo de 3 MPa (vide informações na Tabela da seção 5.11.1).

- Considerando apenas a propriedade resistência à compressão, os resultados obtidos nessa tese apontam também a possibilidade de aplicação das misturas estudadas na produção de blocos vazados simples para alvenaria. A menor faixa de valores de resistência à compressão obtida (para a mistura M4 – entre 14,2 MPa e 14,6 MPa) supera significativamente o valor mínimo especificado na NBR 6136 para bloco vazado com função estrutural (Classe A – mínimo de 8 MPa). Porém, no caso dessa aplicação em específico, as misturas aqui estudadas devem ser utilizadas como base no desenvolvimento de um novo traço (com a incorporação de brita) para a produção de blocos de alvenaria.

Em síntese, esta tese mostrou que o lodo de ETA, quando adequadamente processado e caracterizado, pode ser incorporado a argamassas cimentícias como material de enchimento, contribuindo para o avanço do conhecimento na área de reaproveitamento de resíduos e na busca por alternativas sustentáveis na construção civil. Diferentemente da maioria dos estudos encontrados na literatura — que investigam o lodo de ETA em proporções reduzidas e usualmente como substituinte parcial do cimento ou da areia — neste trabalho o resíduo foi adicionado em teores absolutos significativamente superiores (entre 101 g e 202 g por mistura), sem substituição de nenhum componente da argamassa. Nessas condições os resultados indicaram manutenção de níveis satisfatórios de consistência e desempenho mecânico, especialmente para o lodo calcinado em condições otimizadas. Essa abordagem evidencia o potencial do lodo de ETA não apenas como adição funcional em pequena escala, mas como componente efetivo de enchimento capaz de contribuir para o aproveitamento sustentável de resíduos em matrizes cimentícias.

O conjunto dos resultados experimentais e das análises de incerteza reforça a importância de se adotar uma perspectiva simultaneamente metrológica e ambiental no estudo de materiais alternativos. No caso específico do ensaio de Chapelle modificado, observou-se que tanto o lodo seco quanto o lodo calcinado atenderam de forma robusta ao critério mínimo de 436 mg/g proposto por Raverdy *et al.* (1980), mesmo quando consideradas as incertezas expandidas associadas às probabilidades de abrangência de 90 % e 95 %. Esse resultado, que compreende um cenário de maior rigor metrológico, corrobora a presença de fases amorfas reativas no material — cuja ativação foi favorecida pelo tratamento térmico empregado, ainda que

realizado sob condições menos severas do que as tipicamente reportadas na literatura.

Por fim, o desenvolvimento desta pesquisa reforçou a compreensão de que a sustentabilidade e a boa prática metrológica não são conceitos opostos, mas complementares. Reaproveitar resíduos com rigor científico é um caminho promissor para uma engenharia mais responsável e comprometida com o futuro. Espera-se que os resultados aqui apresentados inspirem novas pesquisas e aplicações práticas que aliem desempenho técnico e consciência ambiental na produção de materiais de construção.

7 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Como recomendações de trabalhos futuros, sugere-se:

- Realização de testes de durabilidade (envelhecimento acelerado, ataque de cloretos ou outros métodos), particularmente para as misturas contendo lodo de ETA não calcinado, devido à presença de matéria orgânica. Os resultados dos ensaios de Chapelle modificados mostraram que mesmo o lodo de ETA não calcinado exibe um certo potencial pozolânico. Portanto, é possível que, mesmo após os testes de durabilidade, as resistências à compressão residuais ainda sejam suficientes para aplicações de baixa resistência (por exemplo, na produção de blocos de vedação – resistências em torno de 3 MPa).
- A avaliação de novos resultados a partir da produção de misturas com lodo de ETA calcinado a 515 °C por 30 minutos (ao invés de 1 hora), considerando o bom desempenho mecânico da mistura com adição de 5 %. Os resultados obtidos com esta nova mistura (argamassa com 5 % de lodo de ETA calcinado a 515 °C por 30 minutos) podem ser semelhantes ou próximos aos apresentados neste estudo, com o principal benefício de reduzir o consumo de energia elétrica do processo de calcinação.
- Investigação experimental relacionada com as fontes de incerteza mencionadas em Dhoska *et al.* (2018) *Pr* (condição de preservação das amostras), *Pl* (efeito de planicidade), *Ac* (ângulo da superfície de contato das chapas auxiliares com os lados das amostras) e *Ce* (centralização manual da amostra). A sugestão passa pela realização de experimentos que possam simular o real efeito dessas fontes de incerteza nos valores lidos (na máquina universal) de forças máximas de ruptura. Por exemplo: produzir corpos de provas com alguns defeitos (ocasionados propositalmente); utilizar chapas auxiliares com irregularidades visíveis, para gerar certo desvio de planicidade entre as chapas e os pratos da máquina; não lixar as superfícies dos corpos de prova antes dos ensaios, para gerar um desvio de ângulo de contato entre as chapas auxiliares e as superfícies de contato dos corpos de prova; e colocar o conjunto “corpo de prova mais chapas auxiliares” de maneira não muito centralizada, para verificar a condição de centralização. Esse novo método considerando essas variações seria comparado com a forma (método) como

os ensaios já são realizados atualmente, para que as possíveis variabilidades entre os dois pudessem ser identificadas por meio dos valores de força máxima lidos na máquina (após a realização por cada método). Este estudo mostra-se relevante porque muitos pesquisadores realizam ensaios de compressão pelo método prismático sem considerar que fatores como planicidade, centralização, preservação e alinhamento das amostras podem influenciar diretamente a leitura da força máxima registrada nos painéis digitais ou analógicos das máquinas de ensaio. Além disso, geralmente são avaliadas apenas cinco ou seis amostras por mistura, o que pode não ser estatisticamente suficiente para representar a variabilidade associada às diferentes fontes de incerteza mencionadas, comprometendo a confiabilidade das médias obtidas e a rastreabilidade metrológica dos resultados.

- Aplicar as argamassas desenvolvidas na produção de blocos de concreto não estruturais, ajustando o traço com a incorporação de brita para obtenção de uma matriz típica de concretos de vedação. Avaliar o efeito da brita sobre a trabalhabilidade, resistência à compressão, absorção e densidade, conforme a NBR 6136, além de estender a análise de incerteza de medição às propriedades dos blocos produzidos.
- Determinação do teor de matéria orgânica residual no lodo de ETA por meio da técnica de Carbono Orgânico Total (COT), visando quantificar a fração de matéria orgânica presente no lodo de ETA, tanto antes quanto após o processo de calcinação. Essa metodologia permite avaliar, de forma mais precisa, a eficiência do processo de calcinação na remoção de compostos orgânicos e verificar a existência de resíduos a base de carbono que possam interferir na reatividade pozolânica ou na estabilidade das misturas cimentícias. A correlação entre os resultados de COT e a curva termogravimétrica (TGA) poderia fornecer uma compreensão mais detalhada do comportamento térmico e químico do lodo, subsidiando o estabelecimento de condições ideais de tratamento térmico e faixas de temperatura mais específicas para a eliminação da matéria orgânica sem comprometimento das fases amorfas reativas.

8 PRINCIPAIS CONTRIBUIÇÕES DESTA PESQUISA

Esta pesquisa proporcionou avanços relevantes no campo da Engenharia de Materiais, ao avaliar o aproveitamento do lodo de ETA (LETA) em matrizes cimentícias como enchimento, diferente da maioria dos trabalhos verificados na literatura, onde o LETA é estudado como um potencial MCS. Do ponto de vista científico, destacam-se a identificação da condição de calcinação adequada (515 °C por 1 h), capaz de eliminar a matéria orgânica e preservar a fase amorfa essencial para a reatividade pozolânica, bem como a demonstração experimental do potencial do LETA, tanto na forma seca quanto calcinada, para modificar o desempenho de argamassas. Esses resultados ampliam o entendimento sobre a influência do lodo nas propriedades mecânicas resistências à tração na flexão e compressão, agora na perspectiva da incorporação do LETA como enchimento, fornecendo bases sólidas para futuras investigações.

No âmbito tecnológico, a pesquisa evidenciou a viabilidade da incorporação de 5 % de lodo de ETA em argamassas cimentícias, especialmente com o uso de aditivo superplastificante, mantendo-se trabalhabilidade adequada e resistências compatíveis com requisitos normativos. Tais resultados reforçam o potencial do resíduo como alternativa sustentável de destinação, ao mesmo tempo em que oferecem soluções de interesse para companhias de saneamento e para a indústria da construção civil, alinhadas à agenda de redução de impactos ambientais.

Sob a perspectiva metodológica, a tese apresenta contribuições originais ao adaptar normas técnicas para misturas contendo resíduos, integrando análises de caracterização mineralógica e físico-química (DRX, TGA, método Chapelle) aos ensaios mecânicos. Além disso, destaca-se a aplicação rigorosa da avaliação das incertezas das medições experimentais, tanto padrão quanto expandida, nos ensaios de resistência à tração na flexão e compressão e nos ensaios de Chapelle modificado e IAP, o que confere maior robustez estatística e confiabilidade aos resultados experimentais. Assim, os achados deste trabalho fortalecem a interface entre sustentabilidade, inovação tecnológica e confiabilidade das medições em materiais cimentícios.

