INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM ENGENHARIA APLICADA E SUSTENTABILIDADE

ADIÇÃO DE RESÍDUO DE POLIMENTO DE PISOS DE CONCRETO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS

Autora: Lorena Araújo Silva Orientador: Prof. Dr. Bacus de Oliveira Nahime

RIO VERDE - GO Março - 2019

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU* EM ENGENHARIA APLICADA E SUSTENTABILIDADE

ADIÇÃO DE RESÍDUO DE POLIMENTO DE PISOS DE CONCRETO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS

Autora: Lorena Araújo Silva Orientador: Prof. Dr. Bacus de Oliveira Nahime

Dissertação apresentada, como parte das exigências para obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA APLICADA E SUSTENTABILIDADE, no Programa de Pós-Graduação – *Stricto Sensu* em Engenharia Aplicada e Sustentabilidade do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano – Campus Rio Verde - Área de concentração (Engenharia Aplicada e Sustentabilidade).

RIO VERDE - GO Março – 2019

	Araújo Silva, Lorena	
S586	Adição de resíduo de polimento de pisos de concreto em matriz cimentícias/ Lorena Araújo Silva Rio Verde 2019. 68 f.	æs
	Dissertação (Mestrado) – Instituto Federal Goiano – Câmpus Rio Verde, 2019. Orientador: Dr. Bacus de Oliveira Nahime.	
	Bibliografia	
1. Resíduo de pasta cimentícia. 2. Microestrutura		
Título.	cimentícias. 3. Carbonato de cálcio. 4. Sustentabilidade.	I.
	Instituto Federal Goiano – Câmpus Rio Verde.	620



Repositório Institucional do IF Goiano - RIIF Goiano Sistema Integrado de Bibliotecas

TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR PRODUÇÕES TÉCNICO-CIENTÍFICAS NO REPOSITÓRIO INSTITUCIONAL DO IF GOIANO

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610/98, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano, a disponibilizar gratuitamente o documento no Repositório Institucional do IF Goiano (RIIF Goiano), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, em formato digital para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IF Goiano.

Identificação da Produção Técnico-Científica

liese	[]	Tese
-------	-----	------

[x] Dissertação

[] Artigo Científico
[] Capítulo de Livro

- , Fanasialias - 7 -
- Monografia Especialização
- TCC Graduação
- [] Trabalho Apresentado em Evento
- [] Produto Técnico e Educacional Tipo:

Nome Completo do Autor: Lorena Araújo Silva Matrícula: 2017102331440092 Título do Trabalho: Adição de Resíduo de Polimento de Pisos de Concreto em Matrizes Cimentícias

] Livro

Restrições de Acesso ao Documento

Documento confidencial: [] Não [x] Sim, justifique: Os artigos apresentados na dissertação encontram-se em fase de submissão e análise em periódicos que exigem confidencialidade dos dados.

Informe a data que poderá ser disponibilizado no RIIF Goiano: 19/08/2020

O documento está sujeito a registro de patente? [] Sim [x] Não O documento pode vir a ser publicado como livro? [] Sim [x] Não

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O/A referido/a autor/a declara que:

 o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;

2. obteve autorização de quaisquer materiais inclusos no documento do qual não detém os direitos de autor/a, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;

 cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Goiano.

> Rio Verde, Local

18/08/2019 Data

Assinatura do Autor e/ou Detentor dos Direitos Autorais

Ciente e de acordo:

Assinatura do(a) orientador(a)

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA GOIANO – CAMPUS RIO VERDE DIRETORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO, PESQUISA E INOVAÇÃO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA APLICADA E SUSTENTABILIDADE

ADIÇÃO DE RESÍDUO DE POLIMENTO DE PISOS DE CONCRETO EM MATRIZES CIMENTÍCIAS

Autora: Lorena Araújo Silva Orientador: Bacus de Oliveira Nahime

TITULAÇÃO: Mestre em Engenharia Aplicada e Sustentabilidade – Área de concentração Engenharia Aplicada e Sustentabilidade.

APROVADA em 18 de março de 2019.

Prof. Dr. Idalci Chuvinel dos Reis Avaliador interno IF Goiano / Rio Verde

Prof. Dr. Jorge Akasaki Avaliador externo UNE8P / Ilha Solteira

Prof. Dr. Carlos Frederico de Souza Castro Avaliador interno IF Goiano / Rio Verde

111 Min ma Prof. Dr. Elton Carvalho de Lima Avaliador externo UFTO / Porto Nacional

Prof. Dr. Bacus Oliveira Nahime Presidente da Banca IF Goiano / Rio Verde DEDICATÓRIA

Aos meus avôs Cícero Santos (in memoriam) e Carlito Carlos. Às minhas avós Geralda Araújo e Luíza Gomes. À minha irmã, Ana Laura.

AGRADECIMENTOS

A Deus, que esteve sempre esteve comigo nessa caminhada me guiando e fortalecendo nos momentos de dúvidas e angústias.

À minha irmã, Ana Laura, que sempre foi minha luz. Sou imensamente grata a Deus pela sua vida. Obrigada por me transmitir tanto amor e me permitir aprendizados que livro algum me ensinaria.

Aos meus familiares, que tanto contribuíram para o meu crescimento pessoal e profissional. Agradeço aos meus pais por todo esforço dedicado à minha criação e a dos meus irmãos.

Ao meu professor orientador, Bacus de Oliveira Nahime, que foi quem me incentivou a iniciar essa caminhada. Agradeço as oportunidades oferecidas e os conhecimentos compartilhados. Obrigada pela paciência e compreensão em meus momentos de dificuldades.

Aos meus amigos, que me fortaleceram nessa caminhada com palavras de apoio e com momentos de descontração. Sempre agradeço a Deus pela oportunidade de me permitir conhecer pessoas que me ensinam a ser uma pessoa melhor, e Ele tem me presenteado generosamente. Aos meus amigos de escola, faculdade, intercâmbio, trabalho e mestrado, meus agradecimentos.

À Universidade de Rio Verde, por me proporcionar oportunidades de crescimento profissional e disponibilizar sua infraestrutura para realização dos meus ensaios experimentais. Sou muito grata pelos dois anos de parceria, que me permitiram amadurecimento e entendimento da profissão de professor.

À Universidade Estadual Paulista (UNESP – Ilha Solteira), ao Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI) e à BARC construtora que disponibilizaram equipamentos e espaço físico para realização de experimentos.

BIOGRAFIA DO AUTOR

Lorena Araújo Silva, nascida em 25 de outubro de 1993 na cidade de Rio Verde, Goiás. Graduada em Engenharia Civil pela Universidade Federal de Uberlândia (2010/02 - 2016), com período sanduíche na *University College Dublin* (2015/02 – 2016/02). Ingressou no Programa de Mestrado Profissional em Engenharia Aplicada e Sustentabilidade (PPGEAS) em 2017, realizando a defesa de sua dissertação em março de 2019.

ÍNDICE

Página

ÍNDICE DE TABELAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	ix
LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIAÇÕES E UNIDADES	xii
RESUMO	12
ABSTRACT	
1. INTRODUÇÃO	14
1.1 Justificativa	16
1.2 Microestrutura de pastas cimentícias	17
1.2.1 Silicato Tricálcico	
1.2.2 Silicato Bicálcico	
1.2.3 Aluminato Tricálcico	
1.2.4 Ferroaluminato Tricálcico	
1.2.5 Produtos da Hidratação do Cimento Portland	
1.3 Cinética da hidratação do cimento Portland	
1.4 Paralisação da hidratação do cimento Portland para proce	dimentos
experimentais	
1.4 Referências	
2. OBJETIVOS	34
2.1 Objetivo Geral	34
2.2 Objetivos Específicos	34
3. CAPÍTULO I	35
3.1 Introduction	35

3.2 Material and Methods	38
3.2.1 Materials	38
3.2.2 Methods	
3.3 Test Results and Discussion	41
3.4 Conclusions	50
4. CAPÍTULO II	57
4.1 Introduction	57
4.2 Material and Methods	59
4.3 Test Results and Discussion	61
4.4 Conclusions	66
5. CONCLUSÃO GERAL	68

ÍNDICE DE TABELAS

Página

INTRODUÇÃO

Tabela 1. Componentes do clinquer.	. 18
Tabela 2. Propriedades dos polimorfos do carbonato de cálcio [37]	. 26

CAPÍTULO I: PERFORMANCE OF CEMENTITIOUS MATRICES INCORPORATING CONCRETE FLOOR POLISHING WASTE

Table 1. Mixtures Proportions of the mortars.	40
Table 2. Mixtures Proportions of the pastes.	41
Table 3. Chemical analysis of CFPW.	42
Table 4. Analysis of Variance (ANOVA) of compressive strength results	45
Table 5. Percentage content of cement hydration products of the analyzed pastes	49

CAPÍTULO II: PERFORMANCE OF CEMENTITIOUS MATRICES INCORPORATING CONCRETE FLOOR POLISHING WASTE

Table. I – CFPW chemical components and loss on ignition	50
Table. II – Pastes mixtures proportions.	50
Table. III - Structural models of the phases used in Rietveld Refinement	51
Table. IV - Structural information of Cement Portland (Type III) and CFPW phases	53
Table. V - Structural information of control and 12% CFPW paste phases	55

ÍNDICE DE FIGURAS

Página

INTRODUÇÃO

Figura 1. Lama proveniente do polimento de pisos de concreto	
Figura 2. Resíduo do polimento de pisos de concreto na forma de pó	
Figura 3. Polimorfismo do silicato tricálcico	
Figura 4. Picos de difração dos polimorfos M1, M2 e M3 [22]	
Figura 5. Picos de difração dos polimorfos M1 e M3. [18]	
Figura 6. Polimorfismo do silicato bicálcico.	
Figura 7. Morfologia da etringita e do monosulfato [12]	
Figura 8. Morfologia da fase C-S-H [35]	
Figura 9. Contribuição das fases do clinquer para a resistência de matrizes cir	nentícias.
[17]	
Figura 10. Morfologia das fases C-S-H, CH e da etringita. [35]	
Figura 11. Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (A) vaterita; (B)	aragonita;
(C) calcita. [40].	
Figura 12. Evolução do calor durante a hidratação do cimento	
Figura 13. Cinética da hidratação do cimento Portland. Fonte: [17]	

CAPÍTULO I: PERFORMANCE OF CEMENTITIOUS MATRICES INCORPORATING CONCRETE FLOOR POLISHING WASTE

Fig. 1. TG and DTG curve of CFPW	42
Fig. 2. SEM images of (a) CFPW and (b) cement	43
Fig. 3 CFPW effect on mortars workability	44
Fig. 4. Compressive strength resistance	474

Fig.	5. Immersion water absorption and void index results	186
Fig.	6. Compression strength and void index results relation	197
Fig.	7. Initial and final setting time	. 47
Fig.	8. TG curves of (a) control paste; (b) paste with 4% of CFPW; (c) paste with 8%	of
CFP	W; (d) paste with 12% of CFPW	.48
Fig.	9. SEM images of (a) control paste and (b) paste with addition of 4% of CFPW.	50
Fig.	10. SEM images of paste with (a) 4% and (b) 12% of CFPW addition	.50

CAPÍTULO II: PERFORMANCE OF CEMENTITIOUS MATRICES INCORPORATING CONCRETE FLOOR POLISHING WASTE

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS, ABREVIAÇÕES E UNIDADES

Símbolo/ Sigla	Significado (Unidade de Medida)
RCD	Resíduo de Construção Civil e Demolição
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
RPPC	Resíduo do Polimento de Pisos de Concreto
CFPW	Concrete Floor Polishing Waste
SCBA	Sugar Cane Bagasse Ash
ASTM	American Society for Testing and Materials
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
NBR	Norma Brasileira
ANOVA	Analysis of Variance
TG	Termogravimetry
DTG	Derivate Termogravimetry
SEM	Scanning Electron Microscope
XRD	X-Ray Diffraction
DRX	Difração de Raios X
FRX	X-Ray Fluorescense
SE	Secondary Electrons
IAP	Índice de Atividade Pozolânica
LOI	Loss of Ignition
<lq< td=""><td>Below Quantifiable Limit</td></lq<>	Below Quantifiable Limit
WD	Working Distance
Mag.	Magnification
EHT	Electron High Tension

Fig.	Figure
QPA	Quantitative Phase Analysis
ICDD	International Centre for Diffraction Data
NIST	National Institute of Standards and Technololgy
COD	Crystallography Open Database
ICSD	Inorganic Crystal Structure Database
FWHM	Full Width at half maximum
C_2S	Silicato bicálcico / belita
C ₃ S	Silicato Tricálcico / alita
C ₃ A	Aluminato Tricálcico
C ₄ AF	Ferro-aluminato Tetracálcico
CaO	Óxido de cálcio
SiO ₂	Dióxido de Silício / Sílica
Al_2O_3	Óxido de Alumínio / Alumina
Fe ₂ O ₃	Óxido de Ferro
MgO	Óxido de Magnésio / Periclase
K ₂ O	Óxido de Potássio
Na ₂ O	Óxido de Sódio
SO ₃	Trióxido de Enxofre
CO ₂	Dióxido de Enxofre
Ca(OH) ₂	Hidróxido de Cálcio / Portlandita
СН	Hidróxido de Cálcio / Portlandita
CaCO ₃	Carbonato de Cálcio
C-A-S-H	Silicoaluminato de Cálcio Hidratado
C-S-H	Silicato de Cálcio Hidratado
TiO ₂	Óxido de Titânio
MnO	Óxido de Manganês
P_2O_5	Pentóxido de Difósforo
AFt	Grupo de Fases que apresenta fórmula geral
	$[Ca_3(Al,Fe)(OH)_6]X.xH_2O$
AFm	Grupo de Fases que apresenta fórmula geral
	$[Ca_2(Al,Fe)(OH)_6]X.xH_2O$
T_1, T_2, T_3	Polimorfos Triclínicos da Alita

M ₁ , M ₂ , M ₃	Polimorfos Monoclínicos da Alita		
R	Polimorfo Romboédrico da Alita		
$\gamma, \alpha, \alpha'_L, \alpha'_H, \beta$	Polimorfos da Belita		
f_c	Resistência à Compressão (MPa)		
Ι	Absorção de água por imersão (%)		
Ms	Massa Saturada (g)		
Md	Massa Seca (g)		
Mi	Massa Submersa		
e	Índice de vazios		
w/c	Water / cement ratio		
d	Distância Interplanar (Å)		
n	Número Inteiro		
λ	Comprimento de Onda (Å)		
θ	Ângulo de Difração de Bragg (°)		
$D_{\rm f}$	Degrees of Freedom		
SQ	Sum of Squares		
MS	Mean Square		
%	Porcentagem		
ml	Mililitro		
mg	Miligrama		
g	Grama		
kg	Quilograma		
μm	Micrômetro		
mm	Milímetros		
cm ³	Centímetros Cúbicos		
m²	Metros Quadrados		
m ³	Metros Cúbicos		
ton	Toneladas		
°C	Graus Celsius		
0	Graus		
MPa	Megapascal		
kV	Kilovolt		
S	Segundos		

· ·		
min	Minuto	
Å	Angstrom	
Rpm	Rotações por minuto	

RESUMO

SILVA, LORENA ARAÚJO. Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO, março de 2019. Adição de resíduo de polimento de pisos de concreto em matrizes cimentícias. Orientador: Bacus de Oliveira Nahime. Coorientador: Michell Macedo Alves.

