

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE CIMENTOS RECICLADOS

Isabella Kuntz Signorini ¹; Heloísa Cristina Fernandes Cordon ².

¹ Aluna de Iniciação Científica do Instituto Mauá de Tecnologia (IMT);

² Professora do Instituto Mauá de Tecnologia (IMT).

Resumo

Este trabalho investiga o processo de reciclagem de cimento e suas características essenciais. É possível reciclar cimento a partir de um tratamento térmico do material cimentício já hidratado, que consistiu em calcinar o cimento já hidratado a uma temperatura de 500°C e depois moê-lo até atingir uma granulometria similar ao do CPV virgem. Ao longo do estudo, foram realizadas diversas caracterizações do cimento reciclado avaliando suas propriedades físicas, mecânicas e químicas. Isso incluiu testes de resistência à compressão com idades diferentes (1, 3, 7, 28, 49, 70 e 91 dias), densidade por picnometria a gás; distribuição granulométrica por difração a laser, TGA; DSC e MEV. Os resultados demonstraram que o cimento reciclado mantém um nível aceitável de resistência e pode ser usado de forma viável em diversas aplicações.

1. Introdução

O setor da construção civil é um dos maiores consumidores de recursos naturais e, simultaneamente, é responsável por uma parcela significativa de resíduos sólidos, incluindo o descarte de concreto e cimento.

A produção de cimento é uma atividade intensiva em energia e emite uma quantidade considerável de dióxido de carbono, contribuindo para os desafios ambientais, como as mudanças climáticas. Sendo assim, em 2018 foi dado início à possibilidade de se reciclar a pasta de cimento a partir do artigo de Wang, Mu e Liu (2018), sendo possível produzir cimento reciclado com resistência e funcionalidade semelhantes ao cimento normal, ao mesmo tempo com baixo custo energético e emitindo pouco CO₂. A incorporação de aditivos ao cimento, como a pozolana, também é uma alternativa viável para reduzir o consumo de recursos naturais, sendo que seu grau de eficiência pode variar com base na formulação específica e nas condições de aplicação. como explicado por Abrão, Cardoso e John (2020).

Como sugerido no artigo de Bogas (2022) no processo de reciclagem, a capacidade de reidratação do cimento endurecido pode ser restaurada, com uma redução potencial de mais de 50% na energia térmica e mais de 60% nas emissões de carbono, uma vez que a fase de descarbonação na produção de clínquer é evitada. Porém outras metodologias de reciclagem, para além da reidratação do cimento, ainda estão sendo estudadas, principalmente por se tratar de um assunto bastante recente.

Este estudo, por sua vez, começou avaliando a caracterização do cimento CPV, para então comparar com as caracterizações do cimento reciclado, utilizando da mesma metodologia de reciclagem do artigo de Zanovello et al. (2023) começando com a pasta de cimento sendo moída e calcinada para depois ser reutilizada. Além da caracterização do cimento reciclado, este estudo também busca trabalhar e entender melhor a estabilidade volumétrica do cimento hidratado e do reciclado, uma vez que é essencial para manter a integridade do concreto, evitando variações indesejadas de volume, ao ajustar as proporções e usar aditivos. Estudar o comportamento do cimento, especialmente após a reciclagem, é crucial para garantir a durabilidade das estruturas que serão construídas.

No entanto, como não foi possível terminar o processo de reciclagem, a caracterização e foi feita apenas com uma parte do cimento moída e a outra parte calcinada, por questões de tempo e dos materiais disponíveis, e em relação a estabilidade volumétrica do cimento, o estudo específico ainda não foi iniciado.

2. Objetivo

Visando averiguar a possibilidade de reciclagem do cimento, o objetivo deste trabalho é estudar a estabilidade volumétrica do cimento reciclado, suas caracterizações e seu comportamento, sobretudo em comparação à estabilidade do cimento hidratado.

3. Material e Métodos

Para realizar o estudo acerca da possibilidade de reciclar o cimento, foi utilizado o Cimento Portland CPV da marca Holcim, por ser o tipo de cimento com menor teor de adição mineral. Toda a produção da pasta de cimento e da argamassa seguiram as normas NBR 7215 (ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2019) e a NBR 16541 (2016), respectivamente. De forma a realizar a análise dimensional da argamassa, foi seguida a NBR 15261 (ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005). E seguindo o mesmo procedimento de ZANOVELLO (2023), a reciclagem do cimento é feita com a moagem do material hidratado e sua calcinação a aproximadamente 500°C.

