

1. ÁREA TEMÁTICA: RECICLAGEM

ANÁLISE DO USO DA TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X EM ESTUDOS SOBRE MATERIAIS CIMENTÍCIOS SUPLEMENTARES: UMA REVISÃO DE LITERATURA

Amanda Ramos Pauletto¹ (paulettoamanda@gmail.com), Feliciane Andrade Brehm¹ (felicianeb@unisinus.br), Lucas Bonan Gomes² (lucas.gomes@ufrgs.br)

¹ Universidade do Vale do Rio dos Sinos

² Universidade Federal do Rio Grande do Sul

RESUMO

Os materiais cimentícios suplementares (MCSs) são uma alternativa para reduzir as emissões de dióxido de carbono (CO₂) e utilização de matérias-primas. Isso porque oferecem uma solução para reduzir impactos ambientais, já que os MCSs são subprodutos e coprodutos oriundos de outras indústrias, que quando utilizados na substituição do clínquer no cimento, esses materiais contribuem para a mitigação do impacto ambiental associado à indústria da construção, além de poderem aprimorar as propriedades mecânicas e de durabilidade do concreto. Entre os MCSs mais utilizados estão a sílica ativa (SA), cinza volante (CV) e escória de alto forno (EAF), e por isso, já existem diversos estudos sobre estes materiais, onde são aplicados em diferente compósitos (pastas, argamassas e concretos). Com a popularização da técnica de difração de raios X (DRX), faz-se necessário não somente o estudo das propriedades macroestruturais dos compósitos cimentícios com MCSs, mas também entender as propriedades microestruturais, com a intenção de prever ou até mesmo evitar falhas do material. Resumindo-se, mostra-se necessário, cada vez mais, analisar as propriedades microestruturais dos MCSs. O objetivo deste trabalho é comparar e verificar, em estudos realizados no período entre 2015 e 2020, os resultados de análises de DRX. Os resultados mostram-se preocupantes, já que em alguns dos estudos sobre microestrutura, a técnica de DRX não chega a ser utilizada, ou é apenas citada como utilizada, sem melhores dados informados. A minoria dos estudos analisados trazem resultados quantificados e tabelados, junto dos difratogramas.

Palavras-chave: Resíduo; DRX; MCSs.

ANALYSIS OF THE USE OF THE X-RAY DIFFRACTION TECHNIQUE IN STUDIES ON SUPPLEMENTARY CEMENTARY MATERIALS: A LITERATURE REVIEW

ABSTRACT

Supplementary cementitious materials (SCMs) prove to be a great alternative to reduce the consumption of carbon dioxide (CO₂) and the use of raw materials. This is because they offer a solution to reduce the environmental impact, since MCSs are by-products and co-products, which when used to replace clinker in cement, these materials contribute to the mitigation of the environmental impact associated with the construction industry, besides being able to improve the mechanical properties and durability of concrete. Among the most used MCSs are silica fume (SF), fly ash (FA) and blast furnace slag (BFS), and for this reason, there are already several studies on these materials, where they are available in different compounds (pastes, mortars and concrete). With the popularization of the X-ray diffraction (DRX) technique, it's necessary, not only to use the study of the macrostructural properties of a material, but also to understand how the microstructural properties works, with the intention of predicting or even avoiding failures in the material. Summing up, proves to be necessary analyze the microstructural properties of SCMs. The objective of this work is to compare and verify, in studies carried out between 2015 and 2020, the results of XRD.

The results are worrying, since that in some studies about microstructure, the XRD technique is not used, or is only mentioned as used with just a few data. A minority of the analyzed studies brings quantified and tabulated results along with diffractograms.

Keywords: Residue; XRD; SCMs.

1. INTRODUÇÃO

O impacto da alta demanda e produção materiais de construção civil já se mostra tema de diversas pesquisas da área. Isso se dá pela grande porcentagem de CO₂ que está diretamente ligada à produção do cimento Portland, esta que gera 7% da emissão global total de CO₂ (MEHTA E MONTEIRO, 2014). Calcula-se que é na cliquerização em que são os altos índices de CO₂, tendo em vista que é neste processo em que fornos chegam à temperatura de 1450°C, além da descarbonatação do calcário, onde ocorre a sinterização da matéria-prima (TAYLOR, 1997; MEHTA E MONTEIRO, 2014; FRÖHLICH, 2019).