No presente trabalho, buscou-se estudar o comportamento de matrizes cimentícias com adição de resíduo de polimento de pisos de concreto (RPPC). Este resíduo, que é inicialmente gerado na forma de lama, foi seco em estufa a 65°C até constância em massa para posterior realização de caracterizações físico-químicas. Para este estudo, adotou-se um programa experimental, no qual foram produzidas em laboratório pastas e argamassas com adição de 4%, 6%, 8%, 10% e 12% de RPPC (em relação a massa de cimento). As amostras de pastas foram utilizadas para análises termogravimétricas (TG), de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). As misturas de argamassas, por sua vez, foram caracterizadas nos estados fresco e endurecido, a partir da realização de ensaios de consistência, compressão direta, tração por compressão diametral e absorção de água por imersão. O RPPC também foi caracterizado quanto a sua composição química e morfologia, empregando-se a técnica de fluorescência de Raios X (FRX), MEV e TG. A determinação da composição química do RPPC por FRX identificou baixas concentrações de materiais silicosos e aluminosos na amostra, indicando que o resíduo não apresenta características pozolânicas. A elevada quantidade de óxido de cálcio (41%) presente na amostra confirma a ocorrência da carbonatação do RPPC, em virtude de reações químicas entre as fases hidratadas do concreto e o CO2 da atmosfera. Imagens de MEV identificaram a presença de calcita e aragonita nas pastas com adição de RPPC, os quais são polimorfos do carbonato de cálcio. A formação destes compostos na matriz cimentícia contribuem para a redução da absorção de água por imersão e melhoria do desempenho mecânico das misturas, uma vez que promovem o fechamento dos poros (efeito filler) e aceleram as taxas de hidratação dos componentes do cimento. Os padrões de DRX mostram que a incorporação de RPPC em matrizes cimentícias induz a formação de carbonaluminatos, como o hemicarbonato.

PALAVRAS-CHAVES: resíduo de pasta cimentícia; microestrutura de matrizes cimentícias; carbonato de cálcio; sustentabilidade.

ABSTRACT

SILVA, LORENA ARAÚJO. Instituto Federal Goiano – Campus Rio Verde – GO, March de 2019. Addition of concrete floor polishing residue in cementitious matrices. Adviser: Bacus de Oliveira Nahime. Co-adviser: Michell Macedo Alves.

In the present work, the cementitious matrices behavior incorporating concrete floor polishing waste (CPFW) was studied. The waste, that is initially generated as a sludge, was oven dried at 65°C until mass constancy for subsequent physical-chemical characterization. For this study, an experimental program was adopted. Pastes and mortars incorporating 4%, 6%, 8%, 10% and 12% (in relation to cement mass) of CFPW were produced and tested. Pastes samples were used for thermogravimetric (TG), scanning electron microscope (SEM) and X-Ray diffraction (XRD) analysis. Mortars mixtures were characterized at fresh and hardened states by flow table, compression and splitting tests, and immersion water absorption. CFPW was also characterized in terms of its chemical composition and morphology, using X-Ray Fluorescence (XRF) technique, SEM and TG. XRF of CFPW powder indicated siliceous and aluminous materials low concentrations in sample, indicating no pozzolanic activity of the waste. High concentration of calcium oxide (41%) in the sample confirmed the occurrence of CFPW carbonation, due to the chemical reactions of the hydrated phases with CO₂ in the atmosphere. SEM images identified calcite and aragonite presence in the pastes containing CFPW, which are calcium carbonate polymorphs. These compounds formation in the cementitious matrices contributes to the immersion water absorption reduction and improves the mechanical performance of mixtures, since they promote the pores filling (filler effect) and accelerate the hydration rates of cement compounds. XRD patterns showed that the CFPW incorporation in cementitious matrices induced the carboaluminates formation, as hemicarbonate.

KEYWORDS: cementitious hardened paste waste; cementitious matrices microstructure; calcium carbonate; sustainability.

1. INTRODUÇÃO

A construção civil destaca-se por ser um setor que emprega grandes quantidades de recursos naturais e também por gerar elevados índices de resíduos. Estima-se que a produção de resíduos de construção civil e demolição (RCD) no Brasil seja da ordem de 70 milhões de toneladas ao ano, indicando uma produção de aproximadamente 500 kg de resíduo por pessoa [1]. Em um panorama global, a geração de RCD's foi superior a 3 bilhões de toneladas ao ano em dados analisados até 2012, com perspectivas de crescimento para os anos seguintes [2].

Embora haja elevada heterogeneidade na composição dos RCD's, sabe-se que 85% dos resíduos são compostos por materiais cerâmicos (concreto, argamassa, elementos de alvenaria), os quais são relativamente inertes em condições ambientais [3]. No entanto, seus volumes e pesos elevados acarretam problemas relacionados à disposição final do material, uma vez que demandam grandes áreas para descarte. No Brasil, o gerenciamento destes resíduos é normalmente realizado de forma errônea, havendo numerosos depósitos clandestinos de RCD [4]. As práticas de despejo de RCD's em áreas urbanas, em cursos d'água, de incineração e de mistura com lixo doméstico são inadequadas e acarretam problemas econômico-financeiro para a administração pública [5, 1].

Em virtude dos impactos ambientais ocasionados pelo setor, o Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA) criou a resolução 307 em 2002, na qual estabelece diretrizes com o objetivo de minimizar os impactos ambientais gerados pela construção civil. Com esta resolução, os geradores de resíduos devem adotar práticas que visam a redução, reutilização, reciclagem, tratamento e disposição correta dos RCD's [6].

Em contrapartida aos problemas gerados, destaca-se o desenvolvimento de pesquisas na busca por soluções que minimizem os impactos ambientais gerados pelo

setor da construção civil. Tem-se constatado que a reinserção de materiais antes descartados no ciclo produtivo permite a redução da extração de novos recursos naturais e também a diminuição da quantidade de materiais destinados aos aterros sanitários. Uma outra prática importante consiste em buscar materiais alternativos que possam substituir outros que são comumente empregados, mas que geram grandes impactos ambientais na sua produção. Cita-se, como exemplo, a substituição do cimento Portland por resíduos pozolânicos.

Neste contexto, a construção civil apresenta potencialidade para absorver grande parte dos resíduos que produz e também de outros setores, como por exemplo, dos agroindustriais. Alguns materiais antes descartados já se mostraram eficientes para produção de materiais de construção, como a cinza do bagaço de cana de açúcar, cinza da casca de arroz, resíduos de pneus, dentre outros [7-9]. Os RCD's também têm sido amplamente estudados, sobretudo para emprego como agregados reciclados em substituição aos naturais [10, 11].

Os resíduos de concretos convencionais destacam-se por apresentar em sua composição o cimento Portland, que é um material aglomerante com boas características de desempenho mecânico e de durabilidade. No entanto, durante a produção deste material utiliza-se grandes quantidades de recursos naturais e há a emissão de grande volume de gás carbônico para a atmosfera. Desta forma, descartar resíduos que apresentam em sua composição o cimento Portland é inviável do ponto de vista ecológico e econômico.

Durante a produção de pisos de concreto, resíduos cimentícios são gerados, uma vez que no processo de polimento, discos abrasivos são utilizados para lixar a superfície do piso e garantir maior durabilidade e qualidade estética ao produto. Para evitar a suspensão do pó durante a lapidação, todo o processo é realizado na presença de água. Assim, o resíduo é gerado na forma de lama, constituída por água e resíduos do microconcreto utilizado na fabricação do piso.

Os pisos de concreto são empregados em locais de grande circulação de pessoas, devido a sua alta resistência superficial e durabilidade. Desta forma, são utilizados em shoppings centers, galpões industriais e universidades, locais esses que normalmente possuem áreas relativamente amplas. Com isso, os custos relacionados ao transporte para disposição final do resíduo da lapidação podem encarecer o processo produtivo, ressaltando a importância da busca por soluções que minimizem tais custos.

Estes resíduos contribuem para o agravamento dos problemas ambientais

decorrentes da elevada quantidade de RCD's gerados pelo setor, uma vez que os locais para disposição final de resíduos estão se tornando escassos. Ressalta-se ainda que, após a secagem da lama, o resíduo transforma-se em um pó fino de baixa massa específica, sendo facilmente carregado pelo ar, podendo contribuir com a contaminação atmosférica.

A importância de encontrar soluções para a destinação dos resíduos gerados nas atividades da construção civil e desenvolver o uso sustentável dos recursos naturais suscitou o desenvolvimento desta pesquisa. Neste trabalho, avalia-se a viabilidade da adição de resíduos do polimento de pisos de concreto (RPPC) em matrizes cimentícias, com o objetivo de reduzir o volume de entulhos gerados pelo setor da construção civil a partir da reutilização do material.

Para este estudo, foram realizados ensaios de caracterização da microestrutura de pastas de cimento Portland com adição de 4%, 6%, 8%, 10% e 12% de RPPC. Também foi analisado o desempenho mecânico de argamassas com adição do resíduo, a fim de avaliar a viabilidade técnica do emprego deste estudo.

1.1 Justificativa

Os pisos de concreto são soluções comumente empregadas em locais comerciais em que há elevada circulação de pessoas e veículos. No polimento destes pisos, estimase a geração de 9,5 kg de resíduo na forma de lama por m² de piso lapidado (Figura 1). Considerando que essas soluções são normalmente utilizadas em locais amplos, admitese que o montante de resíduo gerado seja expressivo, considerando a demanda de atividades de coleta, acondicionamento, transporte e disposição final.



Figura 1. Lama proveniente do polimento de pisos de concreto.

Com a secagem do material, a massa de resíduo reduz para a taxa de 4 kg de RPPC por m² de piso lapidado (Figura 2). No entanto, ainda assim justifica-se a realização deste estudo em virtude não apenas do montante de resíduo gerado, mas também pela busca por soluções que reduzam custos de atividades que não agregam valor ao produto final. No local onde foi realizada a coleta do resíduo para este estudo, foi feito o polimento de 4420 m² de piso de concreto, que gerou aproximadamente 42 ton de resíduo na forma de lama e 17,7 ton de resíduo na forma de pó.



Figura 2. Resíduo do polimento de pisos de concreto na forma de pó.

Com o agravamento dos problemas ambientais, a busca por soluções que minimizem a geração de resíduos se faz necessária. Uma alternativa viável consiste em reutilizar materiais antes descartados em outras aplicações. Desta forma, o resíduo, que seria destinado a aterros sanitários ou outros locais, é reconduzido para o ciclo produtivo, reduzindo a formação de entulhos.

Encontrar o destino adequado para reutilização destes resíduos ainda é um desafio, visto que o emprego dos mesmos não pode comprometer as características de desempenho que são requeridas dos materiais convencionalmente utilizados. Destaca-se, portanto, a importância da realização de pesquisas que estudem os materiais de sobras da construção civil e suas propriedades, promovendo melhor entendimento dos mesmos para outras possíveis aplicações.

1.2 Microestrutura de pastas cimentícias

No processo de produção do cimento Portland são utilizadas como matériasprimas básicas o carbonato de cálcio e as argilas. O carbonato de cálcio, normalmente obtido a partir da extração de calcários, é descarbonatado no processo produtivo, obtendose o óxido de cálcio. Já os materiais argilosos são empregados como fonte de sílica, alumina e óxido de ferro. Estes dois últimos agem como elementos fundentes, possibilitando a obtenção dos silicatos de cálcio a temperaturas mais baixas [12].

Estas matérias-primas ao serem calcinadas a temperatura de aproximadamente 1500°C formam o clínquer, que posteriormente é moído com a gipsita para formação do cimento Portland. Desta forma, as fases majoritárias do grão de cimento são: silicato tricálcico (alita), silicato bicálcico (belite), aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico [12], cujas fórmulas químicas e abreviações utilizadas na área da engenharia civil estão apresentadas na Tabela 1.

Tabera 1. Componentes do cinquer.					
Composto	Fórmula Química	Abreviação			
Silicato Tricálcico	3CaO.SiO ₂	C ₃ S			
Silicato Bicálcico	2CaO.SiO ₂	C_2S			
Aluminato Tricálcico	3CaO.Al ₂ O ₃	C ₃ A			
Ferroaluminato Tetracálcico	4CaO. Al ₂ O ₃ .Fe ₂ O ₃	C ₄ AF			

Tabela 1. Componentes do clinquer.

Além destas fases majoritárias, outras fases minoritárias também são encontradas no cimento Portland, como óxido de magnésio (MgO), cal livre (CaO) e outros álcalis (K₂O e Na₂O). A variação na concentração destes diferentes componentes e nas suas características físicas permitem a fabricação de diferentes tipos de cimento, adequados para aplicações distintas [13].

O cimento Portland de elevada resistência inicial, por exemplo, é produzido elevando-se a quantidade de alita e reduzindo a finura do grão de clínquer no processo de moagem [13]. De acordo com as especificações da ASTM C 150 [14], este cimento é denominado de cimento tipo III (*Type III cement / High early strength*). No Brasil, a Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) classifica este cimento como sendo do tipo V, em concordância com a NBR 16697 [15], apresentando resistências superiores a 34 MPa após 7 dias de cura.

1.2.1 Silicato Tricálcico

A fase cristalina do C₃S possui estrutura tetraédrica, sendo que o átomo de silício ocupa o centro desse tetraedro e os átomos de oxigênio, os vértices [12]; os quais são conectados ao poliedro de Ca-O [16]. Devido a distorções dessa estrutura, encontram-se

os seguintes polimorfos desta fase: triclínica (T_1 , T_2 , T_3), monoclínica (M_1 , M_2 , M_3) e romboédrica (R). O polimorfismo da alita é função da temperatura de estabilização, conforme ilustra Figura 3 [13]. O silicato tricálcico produzido em laboratório corresponde ao polimorfo T_1 [17]. Nos clínqueres, os polimorfos mais comuns são os M_1 e M_3 , devido a incorporação de íons externos [13].

$$T_1 \stackrel{620\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} T_2 \stackrel{920\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} T_3 \stackrel{980\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} M_1 \stackrel{990\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} M_2 \stackrel{1060\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} M_3 \stackrel{1070\ {}^{\circ}C}{\longleftrightarrow} R$$

Figura 3. Polimorfismo do silicato tricálcico.