Também foram realizadas caracterizações do material, tanto do pó do cimento, quanto da pasta de cimento hidratado moída e calcinada. Para isso, foram realizadas análises através de imagem como o MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), ensaios termo analíticos como o TGA (Analisador Termogravimétrico) e o DSC (Calorimetria Exploratória de Varredura) e o ensaio de granulometria, além do estudo acerca a resistência à compressão do material.

A granulometria foi realizada utilizando um analisador de tamanho de partícula por difração a laser modelo BetterSize S3 Plus, no qual a amostra do material a ser estudado é dispersada em meio líquido, geralmente em meio aquoso, e um raio laser passa através do meio, sendo difratado pelas partículas, e por conta de sua reatividade com a água, no caso do cimento, o meio líquido é alcoólico.

O primeiro ensaio termo analítico TGA acompanha a variação da massa da amostra em função da programação de temperatura ao longo de determinado tempo, obtendo a maior variação de massa do cimento CPV, hidratado e moído e hidratado e calcinado, a uma temperatura máxima. Já o segundo ensaio termo analítico DSC mede as mudanças físicas ou químicas de uma substância em função de uma variação controlada da temperatura, sendo esta variação medida através da Entalpia (ΔH), obtendo-se um fluxo máximo de calor. Ambas essas técnicas são fundamentais para encontrar temperaturas características de determinado material, tais como temperatura de fusão, temperatura de cristalização, temperatura de oxidação ou temperatura de decomposição

Por último, foram realizadas as análises morfológicas das amostras com o uso do MEV. A análise consiste em um feixe de elétrons focalizado que varre a amostra e tal interação com a matéria gera diferentes sinais que podem oferecer informações a respeito da morfologia da amostra, sendo as análises estruturais ou químicas, viabilizando a descoberta da composição do CPV, além de imagens, tanto do CPV, quanto do cimento hidratado e calcinado e do cimento hidratado e moído, na resolução de 5.000x.

3.1 Etapa Inicial

No começo do estudo, foi feita uma primeira batelada de pasta de cimento e outra batelada de argamassa, ambas com relação água/cimento (a/c) 0,48 com o objetivo de testar os materiais já disponíveis no laboratório para então decidir como seriam os próximos passos. Nesse primeiro momento, foi necessário colocar 1,5kg de cimento CPV no misturador mecânico, para depois adicionar 720g de água na velocidade baixa por 2min. Em seguida, ocorreu um intervalo para limpar a lateral do recipiente e então a pasta foi misturada por mais 2min em velocidade alta. Ao final da mistura da pasta de cimento, foi realizado o teste de mini-Slump, que avalia a trabalhabilidade de pastas cimentícias.

Então, a pasta foi colocada nos moldes dos corpos de prova (CPs) cúbicos com 2,5cm de largura e nos moldes das placas, todos previamente untados com desmoldante. Por fim, todos os

moldes foram cobertos com filme PVC e colocados na câmara úmida com temperatura entre 23°C e 24°C e aproximadamente 95% de umidade.

A produção da batelada de argamassa foi feita a partir da NBR 7215 (ABNT, 2019), sendo que estes corpos de prova (CPs) possuíam 5cm de diâmetro e 10cm de altura; e a partir da NBR 15261 (ABNT, 2005) foi feita a sua análise dimensional.

Em relação à resistência do cilindro de argamassa, foram realizados dois ensaios, ambos com velocidade de deslocamento da prensa de 0,25MPa/s, e tendo início com 1 dia da moldagem inicial. Também foi realizado o Ensaio de Compressão na prensa hidráulica de dois CPs cúbicos de pasta de cimento com velocidade de deslocamento da prensa de 0,02mm/s. No entanto, a partir do primeiro ensaio de resistência, fora necessário mudar a prensa hidráulica utilizada para os ensaios seguintes de argamassa, uma vez que o cilindro foi estilhaçado e o marco de sua resistência à compressão ficou impreciso.

3.2 Moagem

Paralelamente aos ensaios de resistência à compressão, foi dado início aos testes da moagem, começando com um teste da pasta de cimento no moinho de multiuso e outro teste da pasta no moinho ultra centrífugo, sendo que a menor granulometria obtida foi de 23,37µm. No entanto, ambos os moinhos eram muito complexos e ineficientes, pois não tinham “fluidez”, e acabaram sendo impraticáveis ao ser levado em consideração a quantidade de cimento que ainda precisaria ser moído.