Tendo em vista o cenário ambiental atual e os problemas citados, cada vez mais se busca por alternativas ecológicas. Uma das alternativas mais interessantes na indústria do cimento é a utilização dos MCSs, já que, resumidamente, trata-se de resíduos de outras indústrias que possuem alta pozolanicidade como principal característica.

Sabe-se que, segundo a Política Nacional dos Resíduos Sólidos (Lei Nº 12.305 de 2010), esses materiais podem ser caracterizados como: resíduo, subproduto ou coproduto. Isso depende, basicamente, se já foram esgotadas as possibilidades de inserir novamente esse resíduo sólido na cadeia produtiva ou não. Resíduos que podem ser inseridos em outra cadeia produtiva são subprodutos, e os que são utilizados como matéria-prima para um determinado processo são coprodutos (BORGES, 2020).

Os MCSs, como EAF, CV e SA, têm sido continuamente investigados para substituir parte do cimento Portland (WONGKEO et al., 2019). Para que seja realizada a investigação de materiais em nível microestrutural, existem técnicas que se tornaram indispensáveis para que sejam obtidos resultados admissíveis.

Uma das técnicas que vem sendo muito utilizada em estudos sobre microestrutura de materiais é a DRX, que é a principal técnica de caracterização de materiais cristalinos, tendo em vista que permite identificar e quantificar fases cristalinas, assim como percentuais de fase amorfa existente em um determinado material.

1.1 Materiais cimentícios suplementares

Materiais cimentícios suplementares são frequentemente usados em misturas de concreto para reduzir o conteúdo de cimento, melhorar a trabalhabilidade, aumentar a resistência e aumentar a durabilidade por meio de atividade hidráulica ou pozolânica. A utilização desses subprodutos em cimento ou concreto não apenas os impede de serem aterrados, ou de terem sua disposição final incorreta, mas também aprimora as propriedades do concreto nos estados fresco e endurecido (SIDDIQUE; KHAN, 2011).

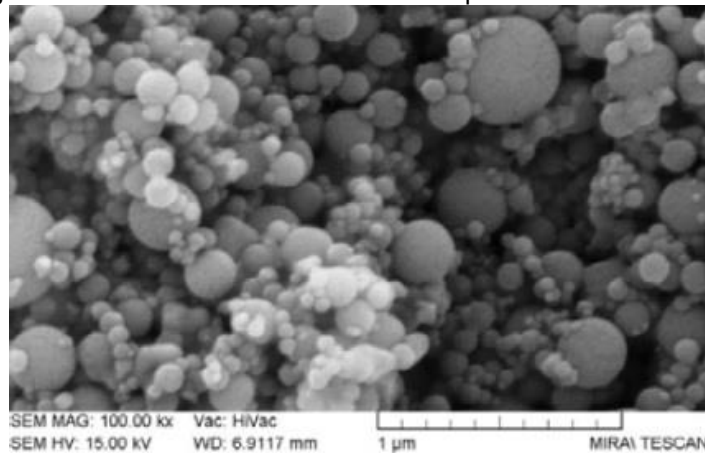
Os MCSs são acrescentados em quantidades relativamente grandes, entre 20% e 70% da massa do material cimentício total, adicionando ou substituindo parcialmente o cimento, de acordo com as propriedades desejadas (MEDEIROS et al., 2015).

1.2 1.1.1 Sílica ativa (SA)

A SA, também conhecida como microssílica, é um coproduto formado pela rápida condensação dos gases voláteis de SiO₂ e Si na produção de liga de ferrosilício e silício industrial. A SA é composta principalmente de SiO₂ e contém pequenas quantidades de CaO, MgO, K₂O, Fe₂O₃, carbono livre e outras impurezas. Sua cor varia de branco a cinza escuro à medida que o conteúdo de Fe₂O₃ e carbono livre aumenta, e seu conteúdo de SiO₂ determina o grau de qualidade da SA, mas não necessariamente determina sua pozolanicidade (ZHANG et al., 2017).

As partículas de SA são extremamente pequenas, com mais de 95% das partículas mais finas que $1\ \mu\text{m}$ (SIDDIQUE; KHAN, 2011). Sua forma e tamanho podem, também, ser verificados através da microscopia eletrônica de varredura (MEV), como mostrado na Figura 1, que é uma imagem de MEV de uma amostra de SA.

Figura 1. MEV de uma amostra de SA ampliada em 100.000 vezes



Dembovska et al. (2017).