Além das contribuições mencionadas nos três parágrafos anteriores, destaca-se ainda um resultado de caráter institucional e profissional decorrente deste doutoramento: a oportunidade de criar e assumir a coordenação do Laboratório de Medição Experimentais e Avaliação da Incerteza (LAMEAI). Esse feito certamente resultará no fortalecimento da infraestrutura de pesquisa da Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC) e ampliará as possibilidades de desenvolvimento de novos projetos em uma área pouco explorada na universidade: a avaliação das incertezas em medições experimentais. Essa conquista representa não apenas um reconhecimento da relevância do trabalho realizado no âmbito do doutorado, mas também uma contribuição direta para a consolidação de um ambiente acadêmico e científico mais estruturado e integrado, favorecendo a continuidade de estudos na área e a formação de futuros pesquisadores. O comprovante de coordenação do supramencionado laboratório pode ser verificado no Apêndice G.

No que se refere à disseminação científica, esta tese resultou em duas publicações em periódicos (vide Apêndices A e B). Além disso, um terceiro artigo, elaborado a partir de parte dos experimentos aqui apresentados, encontra-se concluído e traduzido para o inglês, estando em fase final de preparação para submissão a um periódico internacional de reconhecido impacto na área de materiais. O título desse terceiro artigo é: *“Incorporation of Water Treatment Plant Sludge into Cementitious Mortars: A Study on Workability, Pozzolanic Activity, and Mechanical Strength”*. Para finalizar as publicações, um quarto artigo sobre a parte da incerteza expandida será elaborado, após a submissão do terceiro artigo.

9 REFERÊNCIAS

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

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 16738: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova prismáticos. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 13276: Argamassas para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação do índice de consistência. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO 7500-1: Materiais metálicos – Calibração e verificação de máquinas de ensaio estático uniaxial – Parte 1: Máquinas de ensaio de tração e compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 6136: Blocos vazados de concreto simples para alvenaria – Requisitos. Rio de Janeiro, ABNT, 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 16697: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, ABNT, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 12653: Materiais pozolânicos: requisitos. Rio de Janeiro, 2015a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND (ABCP): Guia Básico de utilização do cimento Portland. São Paulo: ABCP, 2002.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 15895: Materiais pozolânicos: determinação do teor de hidróxido de cálcio fixado: Método de Chapelle modificado. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro: ABNT, 2010.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO/IEC 17025: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5752: Materiais pozolânicos: determinação do índice de desempenho com cimento Portland aos 28 dias. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro: ABNT, 2014.

ALBERTAZZI G. JR, Armando; SOUZA, André R. de. Fundamentos de Metrologia Científica e Industrial – 1^a edição. Editora: Manole, 2008, p. 407.

ACHON, Cali Laguna; CORDEIRO, João Sérgio. Destinação e disposição final de lodo gerado em ETA-Lei 12.305/2010. Anais do XIX Exposição de Experiências Municipais em Saneamento, 2015.

AL-RAWASHDEH, Mohammad; ALZOUBI, Ahmed; HANANDEH, Shadi; YOUSEF, Isam; AL-NAWAISEH, Mohammad. Performance of Mortar Incorporating Heat-Treated Drinking Water Treatment Sludge as a Silica-Sand Replacement. Civil Engineering Journal, v. 8, 2022, 1639–1652. DOI: [10.28991/CEJ-2022-08-08-08](https://doi.org/10.28991/CEJ-2022-08-08-08)

ALMEIDA, Camila Ramalho; MARTINS, Márcio André Fernandes; REQUIÃO, Reiner; KALID, Ricardo de Araújo. Influência dos graus de liberdade na avaliação da incerteza expandida. VI Congresso Brasileiro de Metrologia, [S. I.J, p. 1–5, 2011. Disponível em: <http://www.repositorio.ufba.br/ri/handle/ri/3241>

ANDRADE, Jairo José de Oliveira.; POSSAN, Edna.; CHIARADIA, Wenzel Mateus.; DA SILVA, Sérgio Roberto. Feasibility of using calcined water treatment sludge in rendering mortars: A technical and sustainable approach. Sustainability (Switzerland), 2019, v. 11, 3576, p.19 DOI: <https://doi.org/10.3390/su11133576>

ANDRADE, Jairo José de Oliveira; WENZEL, Matheus Chiaradia; ROCHA, Gabriela Holsbach da; SILVA, Sérgio Roberto da. Performance of rendering mortars containing sludge from water treatment plants as fine recycled aggregate. Journal of Cleaner Production, v. 192, 2018, p. 159-168. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.04.246>

ANDRADE, Cynthia Franco; SILVA, Cristina Mendes; OLIVEIRA, F. C. Gestão ambiental em saneamento: Uma revisão das alternativas para tratamento e disposição do lodo de ETA e seus impactos na qualidade das águas. In: Congresso Brasileiro de Gestão Ambiental, 2014.

ANDREOLI, Cleverson Vitório. Resíduos Sólidos do Saneamento: Processamento, reciclagem e disposição final. Projeto PROSAB. Curitiba: ABES, 2001, p. 282.

ARAÚJO, Ana Paula Maria de. Avaliação operacional e características do lodo gerado na indústria da água do litoral sul de Pernambuco. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2006.

BATTAGIN, A.F. Cimento Portland. In: ISAIA, G. C. (Ed.). Concreto: ensino, pesquisa e realizações. São Paulo: Instituto Brasileiro do Concreto. v.1, capítulo 06, 2011, p.185-232.

BENTLEY, Robin. E. Uncertainty in measurement: the ISO guide. Monograph n. 1, Technology Transfer Series. Sydney: National Measurement Institute of Australia, p.108, 2005.

BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML (2012a). Evaluation of measurement data - guide to the expression of uncertainty in measurement. Joint Committee for Guides in Metrology, Technical report, Bureau International des Poids et Measures, JCGM 100:2008. Primeira versão desse documento referente ao ano de 1995 foi traduzido pelo INMETRO e ABNT, terceira edição brasileira em 2003.

BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML (2012b). International vocabulary of metrology: Basic and general concepts and associated terms (VIM). Joint Committee for Guides in Metrology, Technical report, Bureau International des Poids et Measures, JCGM 200:2012.

BS EN ISO 5198:1999. Centrifugal, mixed flow and axial pumps - Code for hydraulic performance tests precision class.

COX, Maurice G.; DAINTON, Michael. P.; HARRIS, Peter M. Software specifications for uncertainty evaluation and associated statistic analysis. Technical report, 2001(a), National Physical Laboratory, Teddington, United Kingdom.

CHANG Z., G. Long; ZHOU J.L, C. Ma. Valorization of sewage sludge in the fabrication of construction and building materials: a review. *Resour. Conserv. Recycl.* v. 154, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2019.104606>

DAL MOLIN, Denise Carpena Coitinho. Adições minerais para concreto estrutural. In: ISAIA, G. C. (Ed.). Concreto: ensino, pesquisa e realizações. São Paulo: Instituto Brasileiro do Concreto. v.1, capítulo 12, 2005, p. 345-380.

DAZA-MARQUES, Nemezio.; GUZMÁN, Andrés Fernando; AVILA, Yoleimy.; COSTA, GARCIA-ABELLAN, Joaquín. Exploring the potential of nitrophosphogypsum and calcined water-treatment plant sludges in mortar mixtures: A study on workability and strength. *Construction and Building Materials*, v. 432, 2024, p. 1-16. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2024.136792>

DI BERNARDO, Luiz; DANTAS, Angela Di Bernardo; VOLTAN, Paulo Eduardo Nogueira. *Métodos e Técnicas de Tratamento e Disposição dos Resíduos Gerados em Estações de Tratamento de Água*. 1^a Edição. São Carlos: Editora LDiBe, 2012, p. 540.

DUAN, Weiwei; ZHUGE, Yan; CHOW, Christopher; KEEGA, Alexandra; YUE, Liu. Mechanical performance and phase analysis of an eco-friendly alkali-activated binder made with sludge waste and blast-furnace slag. *Journal of Cleaner Production*, v. 374, 2022, p. 11. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.134024>

DHOSKA, Klodian; TOLA, Saimir; PRAMONO, Agus; VOZGA, Indrit. Evaluation of measurement uncertainty for the determination of the mechanical resistance of the brick samples by using uniaxial compressive strength test. *International Journal of Metrology and Quality Engineering*, v. 9, n. 12, 2018. 5.p. DOI: <https://doi.org/10.1051/ijmqe/2018012>.