Na tentativa de solucionar o problema da “fluidez” do moinho, foi utilizado o moinho de facas, mas este possuía uma grelha muito grossa para a granulometria esperada, sendo novamente um outro moinho ineficaz. Foi realizada uma outra moagem com um triturador de mandíbulas, que serviu apenas para transformar as placas e os outros CPs de cimento em pequenos pedregulhos, cuja granulometria foi de aproximadamente 8mm, não sendo a granulometria esperada.

Por último, foi utilizado o moinho de bolas com ferragem, e, em um primeiro momento utilizando o recipiente cerâmico. Neste, o cimento acabou grudando nas bolas e depois de um tempo parou de moer satisfatoriamente a amostra.

Desta forma, foi realizada outra tentativa de moagem no moinho de bolas, mas utilizando um recipiente metálico, que por sua vez também não deu certo.

Com o objetivo de dar continuidade na pesquisa, a próxima tentativa de moagem será utilizar o moinho de martelos.

3.3 Produção dos CPs

Após a etapa de teste dos equipamentos e materiais, deu-se início à produção da pasta de cimento de acordo com a NBR 7215 (ABNT, 2019) e proporção a/c de 0,48. Em um período de 30s, foi necessário colocar 1,75kg de cimento na cuba do misturador mecânico e depois adicionar 840g de água para depois bater por 2min em velocidade baixa. Em seguida, o misturador ficou parado por 30s para realizar-se a raspagem lateral e foi ligado novamente por mais 2min, mas dessa vez em velocidade alta. Por fim, a pasta foi passada para as formas cúbicas com 2,5cm de aresta com desmoldante passado previamente. Foram realizadas 4 bateladas para satisfazer a quantidade de cubos necessária, utilizando um total de 3,5kg de cimento e 1,68kg de água, medindo em uma balança analítica com precisão de uma casa decimal em grama. O procedimento foi realizado a 21,9°C e com umidade de 67%.

Em relação à argamassa, o procedimento foi realizado com 3 bateladas de acordo com a NBR 16541 (ABNT, 2016) e proporção a/c de 0,48, utilizando 15 moldes cilíndricos com 5cm de diâmetro e 10cm de altura, com temperatura ambiente de 21,8°C e umidade de 67%. A análise dimensional seguiu a NBR 15261 (ABNT, 2005), com três moldes prismáticos de aço com 25 mm x 25 mm x 285 mm e comprimento efetivo de 285 mm e para a análise dimensional foi utilizado uma balança analítica e um aparelho comparador de comprimento com resolução de 0,001 mm.

3.4 Análise Dimensional

Com o objetivo de determinar a variação dimensional, se ocorreu retração ou expansão linear e perda ou ganho de massa, foi feita a análise dimensional de 3 CPs com 1 e 7 dias, na análise teste, e depois com 1, 7 e 28 dias na análise oficial, sendo que ambos os ensaios foram realizados de acordo com a NBR 15261 (ABNT, 2005).

3.5 Início da Reciclagem

Com o término dos ensaios de resistência à compressão da pasta de cimento e da argamassa, e após a determinação da variação dimensional, foi dado início ao preparo do material para então começar a reciclagem. Com aproximadamente metade da pasta de cimento já rompida, separando este material a partir da “repartição”, iniciaria a moagem para depois calcinar a amostra, enquanto a outra metade seria primeiro calcinada para depois iniciar a moagem.

A calcinação de 788,10g de pasta de cimento foi feita na mufla, com aumento de temperatura de 10°C/min até atingir um patamar de 500°C, permanecendo 3h neste. Após a calcinação, a amostra foi mantida em um dessecador por 24h, e então pesada.

Já a moagem foi feita em um moinho de bolas, no qual 807,40g da amostra ficou por 20h. No entanto, após o término deste procedimento, apenas 182,88g da amostra inicial foi satisfatoriamente moída, sendo que parte do material grudou nas bolas do moinho e outra grande parte nem sequer foi moída.