Nota-se que, na Figura 1, as partículas da SA são esféricas, além demonstrar aglomeração entre si. Essa aglomeração de partículas ocorre devido a sua alta reatividade (LEWIS, 2017).

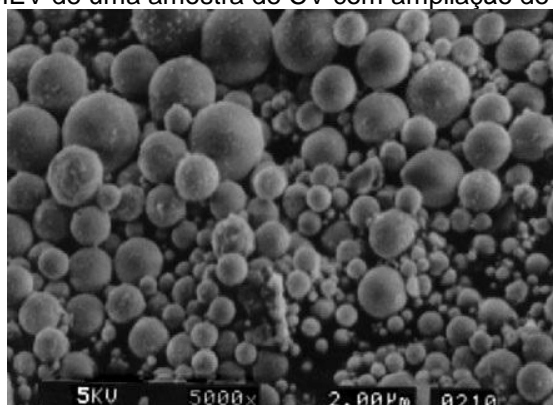
1.3 1.1.2 Cinza volante (CV)

A CV é produzida a partir da queima de carvão pulverizado em usinas de geração de energia elétrica. Durante a combustão, as impurezas minerais do carvão (argila, feldspato, quartzo e xisto) se fundem em suspensão e flutuam para fora da câmara de combustão junto com os gases de escape, de forma que, à medida que o material fundido aumenta, ele esfria e solidifica em partículas esféricas vítreas, que são cinza volante (SIDDIQUE; KHAN, 2011).

A CV é um dos subprodutos mais utilizados como material de substituição de cimento Portland no concreto, devido aos benefícios da redução de calor e reatividade pozolânica, além de uma estimada melhora na resistência à compressão. Em uso comercial geral, o teor máximo de CV como substituto do cimento Portland é de 30% em massa (WONGKEO et al., 2019).

As partículas de CV possuem formato esférico, possuindo tamanho que varia entre 10 e $100\ \mu\text{m}$ (SIDDIQUE; KHAN, 2011). Sua morfologia pode ser verificada através da Figura 2, em que está uma imagem de MEV de uma amostra de CV.

Figura 2. MEV de uma amostra de CV com ampliação de 5.000 vezes



Siddique; Khan (2011).

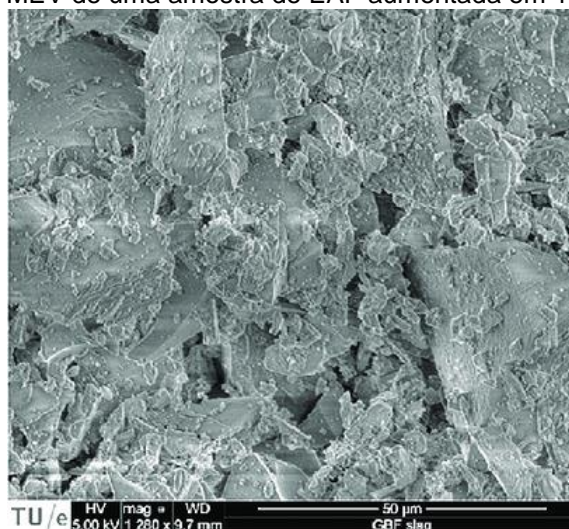
Verifica-se que, como a SF, a CV também demonstra aglomeração de partículas e formato esférico. Sua aglomeração se dá pela sua alta reatividade (SIDDIQUE; KHAN, 2011).

1.4 1.1.3 Escória de alto forno (EAF)

A EAF é um subproduto da produção de ferro. Aproximadamente 300 kg de escória são produzidos para cada tonelada de ferro gusa durante o processo de produção de ferro (ELIBOL; SENGUL, 2016). Pode ser utilizada como substituto direto do cimento comum, já que o tamanho de suas partículas varia entre 9,12 e 13,69 µm. As taxas de substituição para EAF variam de 30% a 85%, geralmente é utilizada a de 50%. Taxas de substituição mais altas, até 85%, são usadas em aplicações especiais, como em ambientes agressivos e para reduzir o calor da hidratação (SIDDIQUE; KHAN, 2011).

Sua morfologia pode ser verificada na Figura 3, que é uma imagem de MEV de uma amostra de EAF.

Figura 3. MEV de uma amostra de EAF aumentada em 1.200 vezes



Yu et al. (2017).