EL-DIDAMONY, Hamdy; AMER, Ahmed A; MOHAMMED, Mona S. Hydration and mechanical properties of cement/sludge/ anhydrite gypsum system. *Advances in Cement Research*, v. 26, n. 5, 2014, p. 248–255, 2014. DOI: <https://10.1680/adcr.13.00049>

EKOLU, S.O.; MUDZANANI, P.; MOFOKENG, M.T.M.; MAIYANA, M.C.; NAGHIZADEH, A. Experimental Investigation and Classification of Wastewater Treatment Sludge as Pozzolan for Cement. *J. Inst. Eng. India Ser. A*, v. 105(3), 2024, p. 675–685. DOI: <https://doi.org/10.1007/s40030-024-00806-4>

FABRICIO, Daniel Antonio Kapper. Aplicação do método de Monte Carlo na avaliação da incerteza de medição do ensaio de tenacidade à fratura K_{IC}. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018.

FRENKEL, Robert B. Statistical background to the ISO guide to the expression of uncertainty in measurement. *Technology transfer series monograph n. 2*, 3rd ed., National Measurement Institute of Australia, 2006.

GASTALDINI, A. L. G.; HENGEN, M. F.; GASTALDINI, M. C. C.; DO AMARAL, F.D., ANTOLINI, M.B., COLETTI, T. The use of water treatment plant sludge ash as a

mineral addition. *Construction and Building Materials*, v. 94, 2015, 513–520. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.07.038>

HAGEMANN, S.E., GASTALDINI, A.L.G., COCCO, M., JAHN, S.L., TERRA, L.M. Synergic effects of the substitution of Portland cement for water treatment plant sludge ash and ground limestone: technical and economic evaluation. *Journal of Cleaner Production*, v. 214, 2019, 916–926.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.12.324>

HOPPE FILHO, Juareza; GOBBI, Andressa; PEREIRA, Eduardo; QUARCIONI, Valdecir Angelo; MEDEIROS, Marcelo Henrique Farias de. Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte I): Índice de atividade pozolânica (IAP) com cal, difração de raios X (DRX), termogravimetria (TG/DTG) e Chapelle modificado. *Revista Matéria*, v.22, n.3, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1517-707620170003.0206>

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 5725-1. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (Part 1: General principles and definitions). 2^a edição, ISO, 2023.

IBGE, 2017. Pesquisa Nacional de Saneamento Básico. Relatório, Brasília, Brasil. Disponível em: [<https://www.ibge.gov.br/estatisticas/multidominio/meio-ambiente/9073-pesquisa-nacional-de-saneamento-basico.html>]. Acesso em 01 de outubro de 2024.

ISAIA, Geraldo C. Materiais de Construção Civil e princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. Volumes 1 e 2, 3^a edição. IBRACON, 2017. ISBN 978-85-98576-27-5.

IUPAC Periodic Table of the Elements. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), 04 de maio de 2022. Disponível em: <https://iupac.org/what-we-do/periodic-table-of-elements/>. Acesso em 20 de outubro de 2025.

GARCÍA-TRONCOSO, Natividad; HIDALGO-ASTUDILLO, Samantha; TELLO-AYALA, Ken; VANEGAS-ALMAN, Nadia; BOMPA, Dan V. Preparation and performance of sugarcane bagasse ash pavement repair mortars. *Case Studies in Construction Materials*, v. 19, 2023, p.14. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2023.e02563>

GERALDO, Rordigo H.; FERNANDES, Luiz F.R.; CAMARINI, Gladis. Water treatment sludge and rice husk ash to sustainable geopolymer production, V.149, J. Clean. Produ., p. 146–155. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.02.076>

GIORDANO, Gandhi *et al.* Tratamento e controle de efluentes industriais. Revista ABES. V. 4, N. 76, 2004, p. 1-84.

GODOY, Luis Gabriel Graupner de; ROHDEN, Abrahão Bernardo; GARCEZ, Monica Regina; COSTA, Eugênio Basto da; DALT, Silvana da; ANDRADE, Jairo José de Oliveira. Valorization of water treatment sludge waste by application as supplementary cementitious material. *Construction and Building Materials*, v. 223, 2019, p. 939-950. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.07.333>

GOMES, Samuel de Carvalho; ZHOU, Jhon L.; ZENG, Xiaohui; LONG, Guangcheng. Water treatment sludge conversion to biochar as cementitious material in cement composite. *Journal of Environmental Management*, v. 306, 2022. 9.p. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.114463>

GOMES, Samuel de Carvalho; ZHOU, Jhon L.; LI, Wengui; QU, Fulin. Recycling of raw water treatment sludge in cementitious composites: effects on heat evolution, compressive strength and microstructure. *Resources, Conservation & Recycling*, v. 161, 2020. 9.p. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104970>.

GOMES, Ramirez Kleber; EDNA, Possan; SANTOS, Dezen Bianca Gabriel de; MAURICIO, Colombo. Potential uses of waste sludge in concrete production. *Management of Environmental Quality*, v. 28 (6), 2017, p. 821–838. DOI: <https://doi.org/10.1108/MEQ-09-2015-0178>

GONZÁLEZ, K. Bohórquez; PACHECO, E.A; GUZMÁN, Y; PEREIRA, Avila; H. CANO CUADRO, J.A.F. Valencia. Use of sludge ash from drinking water treatment plant in hydraulic mortars. *Mater. Today Commun*, v. 23, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2020.100930>

HALL, Blair D.; WILLINK, Robin. Does “Welch-Satterthwaite” make a good uncertainty estimate? *Metrologia*, v. 38, n. 1, p. 9–15, 2001.
<https://doi.org/10.1088/0026-1394/38/1/2>

HE, Z.-H. *et al.* Recycling hazardous water treatment sludge in cement-based construction materials: Mechanical properties, drying shrinkage, and nano-scale characteristics. *Journal of Cleaner Production*, v. 290, 2021, p. 11. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.125832>

HE, Zhi-Hai; YANG, Yang; YUAN, Qiang; SHI, Jin-yan; LIU, Bao-ju; LIANG, Chao-Feng; DU, Shi-gui. Recycling drinking water treatment sludge in construction and building materials: a review (May), *Sci. Total Environ.* v. 926, 2024. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.171513>

HENDGES, Letiane Thomas; REINHER, Roselaine Cristina Rejei; LEICHTWEIS, Jandira; FERNANDES, Édina Jaíne; TONES, Aline Raquel Muller. Disposição final do lodo de estação de tratamento de água e de esgoto: Uma revisão. Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão, v. 9, n. 2, 2017.

HWANG, Chao Lung; CHIANG, Chi Hung; HUYNH, Trong Phuoc; Vo, Duy Hai; JHANG, Bo Jyun; NGO, Si Huy. Properties of alkali-activated controlled low-strength material produced with waste water treatment sludge, fly ash, and slag. *Construction and Building Materials*, v. 135, 2017, p. 459–471. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.01.014>

JESUS, Wanderson Santos de. Avaliação da resistência mecânica e penetração de cloretos em concretos com diferentes tipos de cimento Portland. 2024. 110 f. Dissertação (Mestrado em Ciência, Inovação e Modelagem em Materiais) – Universidade Estadual de Santa Cruz – UESC, Ilhéus-BA, 2024.

JUENGER, Maria C. G.; SIDDIQUE, Rafat. Recent advances in understanding the role of supplementary cementitious materials in concrete. *Cement and Concrete Research*, v. 78, p. 71-80, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.03.018>.

KAUR, Ramanjit; BHATROLA, Kanchna; KUMAR, Ajay; KAUR, Jaswinder; SUHAG, Sweety; MAURYA, Sameer Kumar; Kothiyal, N.C. Durability of cementitious mortar: Incorporation of highly dispersed superplasticizer modified graphene oxide in fly ash blended mortar. *Journal of Building Engineering*, v. 80, 2023, p.26 DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2023.107888>

KATTE, V.Y; SEUKEP, J.F.N; MOUNDOM, A. The effect of partial replacement of waste water treatment sludge on the properties of burnt clay brick. *International Journal of Civil Engineering and Technology*, v. 8, n. 6, 2017, p. 567–584. Disponível em: <http://iaeme.com/Home/issue/IJCIET?Volume=8&Issue=6>

KESIKIDOU, Fotini; KONOPISI, Stavroula; ANASTASIOU, Eleftherios K. Influence of Concrete Sludge Addition in the Properties of Alkali- Activated and Non-Alkali- Activated Fly Ash-Based Mortars. *Advances in Civil Engineering*, 2021, p.14 DOI: <https://doi.org/10.1155/2021/5534002>

KIRKUP, Les; FRENKEL, Bob R. An introduction to uncertainty in measurement. New York: Cambridge University Press, 2006. DOI: <https://doi.org/10.1017/CBO9780511755538>

KIZINIEVIČ, Olga; ŽURAUSKIENĖ, Ramunė; KIZINIEVIČ, Vikto; ŽURAUSKAS, Rimvydas. Utilisation of sludge waste from water treatment for ceramic products.