4. Resultados e Discussão

4.1 Variação Dimensional

Através da primeira análise dimensional, foi percebido ao longo dos 7 dias que os corpos de prova ficaram mais claros, e, de acordo com a Tabela 1, perderam 7,41g, uma perda de, aproximadamente, 1,79% de sua massa inicial e retraíram 0,115mm/m. Esta perda de massa ocorreu devido a perda de água do corpo de prova, que por sua vez provocou uma retração e um aumento na sua variação dimensional.

A partir da análise da variação dimensional após os 28 dias, foi observada uma retração média de 0,260 mm/m com desvio padrão de 0,075mm, e uma perda de massa média de 0,03g com desvio padrão nulo, como representado na Tabela 2.

Tabela 1 – Resultado da Variação Dimensional do Ensaio Teste

Idade	Variação Dimensional (mm/m)			
	CP1	CP2	CP3	MÉDIA
1	-1,491	-1,252	-1,788	-1,510
7	-1,603	-1,367	-1,905	-1,625
ϵ_i (mm)	-0,45	-0,46	-0,47	-0,46
Desvio absoluto máximo			0,01	
Idade	Variação de massa (g)			
	CP1	CP2	CP3	MÉDIA
1	423,86	411,78	407,60	414,41
7	417,03	404,11	399,87	407,00
Δm_i (%)	-1,6	-1,9	-1,9	-1,8
Desvio absoluto médio			0,18	

Tabela 2 – Variação Dimensional ao longo de 28 dias

Idade	Variação Dimensional (mm/m)			
	CP1	CP2	CP3	MÉDIA
1	0,351	0,065	-0,318	0,033
7	0,361	0,082	-0,316	0,042
28	0,268	-0,010	-0,355	-0,032
ε_i (mm)	-0,33	-0,30	-0,15	-0,26
Desvio absoluto máximo			0,11	
Idade	Variação de massa (g)			
	CP1	CP2	CP3	MÉDIA
1	411,23	409,19	421,13	413,85
7	402,80	401,95	413,29	406,01
28	400,28	399,31	409,92	403,17
Δm_i (%)	-2,7	-2,4	-2,7	-2,6
Desvio absoluto máximo			0,17	

A variação dimensional é calculada a partir da seguinte expressão: $\varepsilon_i = \frac{L_i - L_0}{0,25}$

Onde ε é a medida da variação dimensional caracterizada como retração (quando negativa) ou expansão (quando positiva) na idade “i”, mensurada em mm/m; L_i é leitura efetuada na idade final, em milímetros; L_0 é a leitura efetuada após a desforma, em milímetros; e i é a idade de leitura.

A variação de massa é calculada a partir da equação: $\Delta m_i = \frac{m_i - m_0}{m_0} * 100$, onde Δm é a variação de massa, arredondada ao décimo mais próximo, em porcentagem; m_i é a massa na idade final, em gramas e m_0 é a massa após a desforma do corpo de prova, em gramas.

O desvio absoluto máximo dos ensaios é calculado através da diferença entre a variação média e a variação individual que mais se afasta dessa média. Para a variação teste, foi utilizado o resultado do CP1, enquanto para a variação dos 28 dias foi utilizado o resultado do CP3. Uma vez que tais desvios obtidos das variações dimensional experimental e de 28 dias foram de 0,01 mm e de 0,11 mm, respectivamente, sendo estes menores que 0,20 mm/m, ambos os ensaios podem ser considerados válidos, sem necessidade de calcular-se uma nova média.

4.2 Resistência à compressão dos corpos de prova

A resistência média à compressão da pasta de cimento com 7 e 21 dias, foi de 23,4 MPa e 28,7 MPa, como representado na Gráfico 1 – Resistência à Compressão da Pasta de Cimento. No entanto, no segundo ensaio, um dos corpos resistiu a uma tensão de 22,4 MPa, enquanto o outro corpo resistiu à 35,0 MPa.

O primeiro ensaio de resistência da argamassa aconteceu com 3 dias após a moldagem, no qual obteve-se uma resistência de 4,8MPa. Após os 7 dias, o resultado obtido foi de 25,8MPa e após 21 dias foi de 30,6 MPa, como está representado na Figura 2 .