Percebe-se que, diferente da SA e da CV, a EAF não possui partículas esféricas. Aparentemente, na amostra analisada na Figura 3, suas partículas apresentam formatos mais angulares.

1.5 1.1.4 Difração de Raios X (DRX)

Por possuírem comprimento de onda da ordem das distâncias Interatômicas, os raios X, podem sofrer difração pelos átomos de uma estrutura cristalina. Este fenômeno é da base da técnica de DRX (GOMES, 2016).

Cada fase tem seu próprio padrão de difração, caracterizado por picos com posições e intensidades relativas específicas, e é nesse fato que a quantificação de fases é baseada. Sabe-se que, o padrão de difração resultante é uma superposição dos padrões de difração de cada fase, sendo a área dos picos de cada fase proporcional à sua porcentagem na amostra, podendo ser expressa em teores volumétricos ou mássicos (PHILLIPPO et al., 1997; McCUSKER et al., 1999; GOMES, 2016).

Um ponto importante da utilização da DRX em MCSs é a presença de fase amorfa. A estrutura amorfa, diferente da estrutura cristalina, possui um agrupamento desordenado das moléculas (PECHARSKY e ZAVALIJ, 2005). Essa condição na análise DRX pode ser geralmente identificada através da presença de halo amorfo no difratograma, como é ilustrado nas Figuras 4, 5 e 6 (HOPPE-FILHO et al., 2017).

Para que uma análise de DRX esteja detalhada, além do difratograma, são indispensáveis detalhes como: preparação da amostra, técnica utilizada para a quantificação de fases e fichas cristalográficas utilizadas na quantificação de fases.

2. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é comparar resultados de análises de DRX de estudos realizados no período entre 2015 e 2020, sobre MCSs, mais especificamente SA, CV e EAF, buscando assim verificar não somente as diferenças em valores obtidos, mas também a deficiência de informações das análises mineralógicas.

3. METODOLOGIA

A metodologia deste trabalho é baseada na revisão bibliográfica de estudos realizados por diversos autores, no período entre 2015 e 2020, visando analisar e comparar seus resultados de DRX nos MCSs de interesse deste estudo (SA, CV e EAF).

Esses estudos foram encontrados através das bases de dados Springer Link, Google Acadêmico e RDBU (Repositório Digital da Biblioteca da UNISINOS).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 4.1 Sílica ativa (SA)

Foram separados os dados de quatro autores que utilizaram a SA em seus estudos. Os resultados da composição química das amostras, inseridos na Tabela 1, estudadas pelos autores mostram que todas as amostras apresentam altos teores de SiO_2 , o que já indica uma grande possibilidade de serem materiais pozolânicos.

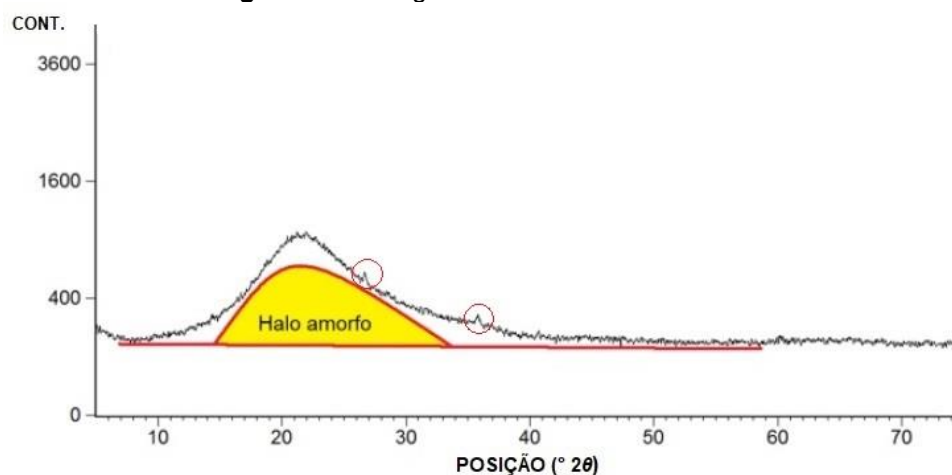
Tabela 1. Composição química com fechamento em óxidos da SA em % mássica

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	SiO_2	MgO	SO_3	CaO	Fe_2O_3	Na_2O	Al_2O_3	PERDA AO FOGO
HOPPE FILHO et al. (2017)	94,91	-	1,56	0,2	0,05	-	2,27	≤ 3,0
GUILLANTE (2018)	95,5	<5	<5	<5	<5	<5	<5	-
BENTZ et al. (2017)	99,5	0,01	0	0,02	0,02	-	0,3	0,2
VILLAR-COCIÑA et al. (2020)	87,5	2,81	0,79	0,45	2,13	2,55	0,51	0,62

Elaborado pelos autores.