Construction and Building Materials, v. 41, 2013, p. 464-473. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.12.041>

KIZINIEVIČ, Olga.; KIZINIEVIČ, Viktor. Utilization of drinking water treatment sludge for the manufacturing of ceramic products. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 251, 2017, p. 7. DOI: <https://10.1088/1757-899X/251/1/012018>

KIZINIEVIČ, Olga; KIZINIEVIČ, Viktor; BORIS, Renata; GIRSKAS, Giedrus; MALAIŠKIENĖ, Jurgita. Eco-efficient recycling of drinking water treatment sludge and glass waste: development of ceramic bricks. Journal of Material Cycles and Waste Management, v. 20, n. 2, 2018, p. 1228–1238. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10163-017-0688-z>

KESSEL, Rüdiger; KACKER, Raghu; BERGLUND, Michael. Coefficient of contribution to the combined standard uncertainty. Metrologia, [S. l.], v. 43, n. 4, 2006. DOI: <https://10.1088/0026-1394/43/4/S04>

KWEK, S.Y.; AWANG, H. Artificial lightweight aggregate from palm oil fuel ash (POFA) and water treatment waste. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 431 (082005), 2018, p. 8. DOI: <https://10.1088/1757-899X/431/8/082005>

LAFARGE, Thomas; POSSOLO, Antonio. NIST Uncertainty Machine — User's Manual. National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland, USA, p.46, 2020. Disponível em: <https://uncertainty.nist.gov/>

Lei 12.305, de 02 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Poder Executivo, Brasília, DF, 03 ago. 2010.

LEE, Kang Hoon; LEE, Ki Gang; LEE, Yong Soo; WIE, Young Min. Manufacturing and application of artificial lightweight aggregate from water treatment sludge. Journal of Cleaner Production, v. 307, 2021, p. 15. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127260>

LEPEK, Alex. A computer program for a general case evaluation of the expanded uncertainty. Accreditation and Quality Assurance. v. 8, 2003, p.296–299. DOI: <https://10.1007/s00769-003-0649-1>

LI, Danda; ZHUGE, Yan; LIU, Yue; PHAM, Phuong Ngoc; ZHANG, Chunyu; DUAN, Weiwei; MA, Xing. Reuse of drinking water treatment sludge in mortar as substitutions of both fly ash and sand based on two treatment methods. Construction

and Building Materials, v. 277, 2021, p.11. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122330>

Lira, Ignacio. Evaluating the measurement uncertainty: fundamentals and practical guidance. Chile: Pontificia Universidad Católica, Institute of Physics Publishing, 2002.

LIU, Yue; ZHUGE, Yan; CHOW, Christopher W.K; KEEGAN, Alexandra; LI, Danda; PHAM, Phuong Ngoc; HUANG, Jianyin; SIDDIQUE, Rafat. Properties and microstructure of concrete blocks incorporating drinking water treatment sludge exposed to early-age carbonation curing. Journal of Cleaner Production, v. 261, 2020, p. 11. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121257>

LOTHENBACH, Barbara; SCRIVENER, Karen; Hooton, R. Douglas. Supplementary cementitious materials, Cement and Concrete Research, v. 41, 2011, p. 1244–1256. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2010.12.001>

MARTINS, Márcio A. F.; KALID, Ricardo A.; NERY, Gesner A.; TEIXEIRA, Lucas Aguiar; GONÇALVES, Guilherme A. A. Comparação entre os métodos linear e não linear para a avaliação da incerteza de medição. Sba: Controle & Automação Sociedade Brasileira de Automatica, [S. I.], v. 21, n. 6, p. 557–576, 2010. DOI: <https://10.1590/s0103-17592010000600002>

MAÑOSA, J.; FORMOSA, J.; GIRO PALOMA, J.; MALDONADO ALAMEDA, A.; QUINA, M.J.; CHIMENOS, J.M. Valorisation of water treatment sludge for lightweight aggregate production. Construction and Building Materials, v. 269, 2021, p. 11. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.121335>

MARCHIORI, Leonardo; STUDART, André; ALBUQUERQUE, António; CAVALEIRO, Victor; SILVA, Abílio P. Geotechnical characterization of water treatment sludge for liner material production and soft soil reinforcement. Materials Science Forum, 2021, p. 83-88. DOI: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.1046.83>

MEHTA, Povindar Kumar.; MONTEIRO, Paulo José Miranda. Concrete Microstructure, Property and Materials - 2nd Edition. Publisher: IBRACON, 2014, p. 751.

MONTALVAN, E. L. T. Investigação do comportamento geotécnico de misturas de solo arenoso com lodo da Estação de Tratamento de Água Cubatão. In: Encontro Técnico AESABESP. 30º Congresso Nacional de Saneamento e Meio Ambiente, p. 133, 2016.

MONTALVAN, Edy L.T.; BOSCOV, Maria Eugênia G. Geotechnical Characterization of a Soil-Water Treatment Sludge Mixture. Geotechnical Special Publication, [s.l.:s.n.]. p. 418–427, 2016. <https://doi.org/10.1061/9780784480144.041>

MEHTA, Paulo Kumar.; MONTEIRO, Paulo José Melaragno. Concreto Microestrutura, Propriedade e Materiais - 2^a Edição. Editora: IBRACON, 2014, p. 751.

MONZÓ, José Maria; PAYÁ, Jordi; BORRACHERO, María Victoria.; GIRBÉS, I. Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: The effect of SSA on the workability of cement mortars. *Waste Management*, v. 23, n. 4, 373 –381. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0956-053X\(03\)00034-5](https://doi.org/10.1016/S0956-053X(03)00034-5)

NAKIC, Domagoj. Environmental evaluation of concrete with sewage sludge ash based on LCA. *Sustain. Prod. Consum.*, v. 16, 2018, p. 193–201. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.spc.2018.08.003>

NAAMANE Sara; RAIS Zakia; TALEB, Mustapha. The effectiveness of the incineration of sewage sludge on the evolution of physicochemical and mechanical properties of Portland cement. *Constr. Build. Mater.*, v. 112, 2016, p. 783–789. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.121>

NEVILLE, Adam Matthew. Propriedades do concreto. 5. ed. Porto Alegre: Bookman, 2016. 888 p.

NIMWINYA, Ekkasit; ARJHARN , Weerachai; HORPIBULSUK, Suksun; PHOONGERNKHAM, Tanakorn; POOWANCUM, Anurat. Sustainable calcined water treatment sludge and rice husk ash geopolymer. *J. Clean. Prod.* v. 119, 2016, p. 128–134. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.01.060>

NONAT, A. A hidratação dos cimentos. In: CASCUDO, Osvaldo; CARASEK, Helena. Durabilidade do Concreto: Bases científicas para a formulação de concretos duráveis de acordo com o ambiente. São Paulo: IBRACON, 2014. p. 17-39.

PANATO, Victor Ducioni.; NIEVES, Leidy Johana Jaramillo; GURKEWICZ, Rafael de Paula; PICCININI, Ângela Costa; PIVA, Jorge Henrique; ANTUNES, Elaine Gugliemi Pavei. Estudo da atividade pozolânica de cinzas residuais de casca de arroz moídas em diferentes tempos de moagem. *Cerâmica industrial: Revista Brasileira de Cerâmica Técnica*, v.28, e122801, 2023. DOI: <https://doi.org/10.4322/cerind.2023.021>

PEREIRA, Victor Leonardo Santana; RÊGO, João Henrique da Silva; FILHO, Juarez Hoppe. Comparação da reatividade do resíduo cerâmico vermelho cominuído e matéria-prima de olaria calcinada. *Ambiente Construído*, Porto Alegre, v. 23, n. 4, p. 255-272, 2023. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212023000400702>

PINTO, Sabrina R.; ANGULSKI Caroline da Luz; MUNHOZ, Guilherme S.; MEDEIROS-JUNIOR, Ronaldo A. Resistance of phosphogypsum-based supersulfated cement to carbonation and chloride ingress. *Construction and Building Materials*, v. 263, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120640>

PIRAMIDE Pré-Moldados, O que é bloco de vedação? Piramide pré-moldados, Estrada geral de Três-Riachos, 06 de junho de 2022. Disponível em: <https://piramidesc.com.br/blog/qual-a-diferenca-entre-bloco-estrutural-e-de-vedacao/#:~:text=O%20que%20%C3%A9%20bloco%20de,passagem%20de%20tubula%C3%A7%C3%B5es%20e%20fios>. Acesso em: 30 de setembro de 2024.

PHAM, Phuong Ngoc; DUAN, Weiwei; ZHUGE, Yan; LIU, Yue.; TORMO, Ismael Esteban Serna. Properties of mortar incorporating untreated and treated drinking water treatment sludge. *Construction and Building Materials*, v. 280, 2021, p. 8. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.122558>

QIN, Jiali; ZHU, Haonan; HE, Zihai; YU, Xiaoniu; SHI, Jinyan; LU, Jun; MA, Cong; CHENG, Yongliang. Recycling of water treatment sludge into magnesium potassium phosphate cement component by a combination of silica fume. *Journal of Building Engineering*, v. 51, 2022, p. 14. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobe.2022.104308>

RAVERDY, M.; BRIVOT, F.; PAILLÈRE, A. M.; BRON, R. Appreciation de l'activité pouzzolanique des constituants secondaires. In: *Proceedings of 7th International Congress Chemical Cement 3*, Paris, 1980, 36-41.

REALI, Marco Antônio Penalva (coordenador). Noções gerais de tratamento e disposição final de lodos de estações de tratamento de água. Projeto PROSAB. Rio de Janeiro: ABES, 1999, p. 240.