Figura 1 – Resistência à Compressão da Pasta de Cimento com 7 e 21 dias

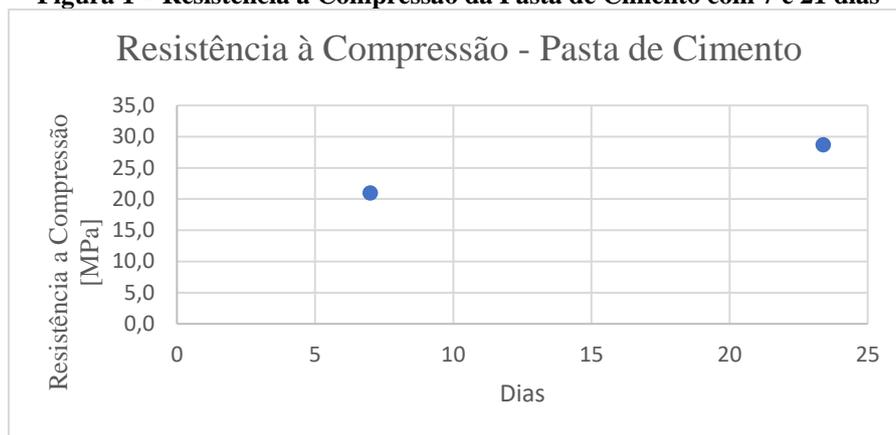
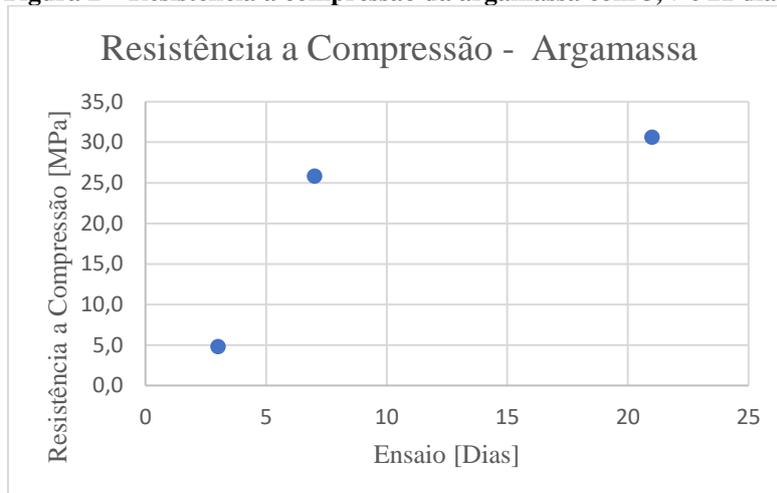


Figura 2 – Resistência à compressão da argamassa com 3, 7 e 21 dias



A partir do primeiro ensaio de resistência à compressão que foi realizado com 1 dia, a resistência média foi de 13,74 MPa para a pasta de cimento, como representado no Gráfico 3 . Ao final dos 91 dias, foi obtida uma resistência à compressão de 26,05 MPa.

Com 7 dias, foi obtida uma resistência média de 44,45 Mpa para a Argamassa, como representado no Gráfico 4. Os ensaios seguintes foram realizados com 28, 49, 70 e 91 dias, atingindo uma resistência máxima de 51,35 MPa.