As principais diferenças entre os polimorfos M_1 e M_3 está em suas orientações ópticas e birrefringência [18]. A birrefringência é uma propriedade dos materiais que possuem índices de refração que variam de acordo com a direção analisada [19]. M_3 apresenta birrefringência duas vezes maior que M_1 [20].

Maki e Goto [21] observaram que misturas de clínquer com maiores concentrações de MgO levam a formação do polimorfo M_3 e misturas com maiores concentrações de trióxido de enxofre (SO₃) induzem a formação do polimorfo M_1 . No entanto, como a temperatura de produção do clínquer apresenta influência significativa na formação dos polimorfos, pode-se obter a formação do M_3 em misturas com baixa concentração de MgO, elevando-se a temperatura de queima (1600°C).

Estudos realizados por Courtial *et al* [22] mostraram que a identificação da natureza dos polimorfos da alita presentes no clínquer pode ser realizada a partir de análises de padrões de difração. Segundo os autores, nos ângulos de difração entre $31,5^{\circ}$ - $33,5^{\circ}$ e $36,0^{\circ}$ - 38° C, tem-se picos característicos que permitem a diferenciação dos polimorfos M₁, M₂ e M₃, conforme Figura 4. Observa-se que, em ambos os intervalos de difração, os picos do polimorfo M₃ encontram-se deslocados para a direita em relação aos picos de difração dos demais polimorfos.



Figura 4. Picos de difração dos polimorfos M1, M2 e M3 [22].

Picos característicos que permitem a identificação dos polimorfos da alita também são encontrados na faixa de difração entre 51° - 52° [18]. Conforme Figura 5, neste intervalo, o polimorfo M_1 apresenta em seu padrão de difração picos duplicados, enquanto M_3 possui pico único.



Figura 5. Picos de difração dos polimorfos M1 e M3 [18].

Os arranjos irregulares do oxigênio em torno do cálcio na estrutura do C_3S geram vazios estruturais, que justificam a elevada reatividade da alita [12]. A taxa de reação do C_3S pode ser modificada a partir de alterações nos parâmetros cristalinos do material e também pela dissolução de substâncias químicas na composição da mistura. A dissolução de cloretos acelera as reações de hidratação da alita; enquanto fosfatos, boratos e sais geram retardo. O carbonato de cálcio, por sua vez, quando é finamente dispersado na água de amassamento aumenta a reatividade desta fase [17].

Quanto a reatividade dos polimorfos M_1 e M_3 , Morales [23] constatou que a fase M_1 possui maiores defeitos estruturais que M_3 , sendo portando de maior reatividade. Stanek e Sulovsky [20] estudaram a influência da presença dos polimorfos M_1 e M_3 na resistência do cimento Portland. A estabilização dos polimorfos foram realizados alterando-se as concentrações de MgO e SO₃ na produção do clínquer. Além de confirmarem a grande influência da quantidade destes compostos na modificação dos polimorfismos da alita, os autores observaram melhores desempenhos mecânicos nas pastas em que houve a transformação do polimorfo M_3 para M_1 .

1.2.2 Silicato Bicálcico

O clínquer é normalmente constituído por 15% - 30% de silicato bicálcico [24]. Esta fase possui cinco polimorfos, sendo que apenas o tipo γ é estável a temperatura ambiente. Os demais polimorfos, denominados de α (hexagonal), α'_L (ortorrômbica), α'_H (ortorrômbica) e β (monoclínica), são estáveis apenas a temperaturas elevadas [25, 13]. A Figura 6 apresenta as estabilizações dos polimorfos do silicato bicálcico em função da temperatura. Dentre os polimorfos de C₂S apresentados, os α são os mais reativos, os β apresentam baixa reatividade e os γ são praticamente inertes [16].

$$\alpha \overset{1425^{\varrho}C}{\longleftrightarrow} \alpha'_{H} \overset{1160^{\varrho}C}{\longleftrightarrow} \alpha'_{L} \overset{630-680^{\varrho}C}{\longleftrightarrow} \beta \overset{<500^{\varrho}C}{\longleftrightarrow} \gamma$$

Figura 6. Polimorfismo do silicato bicálcico.

O beta-silicato de cálcio (β - C₂S) é a belita mais comumente encontrada em clínqueres. Essa estrutura, apesar de também apresentar irregularidade, possui menores vazios estruturais que a alita, sendo, portanto, de menor reatividade [12]. Desta forma, cimentos que apresentam maiores concentrações de belita, apresentam menores de taxas de reação e, portanto, menores ganhos de resistência em pequenas idades [26].

No entanto, quando comparado ao C₃S, o C₂S requer temperaturas menores de calcinação, possibilitando a redução da temperatura de síntese do cimento Portland quando adicionado em elevadas quantidades [26]. Além disso, as matrizes cimentícias produzidas com cimento ricos em belita apresentam maior durabilidade que àquelas produzidas com cimento Portland convencional.

1.2.3 Aluminato Tricálcico

O aluminato tricálcico corresponde a aproximadamente 10% do clínquer [27]. Esta fase não possui polimorfismo na sua forma pura [13]. No entanto, a presença de íons externos possibilita a formação de polimorfos com forma cúbica, ortorrômbica e monoclínica, estando a reatividade das mesmas relacionada a quantidade e tipos de íons presentes [17]. Normalmente apresenta sua estrutura química modificada pela substituição dos átomos de alumínio e cálcio por Na⁺, Si⁺⁴, Fe⁺³, Mg⁺² ou K⁺ [27].

Dentre as fases majoritárias presentes no clínquer, esta é a de maior reatividade. Segundo Mondal e Jeffery [28], tal comportamento pode ser justificado pela presença de energia potencial armazenada na estrutura do C₃A, resultante da distorção do arranjo octaédrico dos átomos de oxigênio e da ocorrência de ligações curtas de Ca-O. Esta energia auxilia no desmembramento da estrutura, quando esta entra em contato com a água.

1.2.4 Ferroaluminato Tricálcico

O ferroaluminato tetracálcico corresponde a 10% - 12% do clínquer. Esta fase de baixa reatividade apresenta pouca influência no comportamento mecânico de matrizes cimentícias, favorecendo principalmente a resistência química. É este composto que confere a coloração acinzentada ao cimento, estando praticamente ausente no cimento branco [29].

1.2.5 Produtos da Hidratação do Cimento Portland

O aluminato tricálcico, apesar de representar uma pequena fração do clínquer (10%), pode levar a pega instantânea do cimento, quando este entra em contato com a água. O processo de pega caracteriza-se pela perda de trabalhabilidade da mistura, havendo a solidificação do material. Nestes casos, o C_3A reage com a água formando fases hidratadas de aluminato de cálcio [30, 31].

Com o objetivo de manter a trabalhabilidade das misturas cimentícias por períodos maiores de tempo, adiciona-se no processo de moagem do clínquer uma pequena porcentagem de gesso, a fim de promover o retardo das reações de hidratação do aluminato tricálcico. Na presença de água, os álcalis e a gipsita presentes na mistura entram em solução rapidamente, formando precipitados de trissulfoaluminato de cálcio hidratado (etringita) e monossulfoaluminato de cálcio hidratado [12].

A morfologia deste material está apresentada na Figura 7. A etringita apresenta estrutura trigonal e pertence ao grupo das fases AFt. Imagens microscópicas indicam que sua morfologia corresponde a cristais de agulhas finas, que são formadas em função da disposição de espaços livres para precipitação. Já o monosulfato apresenta estrutura de plaqueta hexagonal, pertencente ao grupo das fases AFm [17].

Com a formação destes compósitos, tem-se a redução da taxa de reações de hidratação. O entendimento de tal comportamento ainda não é totalmente comprovado, destacando-se duas hipóteses principais: (1) a formação dos compostos hidratados nos primeiros instantes formam barreira na superfície do grão de cimento, que isolam a região não hidratada; (2) o consumo dos íons de sulfato e cálcio desaceleram a taxa de reação [30, 31].

Após o consumo dos sulfatos, ocorre nova hidratação do C_3A . Os cristais de etringita tornam-se instáveis e convertem-se para a fase de monossulfato, que é a fase final da hidratação dos aluminatos, conhecida como fase C-A-S-H (silico-aluminato de

cálcio hidratado) [12]. Segundo Taylor, Famy e Scrivener [32], a etringita pode permanecer nas matrizes cimentícias por vários anos. Estudos realizados por Lothenbach *et al* [33] demonstraram que a adição de carbonato de cálcio (CaCO₃) estabilizam a etringita, promovendo o aumento de concentração desta fase.



Figura 7. Morfologia da etringita e do monosulfato [12].

As reações de hidratação da fase C₄AF são semelhantes à fase C₃A. No entanto, há alterações nas taxas de reação, uma vez que C₄AF é menos reativa [17].

As fases de silicatos hidratam-se e formam compostos com estruturas semelhantes, que são denominadas de fase C-S-H (silicato de cálcio hidratado), a qual é pouco cristalina e com características de gel rígido (gel de tobermorita) [12]. De acordo com modelo proposto por Taylor, a estrutura desta fase assemelha-se com a combinação das estruturas da tobermorita e da jennite distorcidas. Imagens de alta resolução indicam que o C-S-H possui morfologia tipo folha em períodos iniciais da hidratação (Figura 8) e característica compacta em idades avançadas [17].

Estudos realizados por Ciach e Swenson [34] indicaram que nas primeiras idades (3 - 7 dias) os produtos de hidratação dos silicatos assemelham-se a partículas fibrosas, as quais normalmente são descritas na literatura como morfologia tipo folha (*foil-like*). Essa característica tende a se alterar com a progressão da hidratação das fases de silicato. Entre 7 e 28 dias, produtos da hidratação com características tabulares e estriadas recobrem as partículas com morfologia tipo folha e, com 2 meses de hidratação, as fases estriadas formadas tornam-se mais compactas.



Figura 8. Morfologia da fase C-S-H [35].

Cerca de 70% das reações do silicato tricálcico ocorrem até 28 dias de cura e aproximadamente 100% das reações ocorre em 1 ano. Já o silicato bicálcico, que é de menor reatividade, possui menor contribuição para a resistência aos 28 dias, já que apenas 30% de suas reações aconteceram neste período [13], conforme Figura 9. A fase C-S-H é a que mais influencia as propriedades mecânicas de matrizes cimentícias, representando de 50% - 60% do volume de sólidos da pasta [12].

Além dos silicatos hidratados, as reações do C_2S e do C_3S com a água formam o hidróxido de cálcio (Ca(OH)₂; CH) [12]. No entanto, a quantidade de CH produzida nas reações da belita são significativamente menores que na hidratação da alita [17]. Desta forma, cimentos com alta proporção de belita conferem maiores resistências mecânicas finais e durabilidade em ambientes ácidos e sulfatados que cimentos com alta concentração de alita. No entanto, como o C_3S reage mais rapidamente que o C_2S , a primeira contribui majoritariamente para a resistência inicial da pasta de cimento [12].



Figura 9. Contribuição das fases do clínquer para a resistência de matrizes cimentícias [17].

O hidróxido de cálcio normalmente precipita-se na forma de cristais de portlandita, os quais apresentam estrutura hexagonal [12]. Esta fase apresenta pouca influência no desempenho mecânico de matrizes cimentícias. No entanto, é a fase mais solúvel, que, na presença de água, é lixiviada. Com isso, a durabilidade do material cimentício fica comprometida pelo aumento da porosidade [36]. A Figura 10 apresenta a morfologia das fases C-S-H, CH e da etringita.



Figura 10. Morfologia das fases C-S-H, CH e da etringita. [35].

As fases hidratadas do cimento Portland estão sujeitas a carbonatação [37]. Neste processo, o CO_2 da atmosfera penetra por difusão na matriz cimentícia e, na presença de umidade, forma o ácido carbônico, o qual reage com os componentes da pasta, formando carbonato de cálcio (CaCO₃) [38].

Estudos realizados por Thiery *et al* [39] mostraram que a princípio a fase de hidróxido de cálcio está mais susceptível a carbonatação, reagindo mais rapidamente que a fase C-S-H. No entanto, a formação de uma camada de CaCO₃ na superfície das partículas de CH, reduzem a taxa de carbonatação desta fase.

O carbonato de cálcio precipita-se na matriz cimentícia na forma de aragonita, vaterita ou calcita, as quais são cristalinas. A calcita é a fase mais estável; enquanto a aragonita e a vaterita são fases metaestáveis [40]. Se durante as reações de carbonatação predominar fatores cinéticos, há a precipitação dos polimorfos da aragonita e da vaterita, as quais naturalmente se transformam posteriormente em calcita. Se houver a predominância de fatores termodinâmicos, há a formação direta da calcita [37].

Em análises microscópicas, a identificação dos polimorfos do CaCO₃ pode ser realizada a partir da análise da morfologia dos cristais. A vaterita caracteriza-se por apresentar cristais no formato esférico (Figura 11a); cristais na forma de bastão são



característicos da aragonita (Figura 11b) e cristais cúbicos da calcita (Figura 11c) [41].

Figura 11. Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (A) vaterita; (B) aragonita; (C) calcita [40].

A carbonatação das fases hidratadas do cimento Portland altera a microestrutura das pastas cimentícias. A precipitação dos produtos da carbonatação promove a redução do volume de poros, visto que os polimorfos do carbonato de cálcio apresentam volumes superiores aos das fases de compostos hidratados do cimento. A vaterita é o polimorfo que contribui de forma majoritária para esse fechamento dos poros, visto que apresenta maior variação de volume (Tabela 2) [37, 42]. Com a redução da porosidade das matrizes cimentícias, tem-se a redução da permeabilidade e a melhoria do comportamento mecânico das pastas.

rubbla 2.110phedades dos politionos do carbonado de calero [57].						
Mineral	Densidade (g/cm ³)	Volume molar (cm ³)	Forma do Cristal	ΔV (%)		
Portlandita	2,23	33,20	Laminar	-		
Calcita	2,71	36,93	Prismático	11,2		
Aragonita	2,93	34,16	Fibroso	2,9		
Vaterita	2,54	39,40	Esférico	18,7		

Tabela 2. Propriedades dos polimorfos do carbonato de cálcio [37].