REIS, Felipe Soares. Avaliação da incerteza associada ao módulo de elasticidade no ensaio de tração. Projeto (Conclusão de curso) - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia - MG, 2022.

RICHTER, Carlos A. Tratamento de lodos de estações de tratamento de água. São Paulo: Blucher, 2001.

ROADMAP tecnológico do cimento: potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050. Maria Gisele Fonseca de Oliveira, Rio de Janeiro, 2019. p. 64. Disponível em: [chrome extension://efaidnbmnnibpcajpcgkclefindmkaj/https://coprocessamento.org.br/wp content/uploads/2019/11/Roadmap_Tecnologico_Cimento_Brasil_Book-1.pdf]. Acesso em: 01 de outubro de 2024.

RUVIARO, Artur Spat. Efeito da incorporação do lodo calcinado de estação de tratamento de água e filer de casca de ovo como materiais cimentícios suplementares em matrizes de cimento. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.

RUVIARO, Artur Spat; SILVESTRO, Laura; SCOLARO, Taylana Piccinini; PELISSER, Fernando; GLEIZE, Philipe Jean Paul. Incorporação de lodo calcinado de estação de tratamento de água como material cimentício suplementar. Ambiente Construído, Porto Alegre, v. 20, n. 4, p. 243-260, out./dez. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1590/s1678-86212020000400470>

SANTOS, Marcos David dos. Revisão sistemática da literatura com meta-análise sobre o lodo de estações de tratamento de água com avaliação do ciclo de vida em blocos cerâmicos. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2024.

SILVA, Sabrina Neves da; LOPES, Daniele Ferreira. Caracterização de cinzas volantes de carvão mineral para aproveitamento em matrizes cimentícias. In: Janaina Ramos. Open Science Research III. Guarujá - SP: Editora Científica, ano de 2022. p.(2604)- (2614). DOI: 10.37885/220308164

BRASIL. Ministério das Cidades. Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento – SNIS. *Diagnóstico dos Serviços de Água e Esgotos – 2022*. Brasília: MDR, 2023. Disponível em: <https://www.gov.br/cidades/pt-br/assuntos/snис/agua-e-esgotos>. Acesso em: 18 jul. 2025.

SOUZA, Thiago Francisco; SOUZA, Maicon Santos; SANTOS, Mateus Lima Gonçalves dos; NASCIMENTO, Luan Moreti Alves do; AMADO, Franco Dani Rico; PESSOA, José Renato de Castro; KALID, Ricardo de Araújo. Apresentação de um método simples para a aprendizagem no processo de avaliação da incerteza de medição: como calcular a incerteza padrão por meio da LPI (Lei de Propagação das Incertezas)? Revista Observatorio De La Economía Latinoamericana, v.22, n.4, 2024, p. 01-28. DOI: <http://doi.org/10.55905/oelv22n4-191>

SUKSIRIPATTANAPONG, Cherdak; HORPIBULSUK, Suksun; CHANPRASERT, Pimsin; SUKMAK, Patimapon; ARULRAJAH, Arul. Compressive strength

development in fly ash geopolymers masonry units manufactured from water treatment sludge. *Construction and Building Materials*, v. 82, 2015, p. 20–30. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.02.040>

K.L. Scrivener, V.M. John, E.M. Gartner, Eco-efficient cements: Potential economically viable solutions for a low-CO₂ cement- based materials industry, U. Nations Environ. Program, 2020. Disponível em: [http://spiral.imperial.ac.uk/handle/10044/1/5101]. Report, Dec. 2016. Acesso em: 04 de outubro de 2024.

SATTERTHWAITE, Franklin E. Synthesis of variance. *Psychometrika*, v. 6, p. 309–316, 1941. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02288586>

SATTERTHWAITE, Franklin E. An approximate distribution of estimates of variance components. *Biometrics Bulletin*, v. 2, n. 6, p. 110–114, 1946. PMID: 20287815.

SHARMA, Raju; DAS, Kunal Krishna; PEI, Junjie; JANG, Jeong Gook. Influence of sillimanite sand and corundum sand on the mechanical property, durability and pore structure of cement mortar. *Journal of Building Engineering*, v. 80, 2023. 15.p. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jobr.2023.108091>

SHAMAKI, Mubarak; ADU-AMANKWAH, Samuel; BLACK, Leon. Reuse of UK alum water treatment sludge in cement-based materials. *Construction and Building Materials*, v. 275, 2021, p. 15. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.122047>

SCHNEIDER, Martin; ROMER, Michael.; TSCHUDIN, M.; BOLIO, H. Sustainable cement production—present and future. *Cement And Concrete Research*, v. 41, n. 7, 2011, p.642-650. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.03.019>

STEIN, Ronei. Tiago. Características de pastas de cimento Portland com adição de cinza de lodo de ETA. Santa Maria, 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Maria, 2016.

TANTAWY, Mohamed Ahmed. Characterization and pozzolanic properties of calcined alum sludge. *Materials Research Bulletin*, v. 61, 2015, p. 415-421. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2014.10.042>

TARTARI, Rodrigo. Incorporação de lodo gerado na estação de tratamento de água tamanduá, como aditivo em massas para cerâmica vermelha. Paraná, 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em

Engenharia Química, Universidade Estadual do Oeste do Paraná (UNIOESTE), Cascavel, 2008.

TAVARES, Rosangela Gomes. Problemas operacionais na indústria da água: consumo excessivo de cloro na linha tronco de distribuição do sistema Gurjáu e lodos gerados pelas 6 maiores estações de tratamento de água da região metropolitana do Recife. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2003.

TEIXEIRA, S.R.; SANTOS, G.T.A.; SOUZA, A.E.; SCIAN, ALESSIO, P.; SOUZA, S.A.; SOUZA, N.R. The effect of incorporation of a Brazilian water treatment plant sludge on the properties of ceramic materials. *Applied Clay Science*, v. 53, n. 4, 2011, p. 561-565. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.clay.2011.05.004>.

TIRONI, Alejandra.; TEREZZA, Monica A.; SCIAN, Alberto N.; Irassar, Edgardo F. Assessment of Pozzolanic Activity of Different Calcined Clays. *Cement & Concrete Composites*, v. 37, 2013, p. 319-327. DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2013.01.002>

TUFTÉ, Edward R. *The Visual Display of Quantitative Information*. Editora Cheshire: Graphics Press, 2001, 2^a edição, 197p.

TUKEY, John W. *Exploratory Data Analysis*. Editora: Addison-Wesley, 1977. 688 p.

WANG, Lei; ZOU, Fuliao; FANG, Xiaolaing; TSANG, Daniel. C. W.; POON, Chi Sun; LENG, Zhen; BAEK, Kitae. A novel type of controlled low strength material derived from alum sludge and green materials. *Construction and Building Materials*, v. 165, 2018, p. 792-800. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.078>

WELCH, Bernard Lewis. The specification of rules for rejecting too variance a product, with particular reference to an electric lamp problem. *Journal of the Royal Statistical Society, supplement*, v. 3, p. 29–48, 1936.

WELCH, Bernard Lewis. The significance of the difference between two means when the population variances are unequal. *Biometrika*, Oxford, v. 29, p. 350–362, 1938.

WEN Nana; ZHAO, Yading; YU, Zhenyun; LIU, Minghao. Sludge and modified rice husk ash-based geopolymers: synthesis and characterization analysis. *J. Clean. Prod.*, v. 226, 2019, p. 805–814. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.04.045>

WOLFF, Eliane; SCHWABE, Wilfrid Keller; CONCEIÇÃO, Samuel Vieira. Utilization of water treatment plant sludge in structural ceramics. *Journal of Cleaner Production*, v. 96, 2015, p. 282-289. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2014.06.018>

YANG, Jing; REN, Yujie; CHEN, Shuoyu; ZHANG, Zhiqiang; PANG, Heliang; WANG, Xuan; LU, Jinsuo. Thermally activated drinking water treatment sludge as a supplementary cementitious material: Properties, pozzolanic activity and hydration characteristics. *Construction and Building Materials*, v. 365, 2023, p. 15. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.130027>

YING, Kwek Shi; AWANG, Hanizam. Performance of Aggregate Incorporating Palm Oil Fuel Ash (Pofa) and Silt. *Int. J. Eng. Adv. Technol*, v. 9, 2019, p. 1218–1223. DOI: <https://doi.org/10.35940/ijeat.a9589.109119>

ZDEB, Tomasz; TRACZ, Tomasz; ADAMCZYK, Marcin. Characterisation of Basic Properties of Mineral Binders with Calcined Water Treatment Sludge. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 471 (032034), 2019. DOI: <https://10.1088/1757-899X/471/3/032034>

ZHOU, Xianliang; ZHOU, Xiaojun; HE, Ling; ZHANG, Yingda. Effect of sewage sludge ash on mechanical properties, drying shrinkage and high-temperature resistance of cement mortar. *Case Studies in Construction Materials*, v. 20, 2024, p.12. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cscm.2024.e03101>

APÊNDICE A - Artigo de Souza et al. (2024)



Apresentação de um método simples para a aprendizagem no processo de avaliação da incerteza de medição: como calcular a incerteza padrão por meio da LPI (Lei de Propagação das Incertezas)?