Figura 3 – Resistência à Compressão da Pasta de cimento ao longo de 91 dias

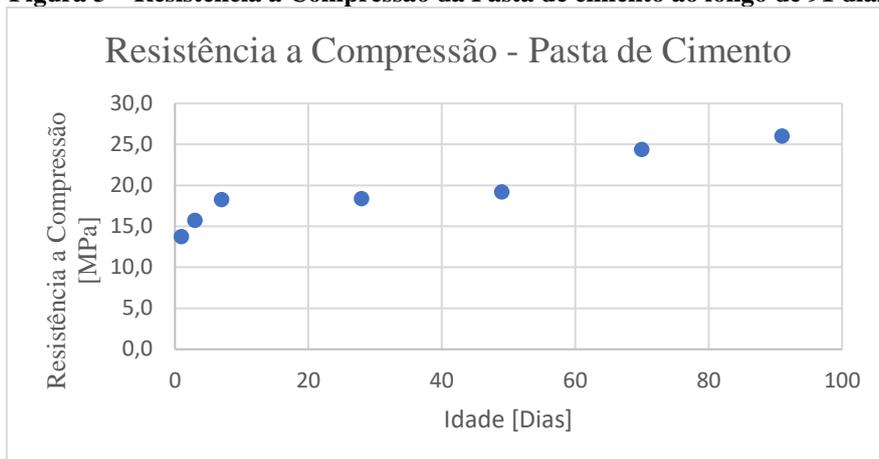
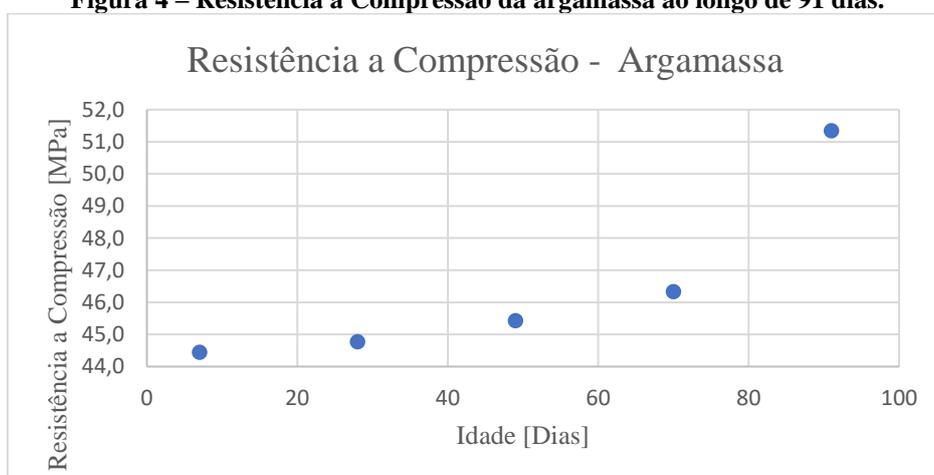


Figura 4 – Resistência à Compressão da argamassa ao longo de 91 dias.



4.3 Reciclagem

Após a calcinação de 788,10g de pasta de cimento feita na mufla e a dessecação por 24h, a amostra foi pesada novamente, obtendo uma massa de 553,33g. Dessa forma, pode-se concluir que ocorreu uma perda de massa de aproximadamente 30%, o que era esperado, de acordo com a pesquisa feita por ZANOVELLO, et al. (2023).

4.4 Ensaios de Caracterização

Com o objetivo de realizar a caracterização do cimento CPV antes de ser utilizado, o CPV hidratado e calcinado e hidratado e moído, foram realizados alguns ensaios como a sua distribuição granulométrica por difração a laser, DSC, TGA, e MEV, como mostram as imagens a seguir.

Figura 5 – Distribuição granulométrica do CPV em μm

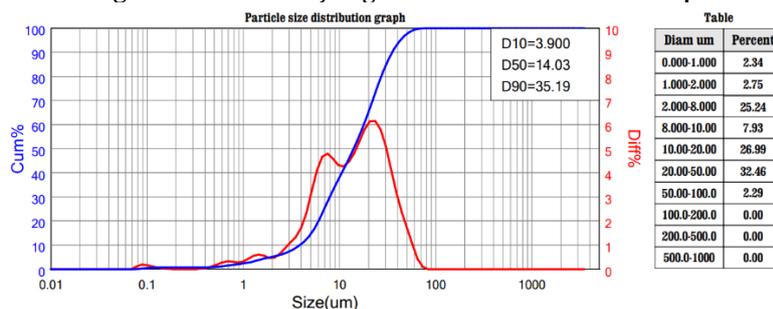
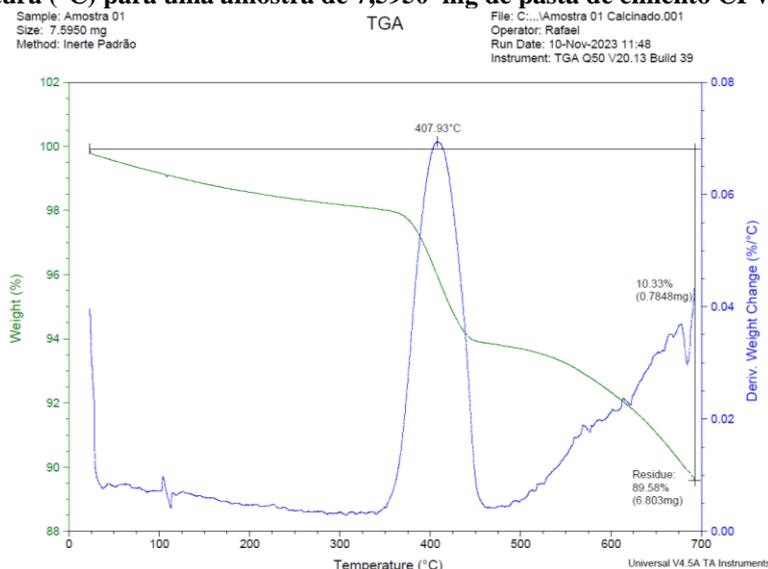
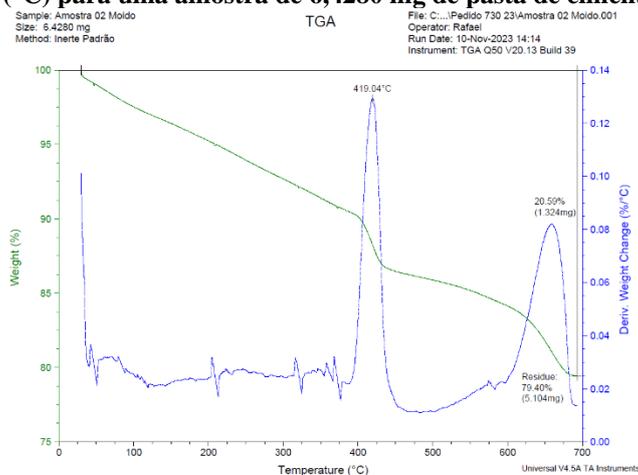