1.3 Cinética da hidratação do cimento Portland

A cinética da hidratação do cimento Portland pode ser analisada a partir da taxa liberação de calor ao longo do tempo, uma vez que as reações de hidratação do cimento são exotérmicas. A Figura 12 apresenta os estágios de evolução das reações de hidratação do cimento, as quais são descritas a seguir, conforme Lea [17], Taylor [13] e Andrade [43].



Inicialmente, tem-se a fase de pré-indução (Fase I), na qual uma pequena porcentagem de C_3S e C_2S reagem com água, formando uma camada de C-S-H na superfície do grão de cimento. Os aluminatos reagem com os sulfatos, havendo a precipitação de agulhas de etringita também na superfície do grão. Neste estágio inicial, há elevada liberação de calor pela formação das fases hidratadas.

Em seguida, tem-se a redução da taxa de reação de hidratação, iniciando-se o período de dormência (Fase II), que ocorre pelo recobrimento da superfície do grão do cimento por partículas hidratadas, as quais atuam como barreira para a hidratação do cimento anidro e/ou devido ao consumo dos sulfatos. A finalização do período de indução está associada principalmente a nucleação da fase C-S-H.

A terceira fase corresponde ao estágio de aceleração das reações, em que a taxa de hidratação da alita aumenta substancialmente, sendo as reações controladas por nucleação e crescimento. Neste período, ocorre alteração nas características físicas da mistura, uma vez que neste estágio tem-se a pega inicial e final da pasta.

Em seguida, devido a diminuição da quantidade de materiais não reagidos, temse a desaceleração das reações (quarta fase). A fase C-S-H continua a ser formada, sobretudo devido as reações de hidratação do C₂S, cuja contribuição aumenta ao longo tempo.

Na quinta fase, observa-se um pequeno pico de liberação de calor relacionado a formação do monossulfato a partir da conversão de etringita em monossulfato ou pela hidratação da ferrita.

As Figuras 13a e 13b mostram, respectivamente, as taxas de hidratação das fases majoritárias do clínquer e as taxas de formação das fases hidratadas, permitindo a visualização da contribuição de cada fase anidra na formação das fases hidratadas. Após o período de dormência, em que as reações de hidratação ocorrem lentamente, observase que a formação do C-S-H e CH ocorre sobretudo devido as reações da alita, a qual é majoritariamente consumida até os 28 dias de cura. Já a belita, apesar de também formar silicatos hidratados e portlandita, hidrata-se mais lentamente, contribuindo de forma mais lenta para o crescimento destas fases.



Figura 13. Cinética da hidratação do cimento Portland. [17].

1.4 Paralisação da hidratação do cimento Portland para procedimentos experimentais

O estudo do progresso da hidratação em pastas cimentícias é realizado a partir de análises quantitativas e qualitativas dos produtos de hidratação formados e/ou dos compostos de clínquer não hidratados em função do tempo. Para isso, normalmente empregam-se técnicas para paralisação da hidratação em períodos pré-determinados de análise (7 dias, 14 dias e 28 dias), a fim de se coletar parâmetros que permitam o estudo do processo de formação das fases de hidratação.

Dentre os processos de paralisação utilizados, o processo de eliminação da água livre da pasta a partir da substituição da água por um solvente destaca-se pela sua facilidade de execução e por melhor preservar os compostos hidratados da matriz cimentícia. Neste caso, as amostras de pastas são umedecidas ou trituradas com o solvente (acetona ou isoprapanol), sendo este posteriormente removido por aquecimento controlado [17].

Apesar de este ser o processo de paralisação que melhor preserva as características da microestrutura das pastas, estudos realizados por Zhang e Scherer [44] mostraram que alguns solventes orgânicos, como a acetona, não são totalmente removidos com aquecimento e que água ligada quimicamente a alguns produtos hidratados pode também ser removida durante o processo. Os autores observaram que a etringita é a fase mais suscetível ao processo de decomposição quando se aplica esta técnica.

1.4 Referências

[1]. CONTRERAS, M.; TEIXEIRA, S. R.; LUCAS, M. C.; LIMA, L. C. N.; CARDOSO, D. S. L.; da SILVA, G. A. C., GREGÓRIO, G. C.; de SOUZA, A. E.; dos SANTOS, A. **Recycling of construction and demolition waste for producing new construction material (Brasil case-study).** Construction and Building Material, v. 123, p. 594-600, 2016. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.07.044

[2]. AKHTAR, A.; SARMAH, A. K. Construction and demolition waste generation and properties of recycled aggregate concrete: a global perspective. Journal of Cleaner Production. v. 186, p. 262 – 281, 2018. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.03.085

[3]. GÁLVEZ-MARTOS, J. L.; STYLES, D.; SCHOENBERGER, H.; ZESCHMAR-LAHL, B. **Construction and demolition waste best management pratice in Europe.** Resources, Conservation and Recycling, v. 136, p. 166 – 178, 2018. https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2018.04.016

[4]. OLIVEIRA, M. L. S.; IZQUIERDO, M.; QUEROL, X.; LIEBERMAN, R. N.; SAIKIA, B. K.; SILVA, L. F. O. **Nanoparticles from construction wastes: a problem to health and the environment.** Journal of Cleaner Production, v. 219, p. 236 – 243, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.02.096

[5]. KLEPA, R. B.; MEDEIROS, M. F.; FRANCO, M. A. C.; TAMBERG, E. T.; FARIAS, T. M. de B. F.; PASCHOALIN FILHO, J. A.; BERSSANETI, F. T.; SANTANA, J. C. C. Reuse of construction waste to produce thermoluminescent sensor for use in highway traffic control. Journal of Cleaner Production, v. 209, p. 250 – 258, 2019. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.225

[6] CONAMA. **Resolução nº 307 de 5 de julho de 2002**. Brasil: Diário Oficial da União nº136. p. 95 – 96.

[7]. CASTALDELLI, V. N.; AKASAKI, J. L.; MELGES, J. L. P.; TASHIMA, M. M.; SORIANO, L.; BORRACHERO, M. V.; MONZÓ, J.; PAYÁ, J. **Use of slag / sugar cane bagasse ash (SCBA) blends in the production of alkali-activated materials.** Materials, v. 6 (8), p. 3108 – 3127, 2013. https://doi.org/10.3390/ma6083108

[8]. FAZZAN, J. V.; PEREIRA, A. M.; AKASAKI, J. L. Estudo da viabilidade de utilização do resíduo de borracha de pneu em concretos estruturais. **Periódico Eletrônico Fórum Ambiental da Alta Paulista**. Brasil, v.12, n. 6, p. 118 – 132, 2016. http://dx.doi.org/10.17271/1980082712620161484

[9] MORAES, M. J. B.; FILHO, F. F. F.; AKASAKI, J. L. Estudo comparativo de quatro materiais pozolânicos para utilização em construções sustentáveis. Revista Científica ANAP Brasil. Brasil, v9, n. 15, p. 51- 67, 2016. http://dx.doi.org/10.17271/1984324091520161434

[10]. NEPOMUCENO, M. C. S.; ISIDORO, R. A. S.; CATARINO, J. P. G. Mechanical performance evaluation of concrete made with recycled ceramic coarse aggregates from industrial brick waste. Construction and Building Material, v. 165, p. 284 – 294, 2018. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.01.052

[11]. KESHAVARZ, Z.; MOSTOFINEJAD, D. **Porcelain and red ceramic wastes used as replacements for coarse aggregate in concrete.** Construction and Building Materials, v. 195, p. 218 – 230, 2019. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.11.033

[12]. MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto: microestrutura, propriedades e materiais. 2^a Ed. São Paulo: IBRACON, 2014. 782 p.

[13]. TAYLOR, H. F. W. Cement and Chemistry. 2^a Ed. Londres: THOMAS TELFORD, 1997. 459 p.

[14]. ASTM C150 / C150M, Standard Test Method for Portland Cement, 2018, Annual Book of ASTM Standards, Pennsylvania, USA.

[15]. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16697**: Cimento Portland – Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

[16]. LUDWIG, H.-M.; ZHANG, W. **Research review of cement clinker chemistry**. Cement and Concrete Research, v. 78, p. 24 – 37, 2015. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2015.05.018

[17]. ODLER, I. Hydration, setting and hardening of Portland cement. In: HEWLETT, P. C. Lea's chemistry of cement and concrete. Londres: ARNOLD, 1998, p. 241 – 297.
[18]. MAKI, I.; KATO, K. **Phase identification of alite in Portland cement clinker.** Cement and Concrete Research, v. 12, p. 93 – 100, 1982. https://doi.org/10.1016/0008-8846(82)90103-X

[19]. MITCHELL, B. S. An introduction to materials engineering and science: for chemical and materials engineers. 1st Ed. New Jersey: Wiley-Interscience, 2003, 954 p.

[20]. STANEK, T.; SULOVSKY, P. The influence of the alite polymorphism on the strength of the Portland cement. Concrete Research, v. 32, p. 1169 – 1175, 2002. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(02)00756-1

[21]. MAKI, I.; GOTO, K. Factor influencing the phase constitution of alite in **Portland cement.** Cement and Concrete Research, v. 12, p. 301 – 308, 1982. https://doi.org/10.1016/0008-8846(82)90078-3

[22]. COURTIAL, M.; de NOIRFONTAINE, M.-N.; DUNSTETTER, F.; GASECKI, G.; SIGNER-FREHEL, M. **Polymorphism of tricalcium silicate in Portland cement:** a fast visual identification of structure and superstructure. Powder Diffraction, v. 18 (1), p. 7 – 15, 2003. https://doi.org/10.1154/1.1523079

[23]. MORALES, E. V.; ALMONACID, C. G.; JARAMILLO, A. S. Valoración de la textura de las alitas em clinkers para el cemento Portland por DRX y la teoria clássica de la nucleación. Cemento Hormigón, v. 785, p. 596 – 605, 1998.

[24]. THOMAS, J. J.; GHAZIZADEH, S.; MASOERO, E. Kinetic mechanisms and activation energies for hydration of standard and highly reactive forms of β -dicalcium silicate (C₂S). Cement and Concrete Research, v. 100, p. 322 – 328, 2017. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.06.001

[25]. CHATTERJEE, A. K. **High belite cements - present status and future** technological option: part I. Cement and Concrete Research, v. 26, p. 1213 – 1225, 1996. https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00099-3

[26]. ÁVALOS-RENDÓN, T. L.; CHELALA, E. A.P.; ESCOBEDO, C. J. M.; FIGUEROA, I. A.; LARA, V. H. PALACIOS-ROMERO, L. M. Synthesis of belite cements at low temperature from sílica fume and natural commercial zeolite. Materials Science and Engineering B. v. 229, p. 79 – 85, 2018. https://doi.org/10.1016/j.mseb.2017.12.020

[27]. MANZANO, H.; DOLADO, J. S.; AYUELA, A. **Structural, mechanical, and reactivity properties of tricalcium aluminate using first-principles calculations.** Journal of the American Ceramic Society, v. 92 (4), p.897 – 902, 2009. https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.02963.x

[28]. MONDAL, P.; JEFFERY, J. W. **The crystal structure of tricalcium aluminate, Ca₃Al₂O₆.** Acta Crystallography B, v. 31, p. 689 – 697, 1975. https://doi.org/10.1107/S0567740875003639

[29]. GOBBO, L. A. **Os compostos do clinquer Portland: sua caracterização por difração de raios X e quantificação por refinamento de Rietveld**. 2003. 157 p. Dissertação (Mestrado em Recursos Minerais e hidrogeologia) – Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.

[30]. QUENNOZ, A.; SCRIVENER, K. L. Hydration of C_3A – gypsum systems. Cement and Concrete Research. v. 42 (7), p. 1032 – 1041, 2012. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2012.04.005

[31]. JOSEPH, S.; SKIBSTED, J.; CIZER, O. A quantitative study of the C₃A hydration. Cement and Concrete Research. v. 115, p. 145 – 159, 2019. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.10.017

[32]. TAYLOR, H. F. W.; FAMY, C.; SCRIVENER, K. L. **Delayed ettringite formation.** Cement and Concrete Research. v. 31 (5), p. 683 – 693, 2001. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(01)00466-5

[33]. LOTHENBACH, B.; LE SAOUT, G.; GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. Cement and Concrete Research. v. 38, p. 848 – 860, 2008. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.01.002

[34]. CIACH, T. D.; SWENSON, E. G. Morphology and microstructure of hydration of Portland cement and its constituents II. Changes in hydration of calcium silicates alone and in the presence of triethanolamine and calcium lignosulphonate, both with and without gypsium. Cement and Concrete Research, v. 1, p. 159 – 176, 1971. https://doi.org/10.1016/0008-8846(71)90066-4

[35]. CEMENTLAB. Hydrated cement paste (online). http://www.cementlab.com/cement-art.htm. Acesso em: 15 dez. 2018.

[36]. CARDE, C.; FRANÇOIS, R.; TORRENTI, J.-M. Leaching of both calcium hydroxide and C-S-H from cement paste: modeling the mechanical behavior. Cement and Concrete Research, v. 26 (8), p. 1257 – 1268, 1996. https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00095-6

[37]. SAJIVA, B.; LUKOVIC, M. Carbonation of cement paste: understanding, challenges, and opportunities. Construction and Building Materials, v. 117, p. 285 – 301, 2016. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.04.138

[38]. NEVILLE, A. M. **Tecnologia do Concreto**. 2^a Ed. Porto Alegre: Bookman, 2013. 472 f.

[39]. THIERY, M.; VILLAIN, G.; DANGLA, P.; PLATRET, G. Investigation of the carbonation front shape on cementitious materials: effects of the chemical kinetics. Cement and Concrete Research, v. 37, p. 1047 – 1058, 2007. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.04.002

[40]. SINGH, M.; KUMAR, S. V.; WAGHMARE, S. A.; SABALE, P. D. Aragonite-vaterite-calcite: polymorphs of CaCO₃ in 7th century CE lime plasters of Alampur group of temples, India. Construction and Building Materials, v. 112, p. 386 – 397, 2016. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.02.191

[41]. NAN, Z.; CHEN, X.; YANG, Q.; WANG, X.; SHI, Z.; HOU, W. Structure transition from aragonite to vaterite and calcite by the assistance of SDBS. Journal of Colloid and Interface Science. v. 325, p. 331 -336, 2008. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2008.05.045

[42]. ASHRAF, W. Carbonation of cement-based materials: challenges and opportunities. Construction and Building Materials, v. 120, p. 558 – 570, 2016. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.05.080

[43]. ANDRADE, L. B. Análise da influência da substituição do agregado miúdo natural por materiais granulares porosos residuais na fase plástica de concretos. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Pós Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

[44]. ZHANG, J.; SCHERER, G. W. Comparison of methods for arresting hydration of cement. Cement and Concrete Composites, v. 41 (10), p. 1024 – 1036, 2011. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2011.06.003

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Estudar o comportamento de matrizes cimentícias com adição de resíduo de polimento de pisos de concreto.