Presentation of a simple method for learning in the measurement uncertainty assessment process: how to calculate the standard uncertainty by means of the LPI (Law on the Propagation of Uncertainties)?

Presentación de un método sencillo de aprendizaje en el proceso de evaluación de la incertidumbre de medición: ¿cómo calcular la incertidumbre estándar mediante la LPI (Ley de Propagación de Incertidumbres)?

DOI: 10.55905/oelv22n4-191

Originals received: 03/22/2024

Acceptance for publication: 04/15/2024

Thiago Francisco de Souza

Mestre em Ciência, Inovação e Modelagem em Materiais

Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil

E-mail: tfsouza@uesc.br

Maicon Santos Sousa

Graduando em Engenharia Civil

Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil

E-mail: maikonsousa07@gmail.com

Mateus Lima Gonçalves dos Santos

Graduando em Engenharia Civil

Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil

E-mail: mateuslg.santos@hotmail.com

Luan Moreti Alves do Nascimento

Graduado em Engenharia de Produção

Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil

E-mail: lmoretin@gmail.com

Page 1

REVISTA OBSERVATORIO DE LA ECONOMIA LATINOAMERICANA, Curitiba, v.22, n.4, p. 01-28, 2024.

Link google drive para acesso ao arquivo completo no link:

<https://drive.google.com/drive/folders/1Bps77r4u2O0hMXjStWPoy7Bqvrzapsq?usp=sharing>

Nome do arquivo após acessar o link: "Souza_et.al_2024.pdf"

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

APÊNDICE B – Artigo de Souza et al. (2025)



Resistência à compressão de argamassas cimentícias com adição de lodo de estação de tratamento de água: avaliação da incerteza padrão por meio da LPU (Law of Propagation of Uncertainties)

Compressive strength of cementitious mortars with the addition of water treatment plant sludge: evaluation of standard uncertainty using the Law of Propagation of Uncertainty (LPU)

Resistencia a la compresión de morteros cementicios con adición de lodos de estación de tratamiento de agua: evaluación de la incertidumbre estándar mediante la LPU (Ley de Propagación de Incertidumbres)

DOI: 10.54033/cadpedv22n7-348

Originals received: 4/30/2025

Acceptance for publication: 5/23/2025

Thiago Francisco de Souza

Mestre em Ciência, Inovação e Modelagem em Materiais
Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)
Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil
E-mail: tfsouza@uesc.br

Maicon Santos Souza

Graduando em Engenharia Civil
Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)
Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil
E-mail: maikkonsousa07@gmail.com

Ruan Carlos de Araújo Moura

Doutor em Engenharia Civil
Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)
Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil
E-mail: rcamoura@uesc.br

Daniilo de Santana Nunes

Doutor em Estruturas e Construção Civil
Instituição: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)
Endereço: Ilhéus, Bahia, Brasil
E-mail: dsnunes@uesc.br

Page 1

REVISTA CADERNO PEDAGÓGICO – Studies Publicações e Editora Ltda., Curitiba, v.22, n.7, p. 01-35. 2025.

Link google drive para acesso ao arquivo completo no link:

https://drive.google.com/drive/folders/11iU6CZ4LXGiZUiwn9p_4ml8mEpt_Ffv9?usp=sharing

Nome do arquivo após acessar o link: Souza_et.al_2025.pdf

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

APÊNDICE C - Resultados brutos de todos os ensaios de resistência à tração na flexão e compressão (para todas as misturas)

- Para ver os resultados de todos os ensaios de tração na flexão (para todas as misturas), bem como as informações das medições da temperatura e umidade relativa do ar, acessar o arquivo **Dados_Brutos_TF.xlsx**.

https://docs.google.com/spreadsheets/d/1m2-IJma98-D57P-wux_X5elfVJS0GRb/edit?usp=sharing&ouid=116577957615653180903&rtpof=true&sd=true

- Para ver os resultados de todos os ensaios de compressão (para todas as misturas), bem como as informações das medições da temperatura e umidade relativa do ar, acessar o arquivo **Dados_Brutos_COMP.xlsx**.

<https://docs.google.com/spreadsheets/d/1mkFgtseGqt81A4InlrOvdcy0HDreTqm-/edit?usp=sharing&ouid=116577957615653180903&rtpof=true&sd=true>

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

APÊNDICE D - Planilhas com os cálculos fenomenológicos, estatísticos e metrológicos utilizadas na avaliação da incerteza das grandezas resistências à tração na flexão (TF) e compressão (de todas as misturas)

- Para acessar (no link abaixo) as planilhas da avaliação da incerteza da resistência à tração na flexão: arquivo mistura_CONTROLE_TF.xlsx, arquivo mistura_M1_TF.xlsx, arquivo mistura_M2_TF.xlsx, arquivo mistura_M3_TF.xlsx, arquivo mistura_M4_TF.xlsx, arquivo mistura_M5_TF.xlsx e arquivo mistura_M6_TF.xlsx.

<https://drive.google.com/drive/folders/1kbV2ogdd6GD6PakL8-W4VK7O4lt2HAzI?usp=sharing>

- Para acessar (no link abaixo) a avaliação da incerteza da resistência à compressão: “arquivo mistura_CONTROLE_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M1_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M2_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M3_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M4_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M5_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_M6_COMPRESSAO.xlsx, arquivo mistura_IAP_COMPRESSAO.xlsx. e arquivo IAP_incerteza.xlsx.

https://drive.google.com/drive/folders/1zSZ-4ZxQAQnqi6bvX1C-tqnqhFOE5Ksn?usp=drive_link

- Para acessar (no link abaixo) a planilha da avaliação da incerteza do ensaio de Chapelle modificado: “arquivo_ensaio_Chapelle_modificado”

<https://docs.google.com/spreadsheets/d/1qMmLRc8Ta0BHILFKDb1lsGM-mVXEIqpj/edit?usp=sharing&ouid=116577957615653180903&rtpof=true&sd=true>

- Para acessar (no link abaixo) a planilha da avaliação da incerteza do ensaio de índice de consistência: “arquivo_ensaio_Índice_Consistência”

<https://docs.google.com/spreadsheets/d/14n3GS6PbcIBMBpLlt2B0LimnhX6NDtT/edit?usp=sharing&ouid=116577957615653180903&rtpof=true&sd=true>

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

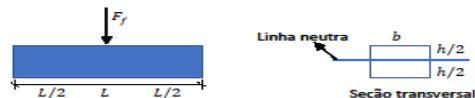
[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

APÊNDICE E - Dedução da função de medição (FM) da resistência à tração na flexão (TF)

A função de medição indicada na norma, para cálculo da resistência à tração na flexão é apresentada abaixo.

$$R_{f_i} = \frac{1,5 \cdot F_{f_i} \cdot L_i}{b_i^{\frac{3}{2}}}$$

A função conceitual para cálculo da resistência à tração na flexão, considerando uma carga aplicada no centro de uma viga de seção transversal retangular é detalhada abaixo:



1) $R_{f_i} = \frac{M \cdot c}{I}$, onde M é o momento fletor máximo, c é a distância da linha neutra até a extremidade de uma das bases da seção transversal (de cima ou de baixo) e I é o momento de inércia.

Como c (distância da linha neutra até a extremidade de uma das bases da seção transversal, de cima ou de baixo) é $h/2$, podemos reescrever 1) e obter 2).

2) $R_{f_i} = \frac{M \cdot \left(\frac{h}{2}\right)}{I}$, onde, conceitualmente, $M = \frac{F_f \cdot L}{4}$, e $I = \frac{b^3 \cdot h}{12}$. As medidas da base, da altura da seção transversal e da distância entre os apoios são representadas por b , h , e L respectivamente. Fazendo as substituições de M e I em 2), obtemos 3):

3) $R_{f_i} = \frac{\left(\frac{F_f \cdot L}{4}\right) \left(\frac{h}{2}\right)}{\left(\frac{b^3 \cdot h}{12}\right)}$, onde, fazendo as operações matemáticas básicas, obtém-se 4.

4) $R_{f_i} = \frac{1,5 \cdot F_f \cdot L_i}{b_i^{\frac{3}{2}}}$, que é a função de medição utilizada neste trabalho para o cálculo da resistência à tração na flexão das misturas.

A incorreta definição (ou expressão) da função de medição é um dos fatores que pode esconder possíveis fontes de incerteza. Logo, faz-se necessário também entender como são obtidas as equações para os cálculos de $M = \frac{F_f \cdot L}{4}$ e $I = \frac{b^3 \cdot h}{12}$.