Porém, a pozolanicidade dos materiais é testada a partir de outros ensaios específicos. Contudo, na análise mineralógica das amostras, através da DRX, é possível observar a presença de amorfismo. Isso pode ocorrer devido à presença do halo amorfo, presente no difratograma apresentando na Figura 3.

Figura 4. Difratograma de uma amostra de SA



Adaptado de Hoppe-Filho et al. (2017).

A presença do halo amorfo, junto da falta de picos definidos, ascende à possibilidade de que o material seja completamente amorfo, ou seja, sem fases cristalinas definidas (HOPPE-FILHO et al., 2017). Contudo, na Figura 4, existe a presença de dois picos cristalinos (destacados em vermelho), o que não foi considerado pelos autores do estudo, como mostra a Tabela 2.

Tabela 2. Composição mineralógica da SA em %

	Quartzo	Halita	Magnetita	Amorfo
HOPPE FILHO et al. (2017)	-	-	-	detectado
BENTZ et al. (2017)	-	-	-	-
GUILLANTE (2018)	detectado	-	-	detectado
VILLAR-COCIÑA et al. (2020)	-	detectado	detectado	detectado

Elaborado pelos autores.

Nos estudos citados na Tabela 2, nota-se que os autores não quantificaram as fases, mesmo que alguns tenham confirmado a presença de fases como quartzo (SiO_2), halita (NaCl) e magnetita (Fe_3O_4). Contudo, como não foi apresentada uma quantificação, mesmo havendo o difratograma mostrando picos (Figura 4), torna-se inviável confiar nos dados apresentados e utilizá-los como parâmetros para futuros estudos.

4.2 Cinza volante (CV)

Os resultados de composição química de amostras de CV, estudadas por quatro autores, mostram que o material possui, como óxidos majoritários, SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 e CaO , em ordem decrescente. A composição química da CV está apresentada na Tabela 3.

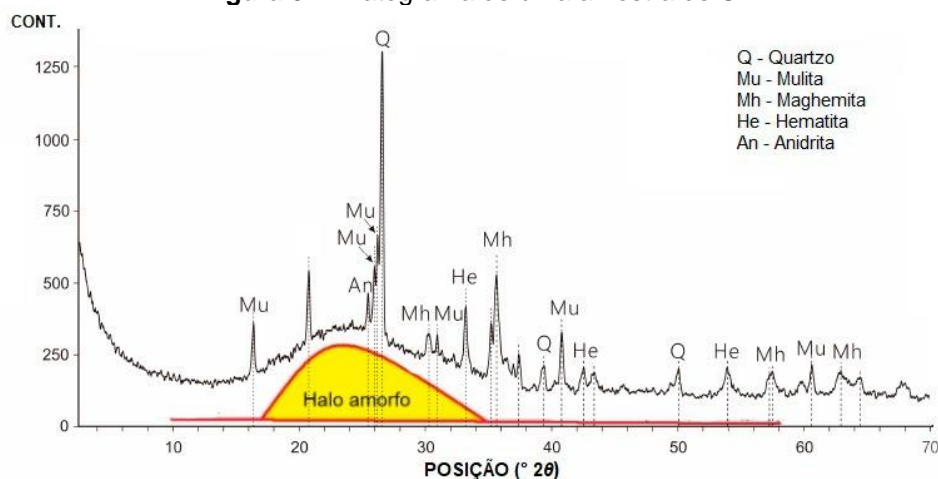
Tabela 3. Composição química com fechamento em óxidos da CV em % mássica

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	SiO_2	MgO	SO_3	CaO	Fe_2O_3	Na_2O	Al_2O_3	PERDA AO FOGO
LIU et al. (2016)	48,27	1,21	0,78	5,72	14,09	0,77	21,59	4,01
ZHANG et al. (2016)	53,33	1,35	0,45	2,86	6,04	1,54	27,65	3,46
KLEMCZAC;BATOG (2016)	53,25	2,78	0,42	3,86	6,65	1,11	25,05	1,95
GARCIA-LODEIRO et al. (2017)	56,51	2,19	0,99	3,78	8,57	0,63	21,42	2,21

Elaborado pelos autores.