2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar o resíduo do polimento de pisos de concreto quanto à sua composição química e morfologia;
- Avaliar a influência da adição de resíduo de polimento de pisos de concreto nas propriedades físicas e mecânicas de matrizes cimentícias;
- Identificar as fases presentes nas de pastas cimentícias com adição de resíduo de polimento de pisos de concreto a partir do emprego da técnica de difração de raios X.

3. CAPÍTULO I

(Normas de acordo com a Revista Construction and Building Materials)

Performance of cementitious matrices incorporating concrete floor polishing waste

ABSTRACT

Concrete floor polishing process produces large amount of sludge waste, which generates environmental impacts and additional costs to the constructor. This work aims to evaluate the reuse feasibility of concrete floor polishing waste (CFPW) in cementitious matrices. Mortars and pastes with CFPW additions were produced and analyzed through microstructural characterizations, thermal analysis and physical and mechanical tests. CFPW increased the compressive strength and reduced the voids index of the mortars, due to filler effect. TG curves and SEM images showed an increase of calcite content, which leads to a higher compact surface of pastes.

Keywords: Concrete polishing waste, cement composites, sustainability, microstructural characterization.

3.1 Introduction

Civilizations' evolution has always been associated to the knowledge and mastery of new materials domain. In the nineteenth century, concrete discovery represented a great advance in the infrastructure development, considering that it allowed the construction of durable and resistant edifications [1]. It is estimated that the current concrete consumption is around 19 billion metric tons per year [2], which represents a consumption of more than 2 m³ of concrete per person.

The concrete high applicability in comparison to other materials of structural use (wood and steel) can be justified due to its good performance when exposed to water, easy moldability, low cost and good availability [2]. This material is commonly used for structural elements production, such as beams, columns and slabs; and in the artifacts manufacture, such as masonry blocks, paving blocks, curbs, posts, floors and other applications.

Concrete floors are often used in places that receive resulting loads from people and vehicles circulation and materials storage, as malls, sheds and airports. These floors have abrasion and impact resistance that are necessary to maintain the durability of horizontal subsystems when they are exposed to high traffic loads and chemical agents [3].

The microconcrete used as floor covering is commonly produced by the mixture of Portland cement and aggregates of any mineralogical nature, which determine the finishing condition. This material is commonly produced in mechanical mixtures and applied in loco. After the initial resistance gain, the floor is polished manually or using polishing machines. This process is an important finishing step, as it provides light reflective characteristics to the floor, what improve its esthetics quality [4].

The concrete floor polishing process produces large amount of sludge waste, which leads to additional costs to the constructor, since it must be collected and transported to disposal sites. It is estimated that an amount of 9.5 kg of sludge is produced during the polishing of 1 m² of concrete floor. The concrete floor polishing waste (CFPW) is classified as a civil construction waste from construction and reform stages.

After drying, the sludge produced during the concrete floors polishing process turns into a fine powder, which can be harmful to human being health, due to the air pollution increase when this waste is disposed in landfills. Considering that the concrete floor polishing of 1 m² generates approximately 4 kg of CFPW, it confirms the importance of seeking for alternatives that mitigates the environmental impacts generated in this activity.

The sludge disposal contributes to the significant indices of civil construction waste production. In Europe, this sector is responsible for production of 46% of the total waste generated in the continent [5]. In Brazil, the construction civil industry produces approximately 59% of the urban solid waste [6].

Many researches have been analyzing the feasibility of reusing waste in new materials production, in order to reinsert in the productive cycle materials that were previously discarded. This alternative enables the reduction of natural resources extraction and waste generation.

Rashi *et al* (2017) studied the use of ceramic wastes in substitution of natural coarse aggregates in the concretes production. The authors evaluated the mixtures properties in the fresh and hardened state. They also analyzed the substitution percentages that promoted higher environmental benefits. The substitution of natural by recycled aggregates (10%, 20% and 30%) led to a reduction in the raw materials consumption, CO_2 emissions decrease during the production stage and in an increase in mixtures compressive strength [7].

Subasi, Ozturk and Emiroglu (2017) studied the feasibility of using ceramic waste powder in substitution of Portland cement in the production of self-consolidation concretes. The authors observed that substitutions of 5%, 10%, 15% and 20% improved the flowability and passing ability of mixtures. However, they recommend the application of 5%, 10% and 15% substitutions, as high percentages lead to the reduction of concrete performance at hardened states [8].

Sharma *et al* (2017) investigated the concrete mixtures performance produced with granite polishing waste. It was performed experimental tests with mixtures containing partial substitutions (10%, 20%, 30% and 40%) of the natural aggregate by recycled. It was observed that recycled aggregates use improved the mixtures workability and reduced the concretes samples porosity in the hardened state. However, substitutions of 20% and 40% were not feasible for structural use, as it was noticed a reduction in mixtures mechanical performance [9].

Mashlay, Shalaby and Rashwan (2018) studied the feasibility of using granite sludge in cement substitution (10%, 20%, 30% and 40%) in mortars and concrete blocks production. The authors observed that the sludge addition reduced the cementitious matrices workability, requiring a greater amount of water to maintain the workability. Among the percentages analyzed, the mixture containing 20% of sludge presented better mechanical performance and lower water absorption rate in both mortars and concretes mixtures [10].

Although many researches have been investigating the feasibility of reusing sludge waste from ornamental activities and ceramic waste from civil construction industry, there are not studies available in literature focusing in studying the concrete floor polishing waste reuse. The theme relevance, especially in a society increasingly concerned with sustainability, represents even more the necessity to approach the search of solutions for wastes reuse that are produced in different economic sectors. In this context, this work aims to evaluate the feasibility of concrete floor polishing waste reuse in cementitious matrices. For this purpose, pastes and mortars with additions of 4%, 6%, 8%, 10% and 12% of CFPW (in relation of cement weight) were analyzed through microstructural characterizations and physical and mechanical tests.

3.2 Material and Methods

3.2.1 Materials

3.2.1.1 Concrete Floor Polishing Waste

CFPW was obtained during the polishing process of a shed concrete floor, which was being constructed in Rio Verde City (Goiás). For concrete floor production, the construction workers produced a microconcrete with a 1:2:0.42 cement-aggregate-water ratio. High early strength Portland cement (Type III) and limestone aggregates of size between 2.36 mm and 4.75 mm were used. A mechanical machine with progressively finer grits of diamond was used in the polishing process. In order to avoid inhalation of produced powder, the workers sprayed water on floor, generating sludge waste.

The sludge produced was collected and stored in closed containers at room temperature in the Materials Laboratory of Rio Verde University (UniRV). The material was dried at 65 ± 5 °C until mass constancy. The dried sludge was milled using mortar and pestles apparatus in order to disaggregate clods. A finer material was obtained sieving the waste in a #150 mesh. The specific surface (Blaine method) and specific gravity (Le Chatelier method) of the CFPW used are 1031.59 m²/kg and 2.14 g/cm³, respectively.

3.2.1.2 Raw Materials

High early strength Portland cement (Type III) in compliance with ASTM C150 / C150M [11] was used in this work. The specific surface (Blaine method), specific gravity (Le Chatelier method) and fineness of the cement used are 544.73 m²/kg, 3.07 g/cm³ and 3.53%, respectively. Natural river sand of maximum size of 2.36 mm and fineness modulus of 2.10 was used as fine aggregate in mortars' samples production.

3.2.2 Methods

3.2.2.1 Concrete Floor Polishing Waste Characterization

X Ray Fluorescence Technique (XRF), Scanning Electron Microscope (SEM) and

thermal analysis were used to characterize CFPW powder. XRF was used to determine the chemical composition and CFPW concentration. The test was performed using a WDS Bruker S8 Tiger Spectrometer.

Scanning electron microscope type EVO LS15 Zeiss equipped with secondary electrons (SE) detectors and acceleration voltage of 15 kV was used to obtain morphological information of CFPW powder. The specimen was coated with gold using a sputtering process (Quorum Q150t E) to provide a conductive surface for imaging.

Thermogravimetry was used to study CFPW composition, considering sample mass variation as a function of time and temperature. The test was performed using the SDT Q600 Instrument, platinum crucible and nitrogen atmosphere (100 ml/min). The measurements were carried out in an isotherm atmosphere at 35°C for 1 hour, followed by atmosphere heating temperature up to 1000°C (heating hate = 10° C/min).

3.2.2.2 Experimental Program

Preliminary tests were performed with mortars mixtures incorporating 10%, 20% and 30% of CFPW (in relation of cement weight) to identify the percentages that would better contribute to improve cement matrix performance. It was observed that 10% addition increased mortars compressive strength, while higher additions percentages reduced mechanical performance and workability. Therefore, it was chosen the following CFPW additions percentages to study: 4%, 6%, 8%, 10% and 12%.

Control paste (cement-water mixture) and pastes with CFPW additions (cement-CFPW-water mixtures) were prepared in order to determine the CFPW influence in the initial and final setting time of cementitious matrices. Hardened specimens of the pastes (28 days curing) were used for SEM and TG analysis.

Control mortar (cement-sand-water mixture) and mortars with CFPW additions (cement-CFPW-sand-water mixtures) were prepared and tested in the fresh state (consistency index) and hardened state (compressive strength, splitting tensile strength, immersion absorption).

3.2.2.3 Mortars preparation and characterization

Mortars with 1:3:0.62 cement-sand-water ratio and different CFPW percentages (0%, 4%, 6%, 8%, 10% and 12%) were prepared for analysis. The mixtures proportions

of the mortars are presented in <u>Table 1</u>. All mortars were prepared in a mechanical mixture (30s low speed; 15s resting; 60s high speed).

Mortars workability was determined in accordance to ASTM C230 [12], using flow table apparatus. Cylindrical specimens (50 mm x 10 mm) were molded to determine the compression strength (7, 14 and 28 days) of the mixtures. Samples were protected with plastic film for 24 h and, then, they were demolded and submerged in water until test day.

Minture Droportions	Control	Mortars with	Mortars with Addition of					
Mixture Proportions	Mortar	4% CFPW	6% CFPW	8% CFPW	10% CFPW	12% CFPW		
PC - Type III (g)	625	625	625	625	625	625		
CFPW (g)	-	25	37.5	50	62.5	75		
Sand (g)	1875	1875	1875	1875	1875	1875		
Water (g)	388	388	388	388	388	388		
w/c	0.62	0.62	0.62	0.62	0.62	0.62		

Table 1. Mixtures Proportions of the mortars.

Compressive test was performed in compliance to ASTM C150/C150M [11]. Thirty samples of each mixture were molded for this analysis. Before testing, the samples surface was regularized. Tests were performed at 7 days (10 samples/mixture), 14 days (10 samples/mixture) and 28 days (10 samples/mixture) of curing, using a hydraulic press (INSTRON EMIC 23-300) operating at 0.25 MPa/s. Compressive test results were evaluated using analysis of variance (ANOVA) and Tukey test.

Three samples of each mixture were used to measure water immersion absorption. After 28 days of curing and laboratory oven drying (105°C), the mass were measured in three conditions: dried, saturated and submerged. The data obtained were used to measure immersion water absorption (Eq. 2) and void index (Eq. 3); [I = immersion water absorption (%); M_d = dry mass (g); M_s = saturated mass (g); e = void index; M_i = submerged mass (g)].

$$I = \frac{M_s - M_d}{M_s} \times 100 \ (Eq.2) \qquad e = \frac{M_s - M_d}{M_s - M_i} \ (Eq.3)$$

3.2.2.4 Pastes preparation and characterization

The pastes mixtures proportions are presented in <u>Table 2</u>. Water cement / ratio (w/c) was determined experimentally, measuring the amount of water necessary to produce

Mixture	Control	Pastes with A	Addition of			
Proportions	Paste	4% CFPW	6% CFPW	8% CFPW	10% CFPW	12% CFPW
PC - Type	500	500	500	500	500	500
CFPW (g)	-	20	30	40	50	60
Water (g)	170	210	210	215	215	220
w/c	0.34	0.42	0.42	0.43	0.43	0.44

pastes of normal consistency [13]. All pastes were prepared in a mechanical mixture (30s low speed; 15s resting; 60s high speed). Initial and final setting times of the pastes were determined using Vicat's apparatus, in accordance to ASTM C 150 [11].

Table 2. Mixtures Proportions of the pastes.

In order to evaluate the CFPW singly influence on the hydrate products formation, tablets specimens (diameter: 4 mm; thickness: 3.9 mm) of pastes containing the same w/c ratio (0.34) and different CFPW addition percentages (0%, 4%, 6%, 8%, 10% and 12%) were molded to perform SEM and TG analysis. After 24h, the samples were demolded and cured in water at room temperature for 28 days. In order to stop cement hydration, the tablets were submerged in acetone for 30 minutes. After laboratory oven drying, the specimens were packed in vacuum seals.

For SEM test, the pastes tablets were analyzed without fracture. However, the samples were milled and sieved in #150 mesh for TG analysis. Thermal and SEM techniques were performed according to the procedures described in 2.2.1.

3.3 Test Results and Discussion

3.3.1 Concrete Floor Polishing Waste Characterization

Fig. 1 shows CFPW thermogravimetry (TG) and derivative thermogravimetry (DTG) curves. A characteristic peak at DTG curve can be seen from 450°C to 700°C. This range corresponds to CO_2 mass loss during the decarbonation process of $CaCO_3$ [14]. There was a mass loss of 28.48% (2.87 mg) of CO_2 , indicating that the carbonate content in the sample was 64.47%.



FRX analysis indicated low concentration of silica and silica-alumina components (<u>Table 3</u>). Sugar cane bagasse ash, rice husk ash and fly ash, that are well-known pozzolanic materials, studied by Soares et al [15], Cordeiro and Kurtis [16] and Cho, Jung and Choi [17] presented 72.3%, 93.1% and 52.2% of SiO₂, respectively.

Oxides (%)	CFPW			
SiO ₂	10.29			
TiO ₂	0.12			
Al_2O_3	1.88			
Fe ₂ O ₃	1.34			
MnO	< QL			
MgO	8.26			
CaO	41.00			
Na ₂ O	< QL			
K ₂ O	0.22			
P_2O_5	< QL			
SO ₃	1.24			
LOI (%)	36.03			
Table 3. Chemical analysis of CFPW.				

< LQ = below quantifiable limit; LOI = loss of ignition;

Considering that pozzolanic materials are composed of high quantity of reactive (amorphous) silica or silica-alumina components [2, 18], the chemical results obtained proved that CFPW will not contribute to cementitious matrices strength by pozzolanic reactions.