Link para acesso ao arquivo completo no link:

https://drive.google.com/drive/folders/1qiB7vNJWPqgVeobhyRGQeumBt_eAbC5G?usp=sharing

Nome do arquivo após acessar o link: Demonstração_Equação_TF.pdf

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

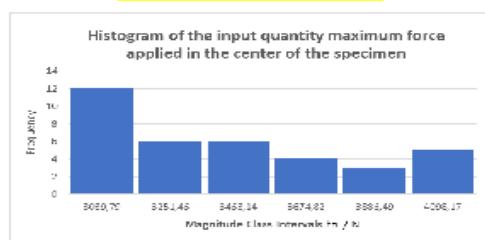
APÊNDICE F - Resultados da simulação de Monte Carlo (SMC) utilizando a calculadora do NIST

ANÁLISE DOS HISTOGRAMAS PARA CÁLCULO DA INCERTEZA EXPANDIDA PELO MÉTODO DE MONTE CARLO - USANDO A CALCULADORA DO NIST

<https://uncertainty.nist.gov/>

ENSAIOS DE RESISTÊNCIA À TRAÇÃO NA FLEXÃO

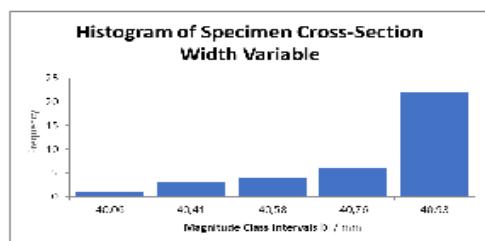
MISTURA CONTROLE



- A distribuição é assimétrica à direita, com cauda à direita.

Lognormal: Assimétrica à direita, modela bem variáveis físicas positivas.

- Decisão: escolhi a lognormal para a SMC.



- Os dados são assimétricos à esquerda (ou seja, concentrados em valores altos com cauda para a esquerda);

Link para acesso ao arquivo completo no link:

https://drive.google.com/drive/folders/10_4_e28yv-kRP044p15vm_D4hmzf4kWV?usp=sharing

Nome do arquivo após acessar o link:
RESULTADOS_METODO_MONTE_CARLO.pdf

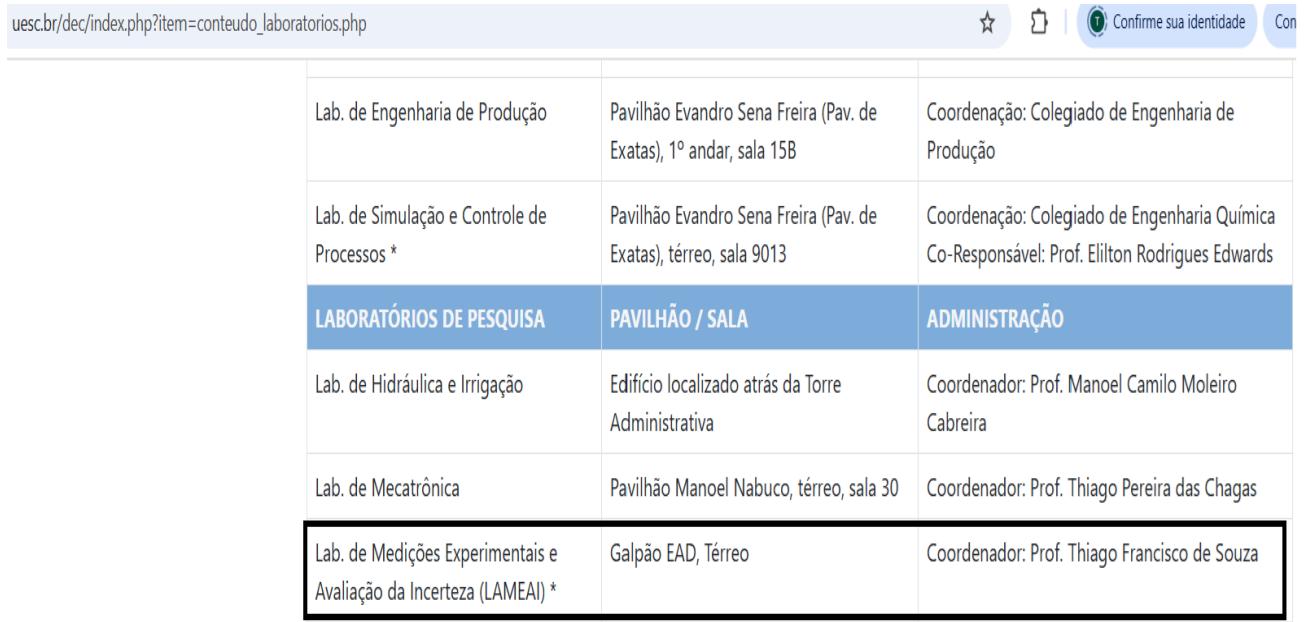
DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

APÊNDICE G – Comprovação da coordenação do Laboratório de Medição Experimentais e Avaliação da Incerteza (LAMEAI)

Acessar o link e ir em “Laboratórios de Pesquisa”:

https://www.uesc.br/dec/index.php?item=conteudo_laboratorios.php



LABORATÓRIOS DE PESQUISA		
PAVILHÃO / SALA	ADMINISTRAÇÃO	
Lab. de Engenharia de Produção	Pavilhão Evandro Sena Freira (Pav. de Exatas), 1º andar, sala 15B	Coordenação: Colegiado de Engenharia de Produção
Lab. de Simulação e Controle de Processos *	Pavilhão Evandro Sena Freira (Pav. de Exatas), térreo, sala 9013	Coordenação: Colegiado de Engenharia Química Co-Responsável: Prof. Elilton Rodrigues Edwards
Lab. de Hidráulica e Irrigação	Edifício localizado atrás da Torre Administrativa	Coordenador: Prof. Manoel Camilo Moleiro Cabreira
Lab. de Mecatrônica	Pavilhão Manoel Nabuco, térreo, sala 30	Coordenador: Prof. Thiago Pereira das Chagas
Lab. de Medição Experimentais e Avaliação da Incerteza (LAMEAI) *	Galpão EAD, Térreo	Coordenador: Prof. Thiago Francisco de Souza

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

ANEXO 1 - Ficha técnica do Cimento Portland CP IV



FICHA TÉCNICA CIMENTO CP IV 32 (ABNT NBR 14725)

1.0 Identificação da Substância e Empresa

1.1 Identificação do produto

CIMENTO PORTLAND CP IV 32
 Capacidade da Embalagem: 50 kg ou a granel
 EMPRESA: Valobras Industria e Comercio de Materiais de Construção Ltda-
 LOCALIZAÇÃO: Via Matolim,s/n BA 524 KM 21- Distrito Industrial, Candelas/BA.
 TELEFONE: (71) 4009-4914
 SITE: www.valobras.com.br
 E-MAIL: laboratorio@valobras.com.br.

2.0 Manuseio e armazenamento.

Manuseio com cuidado, evitando contato direto a pele e evitar geração de poeira. Estocar em locais secos, protegidos de umidade e água, e produtos químicos que possam provocar reações perigosas. Manter os recipientes bem fechados e protegidos de danos. Os sacos devem ser empilhados de maneira a não ultrapassar 1,5m de altura. Recomendado cobrir com lona plástica quando for estocado por mais de 30 dias.

3.0 Identificação do fornecedor da Ficha de Dados de (71) 4009-4914

4.0 Número do telefone de emergência

INEM/ CIAV- Centro de Informação Anti-Venenos (Poison Information Center) Tel: (+351) 808 250 143 : Disponível 24h por dia.

5.0 Composição/informação sobre os Componentes

É uma mistura seca e homogênea dos seguintes componentes:

- Clinquer/gipsita/pozolanae/aditivos químicos não tóxicos.
- O cimento Portland consta de 4 fases principais: os silicatos tri e di calcicos (3CaO.SiO₂ e 2CaO.SiO₂); o alumínato tricalcico (3CaO.Al₂O₃) e o ferro alumínato tetracálcico (4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃), aparecendo normalmente em conjunto ou com algum óxido de cálcio livre (cal livre).

Componentes	Faixa de concentração %	nº CAS
Silicato tricalcico	20-70	12168-85-3
Silicato dicálcico	10-60	10034-77-2
Ferro-alumínato de cálcio	5-15	12068-35-8
alumínato tricalcico	1-15	12068-78-3
Sulfato de cálcio	2-10	13307-24-5
Carbonato de Cálcio	0-6	1317-85-3
Óxido de magnésio	0-6	1309-48-4
óxido de cálcio (Cal livre)	0-2	1305-78-8

6.0 Controle da exposição/proteção Individual

Classe de Perigo	Categoria de Perigo	Frases Indicadoras de Risco
Irritação da pele	2	H315: Causa Irritação da pele
Lesões oculares graves e irritação ocular	1	H318: Causa lesões oculares graves
Geralização da pele	1B	H317: Pode provocar reação alérgica na pele.
Toxicidade para órgãos-alvo específicos, irritação das vias respiratórias	3	H335: Pode causar irritação das vias respiratórias

6.1 Elementos do rótulo (Regulamento(CE) N.º1272/2008)

H318: Provoca lesões oculares graves
 H315: Provoca irritação cutânea.
 H317: Pode provocar reação alérgica cutânea.



H335: Pode provocar irritação das vias respiratórias.

- Proteção respiratória: usar máscaras anti-poeiras.
- Proteção das mãos: usar luvas de proteção.
- Proteção dos olhos: usar óculos de proteção .
- Proteção da pele: usar rato de trabalho justo, evitando entrar de poeira pelas aberturas.