Utilizando como exemplo o difratograma da Figura 5, as fases encontradas estão relacionadas com as composições químicas apresentadas. Por exemplo, no estudo de Liu et al. (2016), as fases encontradas foram: Quartzo (SiO_2), mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ou $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$), maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), hematita (Fe_2O_3) e anidrita (CaSO_4).

Figura 5. Difratograma de uma amostra de CV



Adaptado de Liu et al. (2016).

Percebe-se também, na Figura 5, a presença de halo amórfico, porém com a ocorrência de uma série de picos cristalinos na mesma posição do difratograma. Dessa forma, evidencia-se que, apesar do indicativo de fase amorfa, há também a presença de fases cristalinas.

Contudo, percebe-se que, apesar de ter citado a presença de duas fases cristalinas em sua amostra, no estudo de Garcia-Lodeiro et al. (2017) não houve quantificação dessas fases. No estudo de Zhang et al. (2016) não foi realizada a DRX em sua amostra, apesar de se tratar de um estudo sobre microestrutura do material.

Tabela 4. Composição mineralógica da CV em %

	Mulita	Quartzo	Maghemita	Hematita	Anidrita	Amorfo
LIU et al. (2016)	8,3	5,1	4,6	1,9	0,7	79,5
ZHANG et al. (2016)	-	-	-	-	-	-
KLEMCZAC;BATOG (2016)	13,0	7,6	1,3	-	-	77,1
GARCIA-LODEIRO et al. (2017)	detectado	detectado	-	-	-	-

Elaborado pelos autores.

Já no estudo de Klemczac e Batog (2016), foi realizada a quantificação de fases do material estudado, sendo que as fases encontradas coincidem com algumas do estudo de Liu et al. (2016), sendo essas: Quartzo, mulita e maghemita, junto do alto teor de amorfismo, conforme mostrado na Tabela 4.

4.3 4.3 Escória de alto forno (EAF)

Os resultados de composição química de amostras estudadas pelos autores na Tabela 5 mostram que todos possuem, em ordem decrescente, os maiores teores de: SiO_2 , CaO – exceto no estudo de Arail et al. (2017), Al_2O_3 e MgO .

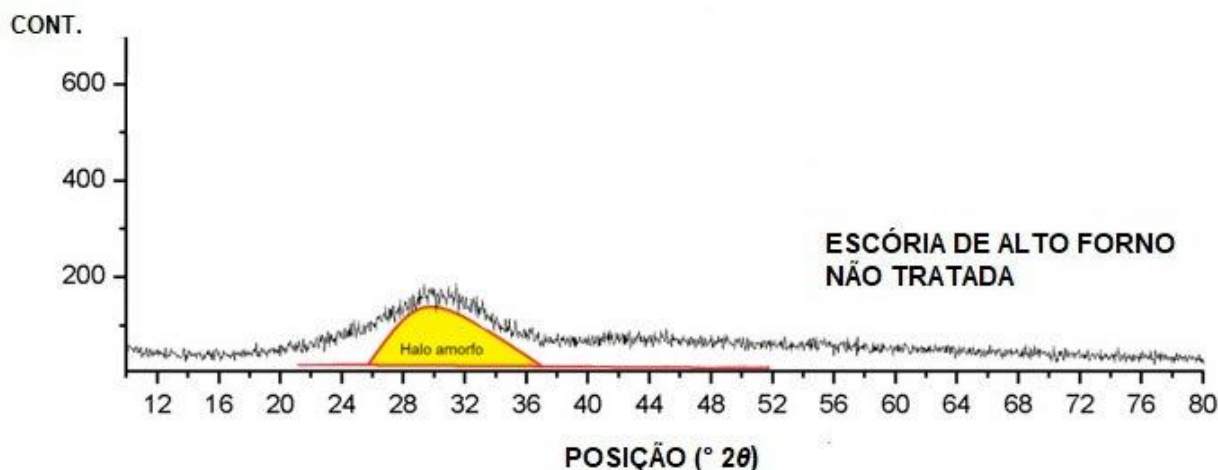
Tabela 5. Composição química com fechamento em óxidos da EAF em % mássica

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	SiO ₂	MgO	K ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	PERDA AO FOGO
JELIDI; BOUSLAMA (2015)	38,08	6,5	-	31,5	-	-	15,95	-
ELIBOL; SENGUL (2016)	40,5	11,3	1,1	32,2	1,2	0,4	10,3	1,9
TÜRCKER et al. (2016)	43,08	6,1	0,75	36,25	0,74	0,28	11,34	0,0
ARAIL et al. (2017)	38,1	12,9	-	-	37,9	-	8,41	3,13

Elaborado pelos autores.