The calcium oxide high percentage (41%) in FRX test and carbonates (64.47%) in TG analysis indicates CFPW carbonation. Although the sample was stored in saturated water in closed containers, the concrete hydrate phases reacted with CO_2 , forming CaCO₃ [19-20].

Fig. 2 shows the SEM photos of CFPW and Portland cement. SEM observations indicate that CFPW particles are much smaller and more regular than cement particles. Therefore, CFPW can improve the cementitious matrices packing density and reduce the pores volume, as its small particles act as a pore filling [21].



Fig. 2. SEM images of (a) CFPW and (b) cement.

Comparing the materials shape, it can be observed that CFPW powder has more spherical particles than cement. This shape contributes to the cementitious matrix viscosity reduction, as the spherical CFPW particles act as a lubricant and facilitate the hydrated phases grain rolling [22]. However, CFPW is a hygroscopic material, which can decrease the cementitious matrices workability by kneading water absorption.

3.3.2 Mortars Characterization

3.3.2.1 Workability Test

Mortars containing the same w/c ratio (0.62) and different CFPW addition percentages (0%, 4%, 6%, 8%, 10% and 12%) were tested in a flow table apparatus to determine the influence of concrete floor polishing waste addition in mortars workability. Fig. 3 shows the obtained results.

Mortars workability was inversely proportional to CFPW addition. The spread on flow table for control mortar was 256.74 mm. A non-significant reduction (0.67%) of consistency was obtained for the mixture with 4% of CFPW, indicating that this addition percentage does not compromise mortars performance in the fresh state.

In mixtures containing 6%, 8%, 10% and 12% of CFPW addition was observed reductions of 4.72%, 4.93%, 5.26% and 5.4% over control mortar, respectively. Although these addition percentages had a greater effect on mixtures workability compared to 4%, it can be affirmed that no significant workability reduction occurred. Therefore, the

mortars fresh state performance was not significantly affected by CFPW addition.



3.3.2.2 Compressive Strength

Fig. 4 shows mortars compressive strength of the mortars after 7 days, 14 days and 28 days of curing. It can be observed that the compressive strength increased for all mortars with curing process.



After 7 days of curing, control mortar presented higher compressive strength (31.34

MPa), followed by mortars containing 6% and 10% of CFPW (31.16 and 31.13 MPa, respectively). The mortars with 8% and 12% of CFPW addition presented compressive strength 8.6% and 7.6% lower compared to control mortar, respectively.

<u>Table 4</u> shows the variance analysis results of mortars after 7 days of curing. ANOVA proved that statistically at least one mortar presented significant difference from mean values with a confidence interval of 95% (p < 0.05). Tukey test indicated that for 7 days curing, only 8% and 12% of CFPW additions influenced the mortars mechanical performance.

After 14 days of curing, it was observed a more significant resistance gain in the mortars with CFPW addition (2.5%, 8.3%, 11.3%, 5.7% and 4.6% of compressive resistance gain in mortars containing 4% CFPW, 6% CFPW, 8% CFPW, 10% CFPW and 12% CFPW, respectively). Control mortar compressive strength had an increase of only 1.1%. Tukey test showed that the paste with 6% of CFPW addition showed significant results compared to control mortar and 4%, 8% and 12% of CFPW additions mortars. Significant discrepancy was also observed between samples with 10% and 12% of CFPW addition.

	Experimental	Mean	Variance		Df	SQ	MS	F	p-value
	Control Mortar	31.34	0.86	Between Groups	5	51 25	10.25	12.5	4 33E 07
	4% CFPW	30.57	0.19	Detween Oroups	5	51.25	10.23	5	4.55E-07
	6% CFPW	31.16	0.76	Within Groups	36	20.30	0.82		
	8% CFPW	28.64	1.39	within Groups	50	29.39	0.82		
ays	10% CFPW	31.13	0.54						
	12% CFPW	28.95	1.05						
	Control Mortar	31.68	1.49	Between Groups	5	18 35	9.67	7.00	0.000104
	4% CFPW	31.34	1.35	between Oloups	5	40.55	9.07	7.09	0.000104
lays	6% CFPW	33.74	1.64	Within Groups	36	10.06	1 36		
14	8% CFPW	31.86	1.23	within Groups	50	49.00	1.50		
	10% CFPW	32.90	1.56						
	12% CFPW	30.28	0.89						
	Control Mortar			Between Groups					
	4% CFPW	32.15	0.77	Detween Gloups	5	69.97	13.99	11.7	7.74E-07
VS	6% CFPW	34.52	1.88	Within Group					
s da	8% CFPW	36.04	0.50	within Group	37	44.16	1.19		
32	10% CFPW	34.90	1.34						
	12% CFPW	36.04	1.73						
		33.96	0.88						

Table 4. Analysis of Variance (ANOVA) of compressive strength results.Df: degrees of freedom; SQ: sum of squares; MS: mean square;

The mortars that showed the best mechanical performance at 28 days of curing were the mixtures with 6% and 10% of CFPW addition. Both presented the same compressive strength resistance (36 MPa), which is 11.9% higher than the control mortar (32.2 MPa). All mixtures containing CFPW addition presented better performance compared to control mortar at 28 days of curing.

ANOVA indicated that the mortars composition influenced the compressive strength results after 28 days of curing, as p-value was lower than 0.05. Tukey test showed that mortars containing 4%, 6%, 8% and 10% of CFPW addition statistically differs from control mortar and no significantly difference on strength results was obtained at this addition range.

Considering that CFPW powder has smaller particles than cement, as shown in SEM images (specific surface of the CFPW is twice the cement specific surface), it can be assumed that the residue fills the cement granulometry voids, promoting greater cementitious matrix compactness and accelerating cement reactions. This filler effect contributes to improve compressive strength performance due to the increase of nucleation sites for cement hydration [23].

3.3.2.3 Immersion Water Absorption and Void Index

Fig. 5 shows the immersion water absorption and void index of the mortars studied. After 72 hours of submersion in water, control mortar absorbed higher amount of water (4.5%) than the mixtures containing CFPW powder addition. These results indicate that CFPW contributed to the reduction of mixtures void index.



Fig. 6 shows the relation of compressive strength and void index of the six mortars studied in this work. It can be observed that the compressive strength is inversely

proportional to void index. In general, the mortar with higher voids percentage (control mortar) had the worst compressive strength performance.



3.3.3 Pastes Characterization

Fig. 7 shows the initial and final setting times of all pastes produced and their corresponding w/c ratio. CFPW additions increased the water amount required for normal consistency of pastes. Control paste was produced with a w/c ratio of 0.34, while pastes with 12% of CFPW addition required 0.44 of w/c ratio for the same consistency. This represents an increase of 29.4% of water content. This result was expected, as CFPW has a high specific surface, requiring a water content increase to cover its grains.



Pastes with 6%, 8% and 10% of CFPW addition required the same w/c ratio (0.43) for normal consistency test. In this case, CFPW addition reduced the final setting time. This fact can be justified by the cement reactions acceleration due to additional surfaces for nucleation and growth of hydrate phases introduced by CPFW powder, what favors the resistance gain [24-28]. Bentz *et al* [29] studies also showed that the cement hydration rate acceleration of pastes containing CaCO₃ increases because of the thermal conversion of CaCO₃ (aragonite) metastable polymorphs to stable polymorph (calcite).

Fig. 8 shows the TG curves of the analyzed paste. In the graphs, vertical axes were used to identify the decomposition phases in the cementitious matrix [30 - 32]. The most important solid phases in cement hydrate paste are calcium silicate hydrate (tobermorite; C-S-H), calcium hydroxide (portlandite), calcium sulfoaluminate (ettringite) and clinker (uncured grains). In addition to the solid phases, pastes of hydrated cement contain voids and water (capillary, adsorbed, interlamellar and chemically combined). Water in large voids is called free water; the water that is part of the composition of the hydration products cement is called chemically combined water, which is only released with the hydrates decomposition [2].



Fig. 8. TG curves of (a) control paste; (b) paste with 4% of CFPW; (c) paste with 8% of CFPW; (d) paste with 12% of CFPW.

Free water is the first component that is lost in a thermal analysis of cement paste, followed by hydrates (tobermorite and ettringite) dehydration from 50°C to 200°C, calcium hydroxide dehydration from 380°C to 460°C and calcium carbonate decomposition from 520°C to 730°C [14, <u>33</u>]. In this study, calcium hydroxide decomposition occurs at the range of 360°C to 480°C (approximately) and calcium carbonate decomposition occurs from 550°C to 750°C.

The content of combined water, water from hydrates (tobermorite and ettringite) dehydration, calcium hydroxide and calcium carbonate were estimated considering the results of mass loss in each decomposition phase. The products percentage were calculated considering stoichiometry reactions equations, described in [14]. Table 5 shows the percentage contents of cement hydration products of four pastes (control, 4% CFPW, 8% CFPW, and 12% CFPW).

	Comb. Water	Hydrates Water	CaCO3	Ca(OH)2
Control Paste	13.58	5.59	13.76	21.27
4% CFPW	15.26	6.62	14.87	22.08
8% CFPW	14.92	6.37	16.85	21.67
12% CFPW	14.15	5.91	21.67	21.36

Table 5. Percentage content of cement hydration products of the analyzed pastes.

<u>Table 5</u> shows an increase in chemically combined water in the pastes with CFPW addition, confirming that the pastes with concrete waste had higher reactivity, favoring hydration cement reactions. This fact is also proven by the hydrates and calcium hydroxide increase. Among the additions percentage analyzed (4%, 8%, 12%), 4% addition was the that better contributed to cement hydration.

The increase in portlandite content indicates that this phase was not consumed with CFPW addition, confirming that the waste does not act as pozzolanic material. Calcium carbonate content increased as higher CFPW percentages were added. This was an expected behavior, since the concrete waste analyzed has a high calcium carbonate percentage.

Pastes SEM observations confirmed the increase of calcium carbonate content. Calcite, that is the most stable phase of calcium carbonate, generally assume rhombohedral structure. However, other calcium carbonates structures can also be found: scalenohedra, prism, tabular [34]. At Fig. 9, it can be observed that the paste with 4% of CFPW addition has a higher compact surface than control paste, due to the increase of calcite content and higher cement Portland hydration. The carbonation products

precipitation promotes the pores reduction in the cementitious matrix, since calcium carbonate polymorphs present higher volumes than the cement hydrated phases. Therefore, a permeability decreases and a mechanical performance improvement occurs, as shown by the mechanical performance of mortar in 3.2.2.



Fig. 9. SEM images of (a) control paste and (b) paste with addition of 4% of CFPW.

<u>Fig. 10</u> shows SEM images of pastes containing 4% and 12% of CFPW. It can be observed the predominance of calcite in pastes with 12% of CFPW. The presence of ettringite in pastes containing 4% of CFPW after 28 days of curing can be justified due to stabilization of ettringite in the presence of $CaCO_3$ [35].



Fig. 10. SEM images of paste with (a) 4% and (b) 12% of CFPW addition.

3.4 Conclusions

Physical characterizations and SEM images showed that CFPW particles are much smaller and more regular than cement particles, indicating that CFPW addition contributes for cementitious matrices packing. Chemical analyses indicated that the main component of CFPW corresponds to calcite. This result was confirmed in TG curves, as calcium carbonate content increased proportionally with CFPW additions. The increase in portlandite content indicates that this phase was not consumed with CFPW addition, confirming that the waste does not act as pozzolanic material. Mortars workability was not significantly affected by CFPW addition. Mortars mechanical tests showed that CFPW increased the compressive strength and reduced the voids index of the mortars, due to filler effect. The mortars that showed the best compressive resistance performance at 28 days of curing were the mixtures with 6% and 10% of CFPW addition. Therefore, this work showed the feasibility of reusing CFPW powder (4%, 6%, 8%, 10% and 12%) in cementitious matrices. The CFPW reuse can be carried out in the construction site that the waste is generated, eliminating or minimizing collection and transport costs for the builder. This solution represents an important alternative to reduce environmental impacts of civil construction sector.

Conflicts of interest

None.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge the Universidade Estadual Paulista (UNESP, campus Ilha Solteira), Universidade de Rio Verde (UniRV), Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI) and Instituto Federal Goiano for all facilities offered.

Funding

This research did not receive any specific grant for funding agencies in public, commercial, or not-for-profit sectors.

References

[1] HELENE, P.; ANDRADE, T. Concreto de Cimento Portland. *In:* ISAIA, G. C.
 Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. 2^a
 ed. São Paulo: IBRACON, 2010, v2, p. 945 – 984.

[2] MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. Concreto: microestrutura, propriedades e materiais.

[3] OLIVEIRA, J.; ANJOS, M.; SANTOS, M. J. Evaluation of pathological manifestations in concrete structural floor destined to the operation of vehicles in garage:

case study of residential building located in the federal district. **Journal of Building Pathology and Rehabilitation**, v1, p. 1 -16, 2016. <u>https://doi.org/10.1007/s41024-016-0015-4</u>.

[4] GUIMARÃES, A. T. C.; RECENA, F. A. .; PEREIRA, F. M. Produtos de Cimento Portland. *In:* ISAIA, G. C. Materiais de Construção Civil e Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais. 2ª ed. São Paulo: IBRACON, 2010, v2, p. 985 – 1022.

[5] EUROSTAT. Generation of waste by waste category, hazardousness and NACE Rev.
2 activity. Available in: https://ec.europa.eu/eurostat/en/web/products-datasets/-/
/ENV_WASGEN>. Access in: January 14th, 2019.

[6] ABRELPE. Panorama dos resíduos sólidos no Brasil 2017. Available in: <
 http://abrelpe.org.br/panorama/>. Access in: January 14th, 2019.

[7] RASHID, K.; RAZZAQ, A.; AHMAD, M.; RASHID, T.; TARIQ, S. Experimental and analytical selection of sustainable recycled concrete with ceramic waste aggregate.
Construction and Building Materials, v154, p. 829 - 840, 2017. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.219.

[8] SUBASI, S.; OZTURK, H.; EMIROGLU, M. Utilizing of waste ceramic powders as filler material in self-consolidation concrete. **Construction and Building Materials**, v149, p. 567 – 574, 2017. <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.180</u>.

[9] SHARMA, N. K.; KUMAR, P.; KUMAR, S.; THOMAS, B. S.; GUPTA, R. C. Properties of concrete containing polished granite waste as partial substitution of coarse aggregate. **Construction and Building Materials**, v151, p. 158 – 163, 2017. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.06.081.