Figura 8 – Gráfico fornecido pelo TGA representando a variação do Fluxo de Calor (W/g) em função da Temperatura (°C) para uma amostra de 7,5950 mg de pasta de cimento CPV Calcinado



A partir da Figura 8 ,na qual a curva verde representa a variação de massa da amostra, enquanto a curva azul representa a sua variação de temperatura, a análise termogravimétrica (TGA) indica que a amostra de cimento hidratado calcinado possui maior variação de massa ao passar de 407,93 °C.

Figura 9 – Gráfico fornecido pelo TGA representando a variação do Fluxo de Calor (W/g) em função da Temperatura (°C) para uma amostra de 6,4280 mg de pasta de cimento CPV moída.



A partir da análise termogravimétrica (TGA), a amostra de cimento hidratado moído possui maior variação de massa ao passar de 419,04°C, sendo que a curva verde representa a variação de massa da amostra, enquanto a curva azul representa a sua variação de temperatura no gráfico da Figura 9 .

Figura 10 – Composição química da amostra de Cimento a partir da análise EDS realizada no ensaio de MEV.

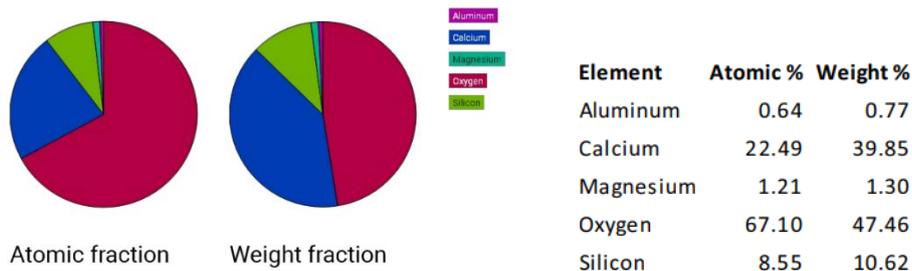


Figura 11 – Imagem produzida pelo MEV da amostra de cimento CPV com magnitude de (a) 10.000x e (b) 5.000x de magnitude.