No difratograma (Figura 6) do estudo de Arail et al. (2017), nota-se a ausência de picos cristalinos em sua amostra de EAF. Tem-se aqui um exemplo de material com potencial de teores altos de fase amorfa. Contudo, é necessário que haja análise de DRX e quantificação de fases para que esta suposição seja confirmada.

Figura 6. Difratograma de uma amostra de EAF



Adaptado de Arail et al. (2017).

Contudo, não houve quantificação de fases do material em nenhum dos estudos analisados. Mesmo que em um deles, Türcker et al. (2016), é afirmado que fora detectada fase amorfa (Tabela 6), não há uma demonstração de quantificação, ou explicação para sua afirmação.

Tabela 6. Composição mineralógica da EAF em %

	Amorfo
JELIDI; BOUSLAMA (2015)	-
ELIBOL; SENGUL (2016)	-
TÜRCKER et al. (2016)	detectado
ARAIL et al. (2017)	-

Elaborado pelos autores.

Dessa forma, nota-se que há pobreza de detalhes na utilização da DRX nas pesquisas que propuseram análises microestruturais da EAF.

5. CONCLUSÃO

A partir do estudo realizado, pode-se inferir que a maioria dos trabalhos pesquisados não apresenta um melhor aprofundamento para investigar MCSs através da técnica de DRX, já que poucos possuem resultados quantificados, e detalhes importantes como a preparação de amostra, técnica

utilizada para quantificação de fases, justificativa do intervalo angular escolhido e fichas cristalográficas utilizadas.

Além disso, nos trabalhos estudados são apresentados somente dados como qual foi o equipamento utilizado, os difratogramas, que muitas vezes não possuem nem mesmo a identificação dos picos (quando existentes).

A falta desses dados faz com que a reprodução dos experimentos seja impossibilitada. É necessário que haja maior compreensão sobre a utilização da técnica, como apresentar os resultados e quais os impactos dos resultados. São necessários estudos mais completos com quando é feito o uso da DRX em MCSs.

2. REFERÊNCIAS

ARAIL, Y.; POWELL, B. A.; KAPLAN, D. I. Sulfur speciation in untreated and alkali treated ground-granulated blast furnace slag. *Science of the Total Environment*. V. 589, p. 117–121, 2017.

BAHURUDEEN, A.; KANRAJ, D.; DEV, V. G.; SANTHANAM, M. Performance evaluation of sugarcane bagasse ash blended cement in concrete. *Cement & Concrete Composites*. V.59, p.77 – 88, 2015.

BENTZ, D. P.; FERRARIS, C. F.; JONES, S. Z.; LOOTENS, D.; ZUNINO, F. Limestone and silica powder replacements for cement: Early-age performance. *Cement and Concrete Composites*. V. 78, p. 43-56, 2017.

BORGES, P.H.A. uso da escória de aciaria como agregado siderúrgico - Uma discussão sobre os aspectos ambientais e legais no Brasil. Limeira, 86 p., 2020. Dissertação (Mestrado) - UNICAMP.

BRASIL. Lei nº 12.305, de 12 de agosto de 2010 – Dispõe sobre a Política Nacional de Resíduos Sólidos. Brasília, DF. Disponível em: <http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm>. Acessado em 27 de Julho de 2020.

Dembovska, L., Bajare, D., Pundiene, I., & Vitola, L. Effect of Pozzolanic Additives on the Strength Development of High Performance Concrete. *Procedia Engineering*. V. 172, p. 202–210, 2017.

ELIBOL, C.; SENGUL, O. Effects of activator properties and ferrochrome slag aggregates on the properties of alkali-activated blast furnace slag mortars. *Arab. J. Sci. Eng.* V. 41, p. 1561–1571, 2016.

FRÖHLICH, J. Uso de resíduo cerâmico em cimentos ternários tipo Lc³: estudo dos produtos da hidratação. São Leopoldo, 224 p., 2019. Dissertação (Mestrado) - UNISINOS.