[10] MASHALY, A. O.; SHALABY, B. N.; RASHWAN, M. A. Performance of mortar and concrete incorporating granite sludge as cement replacement. Construction and Building Materials, v169, p. 800 – 818, 2018. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.03.046. [11] ASTM C150 / C150M, Standard Test Method for Portland Cement, 2018, Annual Book of ASTM Standards, Pennsylvania, USA.

[12] ASTM C230 / C230M, Standard Specification for Flow Table for use in Tests of Hydraulic Cement, 2014, Annual Book of ASTM Standards, Pennsylvania, USA.

[13] ASTM C187, Standard Test Method for Amount of Water Required for Normal Consistency of Hydraulic Cement Paste, 2016, Annual Book of ASTM Standards, Pennsylvania, USA.

[14] NEVES JUNIOR, A.; TOLEDO FILHO, R. D.; DWECK, J.; FAIRBAIRN, E.M. R. A study of the carbonation profile of cement pastes by thermogravimetry and its effect on the compressive strength. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, v.116 (1), p. 69 – 76, 2014. <u>https://doi.org/10.1007/s10973-013-3556-7</u>

[15] de SOARES, M. M. N. C.; GARCIA, D. C. S.; FIGUEIREDO, R. B.; AGUILAR,
M. T. P.; CETLIN, P. R. Comparing the pozzolanic behaviour of sugar cane bagasse
ash to amorphous and crystalline SiO₂. Cement and Concrete Composites, v. 71, p. 20
25, 2016. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2016.04.005</u>

[16] CORDEIRO, G. C.; KURTIS, K. E. Effect of mechanical processing on sugar cane bagasse ash pozzolanicity. Cement and Concrete Research, v. 97, p. 41 – 49, 2017. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.03.008</u>

[17] CHO, Y. K.; JUNG, S. H.; CHOI, Y. C. Effects of chemical composition of fly ash on compressive strength of fly ash cement mortar. Construction and Building Material, v. 204, p. 255 – 264, 2019. <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.01.208</u>

[18] MASSAZZA, F. Pozzolanic cements. Cement and Concrete Composites, v. 15, p. 185 – 214, 1993. <u>https://doi.org/10.1016/0958-9465(93)90023-3</u>

[19] SHAH, V.; SCRIVENER, K.; BHATTACHARJEE, B.; BISHNOI, S. Changes in microstructure characteristics of cement paste on carbonation. Cement and Concrete Research, v. 109, p. 184 – 197, 2018. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.04.016</u> [20] DROUET, E.; POYET, S.; LE BESCOP, P.; TORRENTI, J.-M.; BOURBON, X.
Carbonation of hardened cement pastes: influence of temperature. Cement and Concrete Research, v. 115, p. 445 – 459, 2019. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2018.09.019

[21] KANG, S.-H.; JEONG, Y.; TAN, K. H.; MOON, J. **The use of limestone to replace physical filler of quartz powder in UHPFRC.** Cement and Concrete Composites, v. 94, p. 238 – 247, 2018. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.09.013</u>

[22] JIANG, S.; SHAN, B.; OUYANG, J.; ZHANG, W.; YU, X.; LI, P.; HAN, B. **Rheological properties of cementitious composites with nano/fiber fillers.** Construction and Building Material, v. 158, p. 786 – 800, 2018. <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.10.072</u>

[23] BOUASKER, M.; MOUNANGA, P.; TURCRY, P.; LOUKILI, A.; KHELIDJ, A. Chemical shrinkage of cement pastes and mortars at very early age: effect of limestone filler and granular inclusions. Cement and Concrete Composites, v. 30, p. 13 – 22, 2008. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2007.06.004</u>

[24] PÉRA, J.; HUSSON, S.; GUILHOT, B. Influence of finely limestone on cement hydration. Cement and Concrete Composites, v. 21, p. 99 – 105, 1999. https://doi.org/10.1016/S0958-9465(98)00020-1

[25] KANG, S.-H.; JEONG, Y.; TAN, K. H.; MOON, J. The use of limestone to replace physical filler of quartz powder in UHPFRC. Cement and Concrete Composites, v. 94, p. 238 – 247, 2018. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2018.09.013</u>

[26] GUTTERIDGE, W. A.; DAIZIEL, J. A. Filler cement: the effect of the secondary component on the hydration of Portland cement. Cement and Concrete Research, v. 20, p. 778 – 782, 1990. <u>https://doi.org/10.1016/0008-8846(90)90011-L</u>

[27] SATO, T.; BEAUDOIN, J.J. Effect of nano-CaCO3 on hydration of cement

containing supplementary cementitious materials. Advances in Cement Research, v. 23 (1), p. 33 – 43, 2011. DOI <u>10.1680/adcr.9.00016</u>

[28] BURROUGHS, J. F.; SHANNON, J.; RUSHING, T. S.; YI, K.; GUTIERREZ, Q.
B. Potential of finely ground limestone powder to benefit ultra-high performance concrete mixtures. Construction and Building Materials, v. 141, p. 335 – 342, 2017. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.073

[29] BENTZ, D. P.; ARDANI, A.; BARRETT, T.; JONES, S. Z.; LOOTENS, D.; PELTZ, M. A.; SATO, T.; STUTZMAN, P. E.; TANESI, J.; WEISS, W.J. **Multi-scale investigation of the performance of limestone in concrete.** Construction and Building Materials, v. 75, p. 1 – 10, 2015. <u>https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.10.042</u>

[30] SOUZA, L. D.P.; AZEREDO, G. A.; SILVA, F. A. Comportamento do concreto sob altas temperaturas via planejamento experimental fatorial com configuração estrela.
Ambiente Construído, Porto Alegre, v.18, n.1, p. 327/344, 2018. http://dx.doi.org/10.1590/s1678-86212018000100224.

[31] ANJOS, M. A. S.; MARTINELLI, A. E.; MELO, D. M. A.; RENOVATO, T.;
SOUZA, P. D. P.; FREITAS, J. C. Hydration of oil well cement containing sugarcane biomass waste as a function of curing temperature and pressure. Journal of Petroleum Science and Engineering, v. 109, p. 291 – 297, 2013. https://doi.org/10.1016/j.petrol.2013.08.016.

[32] PETKOVA, V.; STOYANOV, V.; PELOVSKI, V. TG – DTG – DTA in studying white self-consolidation cement mortars. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, v. 109, p. 797 – 806, 2012. DOI: 10.1007/s10973-012-2447-7.

[33] DWECK, J.; BUCHLER, P. M.; COELHO, A. C. V.; CARTLEDGE, F. K. Hydration of Portland Cement blended with calcium carbonate. Thermochimica Acta, v. 346, p. 105 – 113, 2000. <u>https://doi.org/10.1016/S0040-6031(99)00369-X</u>.

[34] CIZER, O.; NAVARRO, C. R.; RUIZ-AGUDO, E.; ELSEN, J.; GEMERT, D. V.; BALEN, K. V. **Phase and morfology evolution of calcium carbonate precipitated by** **carbonation of hydrated lime.** Journal of Materials Science, v. 47, p. 6151 – 6165, 2012. https://doi.org/10.1007/s10853-012-6535-7

[35] LOTHENBACH, B.; LE SAOUT, G.; GALLUCCI, E.; SCRIVENER, K. Influence of limestone on the hydration of Portland cements. Cement and Concrete Research. v. 38, p. 848 – 860, 2008. <u>https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2008.01.002</u>

4. CAPÍTULO II

(Normas de acordo com a Revista CERÂMICA)

XRD investigation of cement pastes incorporating concrete floor polishing waste

Utilização da técnica de DRX para caracterização de matrizes cimentícias com adição de resíduo de polimento de pisos de concreto

ABSTRACT

X-ray diffraction (XRD) technique has been widely used in order to investigate anhydrous and hydrated cement phases. In this study, XRD was used in order to analyze concrete floor polishing waste (CFPW) and cementitious pastes containing CFPW addition. The diffractograms obtained was compared to literature data, in order to identify the phases of analyzed materials. Rietveld refinement of pastes containing 12% of CFPW addition was also carried out, in order to analyze calcite and aragonite structures, as these phases are calcium carbonate polymorphs that contribute to matrix filling. XRD pattern of CFPW shows high carbonate phases concentration, indicating that the concrete waste was carbonated. The CFPW content addition in cementitious matrices changed the hydrate cement products, as it induces carboaluminate phases formation, as hemicarbonate. Calcite, that is a stable phase, better contributes to filler effect, as its particles have higher volume than aragonite.

Keywords: cementitious hardened paste waste, XRD qualitative analysis, Rietveld refinement.

4.1 Introduction

X-ray diffraction (XRD) technique has been used in several works to characterize

cementitious materials. XRD pattern allows the study of cement hydration products at different curing ages and with different materials additions by analyzing peak positions and relative pattern intensities[1,2,3]. Quantitative phase analysis (QPA) can be also carried out in order to determine (hydration) cement phases' concentration, as peak intensity is related to weight fraction [4].

Gray cement Portland contain alite (C_3S), belite (C_2S), aluminate (C_3A) and ferrite (C_4AF) as major phases. Silicate phases, which significantly contribute to cement matrices strength at hardened state [5], have polymorphism as a function of temperature stabilization. Alite has seven polymorphs [6] and belite has five polymorphs [7]. On the other hand, pure aluminate does not exhibit polymorphism; although, composition variation leads to structure variation [8]. The main product of hydrated Portland cement paste is calcium silicate hydrate (C-S-H), which is formed due to alite and belite reactions with water. This component exhibit amorphous or low crystallinity characteristics. C_3S and C_2S hydration reactions also produce calcium hydroxide (portlandite), which is crystalline and is the second main product of the hydrated paste. Ettringite and monosulphate phases are products of aluminate and ferrite hydrations and their concentrations are due to the hydration degree of paste and aluminate and ferrite quantity [9]. When exposed to atmosphere conditions, CO_2 diffuses through the paste and reacts with portlandite, forming calcium carbonate (CaCO₃). In this case, calcite, vaterite and aragonite, which are CaCO₃ polymorphs, can also be found at hardened paste [10].

Rietveld method has been applied in order to study quantitative characteristics of Portland cement and hydrated Portland cement paste phases [11,12]. In this method, each data point of an experimental diffractogram is compared to a calculated pattern using a least-square refinement. During the refinement process, parameters such as background, scale factor, structure factor, peak profile, cell parameter, displacement and preferential orientation are analyzed by XRD technique and Rietveld refinement which are important tools for studies related to the waste reuse in cementitious matrices [4]. Calligaris *et al* [13]characterized sugar cane straw ash (SCSA) and quantified hydrated cement phases incorporating SCSA using XRD results and Rietveld analysis. Chen and Poon [14] also used these techniques in order to study mortars phase formation containing sewage sludge ash and fly ash as materials additions.

The search for wastes reuse in cement matrices is related to the environmental need of finding solutions that mitigates the environmental impacts generated by the different economic sectors. Civil construction generates high amount of waste during its construction, reform and demolition activities [15], citing, as an example, the concrete floor polishing process. Concrete floors are solutions commonly used in malls, airports and sheds, as they present great performance when exposed to traffic loads. In the finishing process, the floor is polished in order to obtain a better material aesthetic quality. This process generates sludge waste, which is commonly discarded. Considering the economic and environmental impacts associated to the transport and waste disposal, solutions that propose its reuse in new materials production are relevant in the current context of sustainable development. In this context, this work aims to study the use of XRD technique to investigate cement pastes incorporating concrete floor polishing waste (CFPW). For this purpose, tablets of control paste and paste with 12% of CFPW addition were analyzed in an XRD instrument. The diffractograms obtained were compared to literature patterns and the data obtained were refined using Rietveld method, in order to obtain qualitative information of the samples studied.

4.2 Material and Methods

CFPW was collected during the polishing process of a shed concrete floor, which was under construction in Rio Verde city (Goiás), Brazil. The microconcrete used in the floor construction was produced by the mechanical mixture of High early strength Portland cement (Type III) and natural aggregates (2.36 mm – 4.75 mm) with a 1:2:0.42 cement-aggregate-water ratio. In the polishing process, a machine with diamond abrasive grits promotes the floor refinement. Water is used in order to avoid the suspension of produced powder. Therefore, a sludge waste composed of hardened cementitious paste and water is generated. This material was collected and stored in closed containers at room temperature. The sludge was dried in a laboratory oven at 65°C until mass constancy. After drying, the sludge turns into a fine powder, which was milled in a dispersion mixer in order to standardize the material granulometry and disaggregate clods. Before experimental tests, CFPW was sieved in a #150 mesh and stored in closed containers, to avoid contamination. The CFPW specific surface and specific gravity, used in pastes production, are 1031.59 m²/kg and 2.14 g/cm³, respectively.

X-Ray Fluorescence Technique (XRF) were used to characterize CFPW powder. The test was performed using a WDS Bruker S8 Tiger Spectrometer. Table I shows the CFPW oxides percentage and ignition loss. Calcium oxide was the main component present in the sample (41%). Low percentages of SiO₂ (10.29%) and MgO (8.26%) were also observed. High loss on ignition (LOI) value (36.03%) indicates high percentage of carbonate content in the sample.

tes químicos e perda por ignição do CFPW.]					
	Oxides (%)	CFPW			
	SiO ₂	10.29			
	TiO ₂	0.12			
	Al_2O_3	1.88			
	Fe ₂ O ₃	1.34			
	MnO	< QL			
	MgO	8.26			
	CaO	41.00			
	Na ₂ O	< QL			
	K_2O	0.22			
	P_2O_5	< QL			
	SO_3	1.24			
	LOI (%)	36.03			

Table. I – CFPW Chemical components and ignition loss. [Tabela I - Componentes químicos e perda por ignição do CFPW.

< LQ = below quantifiable limit; LOI = Ignition loss;

In order to study the CFPW addition influence in cementitious matrices, control paste and paste with 12% of CFPW addition were produced and tested using XRD technique. The pastes mixture proportions are presented in Table II, which were produced in accordance to ASTM C 150 [16].

Tablets specimens (diameter: 10 mm; thickness: 4 mm) of pastes were molded. After 24 h of molding, the samples were demolded and kept submerged in water for 28 days. For XRD analysis, the samples were immersed in acetone and dried at 65°C in a laboratory oven for thirty minutes in order to stop cement hydration. The tablets were stored in vacuum plastic bags until test day.

Table.	II –	- Pastes	Mixtures	Pro	portions.