7.0 Medidas de primeiro Socorros

Em caso de Inalação, Irritação, Ingestão remover a pessoa para lugar fresco e arejado e procura assistência médica.

8.0 Controle da exposição ambiental

Evitar sua liberação sob a forma de poeiras, para o meio ambiente, de acordo com a tecnologia disponível e as Indicações sobre emissão de partículas de po, em geral.

O controle da exposição ambiental é relevante para o meio ambiente aquático já que as emissões de partículas de cimento, nas diferentes etapas do seu ciclo de vida (produção e utilização), afetam principalmente o solo e as águas. Ação ao meio ambiente é dispor o material para reciclagem ou alocar em terreno sanitário.

O cimento endurecido pode ser eliminado como material inerte.

9.0 Informações sobre transporte

O cimento Portland não é considerado produto químico, portanto não se aplicam códigos e classificação para transporte terrestre fluvial, marítimo ou aéreo.

10.0 Validade

Validade 90 dias após a fabricação, desde que atendam as exigências de armazenamento no item 2.

Armazenar em lugar seco, fora do contato com umidade.

VALOBRAS INDUSTRIA E COMÉRCIO DE MATERIAIS DE CONSTRUÇÃO LTDA
 V Matolim, s/n, BA 524 KM 21, Distrito Industrial, Candelas, BA. Cep. 43.813-000
 08/2022

Link para acesso ao arquivo completo:

<https://drive.google.com/drive/folders/1S6ZdYe9KoD2KijWXYRouar03gWjbc0VI?usp=sharing>

Nome do arquivo após acessar o link: Ficha_Técnica_CIV.pdf

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)

ANEXO 2 - Relatório de calibração do paquímetro digital e do termo-higrômetro



LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO



CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO

Nº 7247/23

PV NP VTX-878942

SOLICITANTE: THIAGO SOUZA
ENDERECO: RUA G, 139 - CASA AMARELA - SANTO ANTÔNIO - ITABUNA - ITABUNA

1 - Instrumento	Pequimetro Digital	TAG / Identificação	7247/25
Fabricante	NOVOTEST	Faixa de Medição	0 a 150 mm
Modelo	DC-122B	Resolução	0,01 mm
Série	Não Conheça		

2- Método de Calibração:

O instrumento foi calibrado com os padrões relacionados no item 5. A tendência foi obtida através da diferença entre o instrumento e o padrão, sendo o resultado a média de três medições. Baseado em: *Norma Institucional de Calibração: PAQUEMETRO REV.00*.

3. Temperatura inicial da calibradora: $30 \pm 2^\circ\text{C}$

4- Local de Calibração: Tecnocalibração Services Ltda

• Local DC Convoy

6- Padrões Utilizados: A TEC-2000 é uma solução de gerenciamento de fornecedores (ERP) que integra a estrutura de dados da TEC-2000 com o sistema de gerenciamento de fornecedores (SME) da SAP.

- Jogo de Blocos Padrão (47 peças), número nº TEC-018, certificado 03322/18 de 28/04/2018 colocado por Mitubay (RBC nº 031), valido ate 01/2023.

3. Resultados da Dallmanella

Resultados da Calibragão:					
Nominal (mm)	Tolerância (mm)	Medida Externa		Máx. de Variação (mm)	Fator de Correção
		Medida (mm)	Variável (mm)		
0,00	0,00	0,02	mr010	2,00	
10,30	0,08	0,02	mr010	2,00	
20,00	0,00	0,02	mr010	2,00	
20,00	0,00	0,02	mr010	2,00	
100,00	0,10	0,02	mr010	2,00	

Medição de Resposta				
Nominal	Temperatura	Humidade	Mol	Folha
150,00	0,00	0,02	infinito	2,00

Medição de Fase				
Nominal	Temperatura	Humidade	Mol	Folha
150,00	0,03	0,02	infinito	2,00

Mediobolígrafo				
Nominal (mm)	Standart (mm)	Incertez- (mm)	Verif.	Fator k
150	0,00	0,02	infinito	2,00

Tensão (MPa)		Fatores de multiplicação		Unidades	
Nominal	endurecimento	Intensidade	(mm)	Volt	-abs
150.00	0.01	0.02	infinito	2,00	

Data de Calibração: 24/3/2023
Data de Emissão: 24/3/2023

Do Hrashi Okaro

Técnico Responsável
Nota:
1. Este certificado está em acordo com as normas do "Vocabulário Internacionais de Metrologia" (VIM), em sua versão 2006.
2. O resultado deste certificado refere-se ao sistema interno de medição referente ao instrumento de medição submetido à coligação para a realização das verificações, não sendo extensivo a outras peças, lotes.
3. A representatividade do resultado é limitada ao intervalo de validade do instrumento de medição submetido à coligação para a realização das verificações.
4. Prazo: 12 meses a partir da data da emissão.
5. Prazo: Revalidação: 02/10/2014.

Tecnocalibração - Calibração de Instrumentos de medição
Rua Doutor Minayo de Araújo, 793 - sala 01

11 4863-9875 | comercial@electocalibrus.com.br | www.electocalibrus.com.br

Link para acesso ao arquivo completo:

<https://drive.google.com/drive/folders/17HE8CxT5-Z7kMgVcFJCZ9uYvviEqgabn?usp=sharing>

Nome do arquivo após acessar o link:

Certificado Cal Paquimetro Termohigrometro pdf

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

10.5281/zenodo.17649627

ANEXO 3 - Relatório de calibração da máquina universal de ensaios

CERTIFICADO DE CALIBRAÇÃO			
EMITENTE: LABORATÓRIO DE CALIBRAÇÃO INSTRON	DATA DE EMISSÃO: Ver na assinatura		
		INSTRON Brasil Equipamentos Científicos Ltda Rua Quirino Zagone, 257 - Vila Braga São José dos Pinhais, PR CEP 83020-250 Telefone: +55 41 3035-9400 E-mail: service_brasil@intron.com	
		Página 1 de 5 páginas SIGNATÁRIO APROVADO	
Tipo de calibração: Força Padrão relevante: ISO 7500-1:2018 Data da calibração: 12-jul-2023			
*** RESULTADOS DA CALIBRAÇÃO ***			
ID do sistema: 133005303323		Identificação do cliente: UESC 046780 / Pat. 017523	
Número Série Transdutor: SLFL-100KN / M469905			
Indicador 1. - Leitura digital: Trapezium X 1.4.0 (kN) PASSOU Classe 1: 100% da Faixa no modo Tração (0.605339 to 70.3918) PASSOU Classe 1: 100% da Faixa no modo Compressão (-0.6001577 to -70.33773)			
<small>A Classe do Sistema para um Intervalo específico é baseada na avaliação das seguintes variáveis: erro, repetibilidade, retorno a zero, resolução, classe do padrão utilizado e reversibilidade se aplicável.</small>			
Cliente Nome: Universidade Estadual de Santa Cruz Endereço: Rodovia Jorge Amado Ilheus-Itabuna, Km 16 Ilheus, BA 45650-780 Brasil Contato: Thiago Francisco de Souza E-mail: tfSouza@uesc.br Ordem de Serviço: 19989		Temperatura Temperatura Mínima: 22.4 °C Temperatura Máxima: 22.7 °C	
Máquina Fabricante: Shimadzu Número de série: AG-X plus / 133005303323 Tipo: Eletromecânica Intervalo único Ano de fabr.: 2015		Transdutor Fabricante: Shimadzu Capacidade: 100 kN Sentido: Tração/Compressão	
Metodologia <small>A avaliação da máquina de ensaio foi realizada nas instalações do cliente acima mencionada, em conformidade com a norma ISO 7500-1:2018 «Materiais metálicos - Calibração e Verificação de máquinas de ensaio estáticas uniaxiais - Parte 1: Máquinas de ensaio de tração / compressão - Calibração e Verificação do sistema de medição de força utilizando o procedimento Instron PTEC 011.</small>			
O Sistema foi calibrado na condição "Conforme Encontrado" sem que ajustes ou reparos tenham sido realizados. Esta também			
<small>Instron CalproCR Version 3.54 Este certificado atende aos requisitos de acreditação pela Cogni que avaliou a competência do laboratório e comprovou sua reversibilidade a padões nacionais de medida (ou ao Sistema Internacional de Unidades - SI). Os resultados indicados neste certificado e o relatório seguinte é relativo apenas aos itens calibrados. Qualquer limitação de uso com relação ao resultado desta calibração, será indicada na seção comentários. Este relatório não deverá ser reproduzido, exceto na totalidade, sem a aprovação do laboratório emissor.</small>			

Link para acesso ao arquivo completo:

<https://drive.google.com/drive/folders/14AuRNZQ4WWYrnhDHaScKbux8Yttsd37?usp=sharing>

Nome do arquivo após acessar o link: Certificado_Cal_Máquina_Universal.pdf

DOI para acesso ao arquivo no repositório Zenodo

[10.5281/zenodo.17649627](https://doi.org/10.5281/zenodo.17649627)