Garcia-Lodeiro, I., Taboada, V. C., Fernández-Jiménez, A., & Palomo, Á. Recycling Industrial By-Products in Hybrid Cements: Mechanical and Microstructure Characterization. *Waste and Biomass Valorization*. V. 8, p. 1433–1440, 2016.

GOMES, L. B. Estudo da formação do alnbo₄ no sistema (x al₂o₃ + 1-x nb₂o₅) por técnicas de difração de raios x e microscopia eletrônica em função da composição e temperatura de tratamento térmico. Porto Alegre, 181 p., 2016. Tese (Doutorado) – UFRGS.

GUILLANTE, P. Avaliação de parâmetros químicos e mineralógicos de materiais cimentícios suplementares na mitigação da reação álcali agregado. São Leopoldo, 159 p., 2018. Dissertação (Mestrado) – UNISINOS.

HOPPE-FILHO, J.; GOBBI, A.; PEREIRA, E.; TANAKA, R. S.; MEDEIROS, M. H. F. Atividade pozolânica de adições minerais para cimento Portland (Parte II): Índice de atividade pozolânica com cimento Portland (IAP), difração de raios-X (DRX) e termogravimetria (TG/DTG). *Revista Matéria*. V. 22, n. 03, 2017.

JELIDI, A., & BOUSLAMA, S. Use effects of blast furnace slag aggregates in hydraulic concrete. *Materials and Structures*. V. 48, p. 3627–3633, 2015.

KLEMCZAK, B., & BATOG, M. Heat of hydration of low-clinker cements. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. V. 123, p. 1351–1360, 2015.

LEWIS, R. C. Properties of Fresh and Hardened Concrete Containing Supplementary Cementitious Materials, p. 99–121, 2017.

LIU, H., SUN, Q., WANG, B., WANG, P., & ZOU, J. Morphology and Composition of Microspheres in Fly Ash from the Luohuang Power Plant, Chongqing, Southwestern China. *Minerals*. V. 6, p. 30, 2016.

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

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. *Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais*. 4. ed. São Paulo: IBRACON, 2014. 751 p.

McCUSKER, L. B.; VON DREELE, R. B.; COX, D. E.; LOUËR, D.; SCARDI, P. Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, V. 32, p. 36 – 50, 1999.

PHILLIPPO, S.; NAUD, J.; VERKAEREN, J. Geochemical evaluation of the lueshe niobium deposit (Zaire) by Rietveld quantitative X-ray diffraction. *Applied Geochemistry*, 1997.

SIDDIQUE, R.; KHAN, M. I. *Supplementary cementing materials*. Springer. 2011. 304 p.

TAYLOR, H. F. W. *Cement Chemistry*. 2. ed. London: Thomas Telford Publishing, 1997. 470 p.

TÜRKER, H. T.; BALÇIKANLI, M.; DURMUŞ, I. H.; ÖZBAY, E.; ERDEMİR, M. Microstructural alteration of alkali activated slag mortars depend on exposed high temperature level. *Construction and Building Materials*. V. 104, p. 169-180, 2016.

VILLAR-COCIÑA, E., RODIER, L., SAVASTANO, H., LEFRÁN, M., & ROJAS, M. F. A Comparative Study on the Pozzolanic Activity Between Bamboo Leaves Ash and Silica Fume: Kinetic Parameters. *Waste and Biomass Valorization*. V. 11, p. 1627–1634, 2020.

WONGKEO, W.; THONGSANITGARN, P.; POON, C.; CHAIPANICH, A. Heat of hydration of cement pastes containing high-volume fly ash and silica fume. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. V. 138, p. 2065-2075, 2019.

YU, R.; SONG, Q.; WANG, X.; ZHANG, Z.; SHUI, Z.; BROUWERS, H. J. H. Sustainable development of Ultra-High Performance Fibre Reinforced Concrete (UHPFRC): Towards to an optimized concrete matrix and efficient fibre application. *Journal of Cleaner Production*. V. 162, p. 220–233, 2017.

ZHANG, Z., ZHANG, B., & YAN, P. Comparative study of effect of raw and densified silica fume in the paste, mortar and concrete. *Construction and Building Materials*. V. 105, p. 82–93, 2016.

ZHANG, Y.; QI, H.; LI, Y.; ZHANG, Y.; SUN, J. Preparation and characterization of a porous silicate material from silica fume. *Korean J. Chem. Eng.* V. 34, p. 3185-3194, 2017.