Mixture Proportions	Control Paste	12% CFPW
PC - Type III (g) (specific gravity: 3.07 g/cm ³)	500	500
CFPW (g)	-	60
Water (g)	170	170
w/c	0.34	0.34

The X-ray diffraction (XRD) patterns of raw materials (cement and CFPW) and pastes were obtained using a Rigaku Ultima IV diffractometer with CuK α (1.5406 Å) radiation. XRD measurements were taken at room temperature in step-scan mode using Bragg-Brentano, and scanning the 2 θ angle from 20° to 60° were performed in order to

carry out qualitative analyzes of the raw materials (cement and CFPW) and pastes. Rietveld refinement was performed with the experimental data of paste with 12% of CFPW addition using GSAS software [17].The main criteria for judging the fitting quality is the final fit of calculated pattern compared to the observed data, but the R-factors weighted profile wRp, the statistically expected R_{exp}, and the goodness-of-fit indices $\chi^2 = wRp/R_{exp}$ which are usually used to attest the fit Structural models quality of the main phases were obtained from the ICSD database. The phases used in pastes refinement are presented in Table IV.

Phase	Chemical Formula	Crystal System Notation	ICSD Code
Alite	3CaO. SiO ₂	Monoclinic / M ₃	94742
Belite	3CaO. SiO ₂	Monoclinic / β	79550
Portlandite	Ca(OH) ₂	Rhombohedral	15471
Etringite	$(Ca_6Al_2(SO_4)3(OH)_{12}.26H_2O$	Rhombohedral	155395
Monosulfoaluminate	Ca4Al2(OH)12SO4.6H20	Rhombohedral	24461
Tobermorite	Ca5Si6O16(OH)2.7H20	Monoclinic	152489
Calcite	CaCO ₃	Rhombohedral	79673
Vaterite	CaCO ₃	Monoclinic	424575

Table. III - Structural models of the phases used in Rietveld Refinement.

4.3 Test Results and Discussion

Portland cement and CFPW XRD patterns: The XRD pattern of Portland Cement Type III is shown in Figure 1. The diffraction angle and d-spacing values, of the most intense peaks of cement pattern, are presented in Table V, which were used in order to identify the main phases. The Portland cement powder studied (Type III) contain alite, belite, aluminate and ferrite as major crystallite phases, which corresponds to the main components of the clinker. The main peaks of C₃S are found at 29.48°, 32.22°, 32.6°, 34.4°, 41.34° and 51.72°; and C₂S are found at 23° and 38.78°. It is known that alite has seven polymorphs in function of temperature stabilization: three triclinic (T₁, T₂ and T₃), three monoclinic (M₁, M₂, M₃) and one rhombohedral (R). In cement industry, the most common alite polymorphs in clinker are M₁ and M₃ [18].The peaks at the range of 32°-33° and 51.5°-52° showed in the inset of Figure <u>1(a)</u> indicated the presence of alite M₃ polymorfh at the cement studied [19, 20], which less contributes to compressive strength after cement hydration when compared to M3 polymorph [21].



Figure 1: XRD patterns of (a) Portland cement, and (b) concrete floor polishing waste (CFPW). Crystalline phases identification are represented by C_2S : di-calcium silicate (belite), C_3S : tri-calcium silicate (alite), C_3A : tri-calcium aluminate, C_4AF : tetra-calcium aluminoferrite.

Figure 1(b) plot the XRD pattern of CFPW, shows that the main waste component is calcium carbonate, in accordance to the chemical composition resumed in Table V. This indicates that the cured paste was carbonated during the waste process of collection, transportation and storage. Therefore, two calcium carbonate polymorphs were observed: calcite and aragonite as shown in the table the diffraction angles and d-spacing values of the main peaks presented in CFPW pattern. The carbonation process occurs mainly due to the reaction of calcium hydroxide (Ca(OH)₂) with carbon dioxide, resulting in calcium carbonate precipitation, which decreases the cementitious matrices porosity. Calcite is the most stable polymorph of calcium carbonate at ordinary temperature and pressure; aragonite and vaterite, which are two crystalline polymorphs of CaCO₃, are metastable phases that finally converts into calcite [22, 23]. In the CFPW sample studied, calcite polymorph was predominant, indicating that the carbonation process is advanced and that the metastable phases have already been converted into calcite. Although vaterite is the polymorph that has higher volume and thus promotes better filler effect in cementitious pores [24], calcite also contributes to improve strength and durability of cement pastes [23].

	2θ (degrees)	D-spacing (Å)	Phases
	23°	3.86	Belite y
	29.48°	3.03	Alite M
	32.22°	2.78	Alite M
	32.6°	2.74	Alite M
Cement Portland (type III)	33.3°	2.69	Aluminate / Ferrite
	34.4°	2.60	Alite
	38.78°	2.32	Belite α'_L
	41.34°	2.18	Alite M
	51.72°	1.77	Alite M
	26.74°	3.33	Calcite
	29.52°	3.03	Calcite
	31.08°	2.88	hemi carbonate
CFPW	36.02°	2.49	Aragonite
	39.58°	2.28	Calcite
	47.58°	1.91	Calcite
	48.62°	1.87	Calcite

Table IV: Structural information of Cement Portland (Type III) and CFPW phases.

The main calcite peaks are found at 29.52°, 39.58°, 47.58° and 48.62°, in accordance to [4]; aragonite is found at 36.02°, in accordance to [25]. Besides these crystalline phases, hemicarbonate ($2\theta = 31.08^{\circ}$) was also observed [25]. After the reaction of C₃A and C₄AF with gypsum and formation of ettringite in the cement paste, the remaining aluminates reacted with calcium carbonate forming the hemicarbonate phase [26].

Control Paste and paste with 12% of CFPW addition patterns: The XRD patterns of control paste and paste incorporating 12% of CFPW is shown in Figure <u>2(a)</u> and Figure <u>2(b)</u>, respectively. The diffraction angles and d-spacing values of sample main phases are showed in Table VI. It can be observed that the diffractogram obtained for pastes with 12% of CFPW addition is similar to the CFPW powder pattern showed in <u>Figure 1(b)</u>. However, the peaks belonging to calcite became stronger and hemicarbonate peak became weaker. The calcite content addition in cementitious matrices changes the hydrate cement products, as it induces the carboaluminate phases formation, as hemicarbonate [27]. Therefore, hemicarbonate, that is an unstable phase in the presence of high calcite amount, gradually converts into monocarbonate with hydration progress. Considering that the pastes were analyzed after 28 days of curing, the hemicarbonate phase decrease

was expected.



Figure 2: X-ray diffractometer (XRD) patterns of (a) control paste, and (b) paste with 12% of CFPW. The phases are represent: Calcite (C), Quartz (Q), Tobermorite (C-S-H), Portlandite (Ca(OH)₂), Periclase (MgO) (b) Paste with 12% of CFPW pattern. Calcite (C), aragonite (A),hemicarbonate (H) and belite (C₂S).

Clinker components (belite) is also observed at 32.26° (2 θ) at XRD pattern of the paste with 12% of CFPW, implying in presence of anhydrate cement phases in the paste. Among the major phases present in Portland cement, belite has the lowest reaction rate. Therefore, after 28 days of curing, just a small fraction of C₂S reacted [9]. The high overlap of data in the XRD pattern of the control paste indicates a high concentration of amorphous materials and multiplicity of phases in the sample. This pattern characteristic turns phases identification and structural refinements more complicate, leading to misinterpretations.

Figure 3 depicts Rietveld refinement fit of the paste with 12% of CFPW addition. The excellent fit between the profiles observed and calculated reflected a value of $\chi^2 =$ 2.2. The refinement indicated that the phases Calcite (Rhombohedral), Vaterite and Portlandite were the majority with 52%, 27% and 7% in relation to the others phases mentioned in Table IV with percentages below 4%. The crystallography information file obtained in GSAS after the refinement was used to create a structure image at Diamond software. Considering that the CFPW addition contributed to crystalline phases formation and that calcium polymorph presence enhance matrix packing, aragonite and calcite structure phases were chosen for analysis from Diamond software information.

	2θ (degrees)	D-spacing (Å)	Phases
	26.82	3.32	Quartz
	28.86	3.09	C-S-H
Control norte	29.62	14.81	Calcite
Control paste	34.32	17.16	Portlandite
	39.7	19.85	Calcite
	42.98	21.49	Periclase
	29.46°	3.03	Calcite
	31.06°	2.88	Hemicarbonate
	32.26°	2.77	Belite
12% CFPW paste	36.04°	2.49	Aragonite
	39.48°	2.28	Calcite
	47.6°	1.91	Calcite
	48.58°	1.87	Calcite

Table V: Structural information of control and 12% CFPW paste phases.



Figure 3: (a) Rietveld refinement fit of 12% CFPW paste pattern, (b) Calcite structure.

The reinsertion of these materials into the productive cycle represents an important alternative for sustainable development. Considering the importance of finding solutions for waste reuse produced in different economic sectors, this work has so far presented the structural characteristics of concrete floor polishing residues in cement matrices. Experiments are being carried out to understand the mechanical and microstructural properties to infer about this material applicability in civil construction.

4.4 Conclusions

Structural properties of cement pastes incorporating concrete floor polishing waste were studied. XRD pattern of CFPW indicated the calcium carbonate polymorphs and hemicarbonate presence in sample. This indicates that the concrete hydrate components were carbonated, which favors the carboaluminate phases formation when added to cementititous matrices. The XRD technique proved to be feasible to study cement anhydrous and hydrated phases, since it allows the phase formation identification. The Rietveld refinement showed that the phases Calcite, Vaterite and Portlandite are the majority in the CFPW.

Acknowledgments

The authors would like to acknowledge Universidade Estadual Paulista (UNESP, campus Ilha Solteira), Universidade de Rio Verde (UniRV) and Instituto Federal Goiano for all facilities offered.

References

- [1] T. Hemalatha, M. Gunavadhi, B. Bhuvaneshwari, S. Sasmal, N.R. Iyer, Cem. Concr. Compos. 58, (2015) 114.
- [2] M. Rupasinghe, R.S. Nicolas, P. Mendis, M. Sofi, T. Ngo, Cem. Concr. Compos. 80, (2017) 17.
- [3] C. Zhu, Y. Fang, H. Wei. Constr. Build. Mater. 192, (2018) 224.

[4] K. Scrivener, R. Snellings, B. Lothenbach, A practical guide to microstructural analysis of

cementitious materials, CRC Press, 1st Ed. Florida, USA (2017) 540.

[5] P.K. Mehta, P.J.M. Monteiro, Concreto: microestrutura, propriedades e materiais, Ibracom, 2°Ed. São Paulo, Brazil (2014) 751.

[6] H.M. Ludwig, W. Zhang, Cem. Concr. Compos. 78, Part A (2015) 24.

[7] S. Maheswaran, S. Kalaiselvam, S.K.S.S. Karthikeyan, C. Kokila, G.S. Palani, Cem. Concr. Compos. 66, (2016) 57.

[8] L. Gobbo, L. Sant'Agostino, L. Garcez, Cem. Concr. Compos. 34, (2004) 657.

[9] P. Hewlett, Lea's chemistry of cement and concrete. Butterworth-Heinemann, 4th Ed. Oxford, UK (2003) 1092.

[10] B. Lu, C. Shi, J. Zhang, J. Wang, Constr. Build. Mater. 186, (2018) 699.

[11] G.L. Saoût, V. Kocaba, K. Scrivener, Cem. Concr. Compos. 41, (2011) 133.

[12] R. Snellings, A. Bazzoni, K. Scrivener, Cem. Concr. Compos. 59, (2014) 139.

[13] G.A. Calligaris, M.K.K.D. Franco, L.P. Aldrige, M.S. Rodrigues, A.L. Beraldo, F. Yokaichiya, X.

Turrillas, L.P. Cardoso, Constr. Build. Mater. 98, 15 (2015) 44.

[14] Z. Chen, C.S. Poon, Constr. Build. Mater. 154, 15 (2017) 791.

[15] ABRELPE. Panorama dos resíduos sólidos no Brasil 2017. Available in: <

http://abrelpe.org.br/panorama/>. Access in: January 14th, 2019.

[16] ASTM C150 / C150M, Standard Test Method for Portland Cement, 2018, Annual Book of ASTM Standards, Pennsylvania, USA.

[17] B.H. Toby, J. Appl. Cryst. 34, (2001) 210.

[18] H. Zhou, X. Gu, J. Sun, Z. Yu, H. Huang, Q. Wang, X. Shen, Constr. Build. Mater. 182, 10 (2018) 156.

[19] M. Courtial, M.-N. de Noirfontaine, F. Dunstetter, G. Gasecki, M. Signes-Frehel. Powder Diffr. 18, 1 (2003) 7.
- [20] I. Maki, K. Kato, Cement Concrete Res. 12, 1(1982) 93.
- [21] T. Staněka, P. Sulovský, Cement Concrete Res. 32, 7 (2002) 1169.
- [22] M. Arandigoyen, B. Bicer-Simsir, J.I. Alvarez, D.A. Lange, Appl. Surf. Sci. 252, 20 (2006) 7562.
- [23] B. Šavija, M. Luković, Constr. Build. Mater. 117, 1 (2016) 285.
- [24] H. Choi, M. Inoue, R. Sengoku, Constr. Build. Mater. 188, 10 (2018) 1.
- [25] Y. Yue, J.J. Wang, P.A.M. Basheer, J.J. Boland, Y. Bai, Constr. Build. Mater. 135, 15 (2017) 369.
- [26] M. Zajac, A. Rossberg, G.L. Saout, B. Lothenbach, Cem. Concr. Compos. 46, (2014) 99.
- [27] A. Ipavec, R. Gabrovšek, T. Vuk, V. Kaučič, J. Maček, A. Meden, J. Am. Ceram. Soc. 94, 4 (2011) 1238.

5. CONCLUSÃO GERAL

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que é possível reutilizar o resíduo do polimento de pisos de concreto como adição em matrizes cimentícias. As caracterizações químicas e microestruturais indicaram elevada concentração de carbonato de cálcio na composição do resíduo. A incorporação do RPPC em matrizes cimentícias favorece a ocorrência das reações químicas de hidratação do cimento Portland, uma vez que a elevada área superficial das partículas do resíduo atua como superfícies extras para nucleação e crescimento das fases hidratadas. Além disso, a adição de CaCO₃ favorece a formação de fases de carboaluminatos. Estas alterações na microestrutura geram mudanças no comportamento macroestrutural de misturas cimentícias. Foi observado a melhoria do desempenho mecânico de matrizes cimentícias com adições de 4%, 6%, 8% e 10%. Menores taxas de absorção de água por imersão também foram observadas nas misturas que continham a adição do RPPC, indicando melhor empacotamento da matriz decorrente do efeito filler. Ressalta-se que além de promover a melhoria das características mecânicas de matrizes cimentícias, a reutilização do RPPC representa uma medida mitigadora para redução do volume de resíduos gerados pelo setor da construção civil.