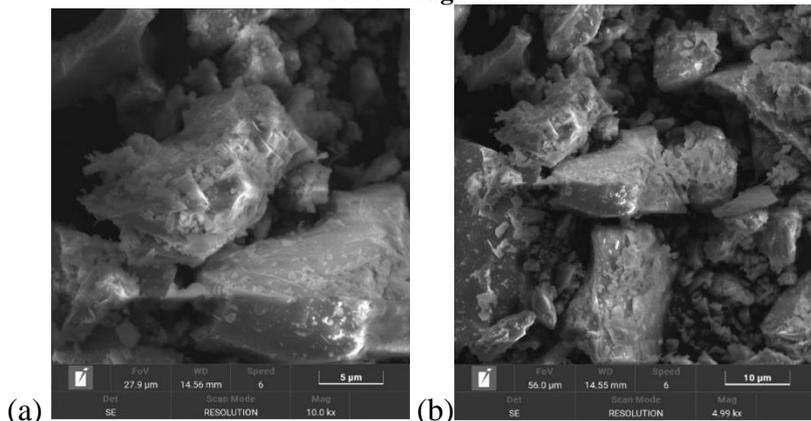
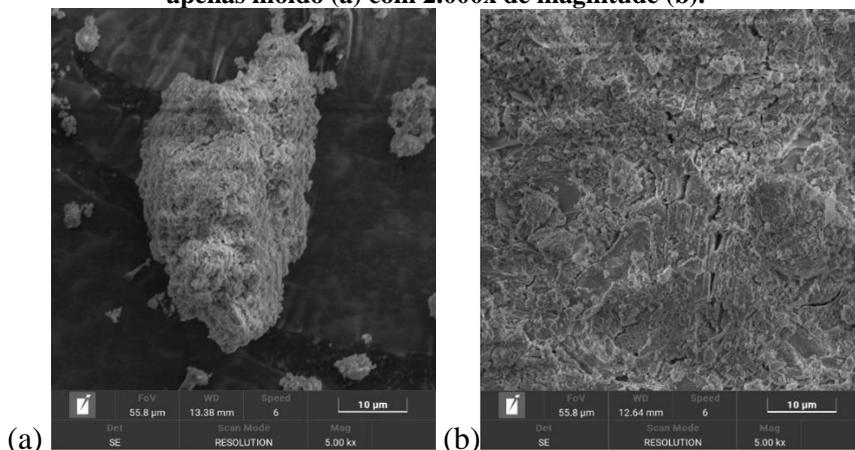


Figura 13 – Imagens produzidas pelo MEV da amostra de pasta de cimento hidratado apenas calcinado (a) e apenas moído (a) com 2.000x de magnitude (b).



A partir das imagens geradas pelo MEV, é possível ver com muito mais clareza a morfologia do cimento CPV, ao contrário das imagens com cimento hidratado, uma vez que já ocorreu o processo de aglutinação, consequência de sua hidratação.

Em relação ao cimento hidratado, as imagens estão pouco claras e inconclusivas. Ainda assim, é possível ver que o cimento hidratado e calcinado possui uma morfologia aparentemente mais uniforme do que o cimento hidratado e moído.

5. Conclusões

Com os ensaios realizados, foi possível averiguar as informações primárias acerca da caracterização do cimento CPV, tais como variação dimensional da argamassa com retração média de 0,260mm e perda de massa de 2,58%, e um notável clareamento na coloração dos corpos de prova.

Foi também relatada uma resistência máxima de 26,05 MPa para a pasta de cimento e de 51,35 MPa para a argamassa.

A partir das análises termogravimétricas realizadas, foi possível notar uma queda de mais de 200°C para ocorrer variação de massa da amostra de cimento ao longo do tempo. Para o cimento CPV, a temperatura necessária para a variação máxima foi de 658,54°C, para o cimento hidratado e calcinado foi de 407,93°C e para o cimento hidratado e moído foi de 419,04°C. Pela estatística, o resultado foi inconclusivo.

Com o ensaio de granulometria, através da reciclagem, será necessário chegar em grãos de cimento reciclado com tamanhos entre 19 e 20 µm, após a moagem, uma vez que o grão de cimento CPV possui granulometria de 19,52 µm.

Através dos ensaios realizados pelo MEV, foi possível ter uma noção inicial tanto da morfologia, quanto da composição do cimento CPV antes de ser hidratado. Já a partir da hidratação, as imagens se mostraram pouco claras

Em virtude de limitações temporais e contratempos, o estudo acerca da estabilidade volumétrica da reciclagem do cimento não pôde alcançar uma conclusão definitiva, apesar de estar encaminhado para ter continuidade no ano seguinte de 2024.

6. Referências Bibliográficas

- ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215:2019 - Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos** Rio de Janeiro ABNT, , 2019.
- ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16541:2016 - Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos — Preparo da mistura para a realização e ensaios** Rio de Janeiro, 2016.
- ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 15261:2005 - Argamassa para assentamento e revestimento de paredes e tetos – Determinação da variação dimensional (retração ou expansão linear)** Rio de Janeiro, 2005.
- WANG, Junjie; MU, Mulan; LIU, Yongliang. Recycled cement. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 190, p. 1124-1132, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.181>.
- ABRÃO, Pedro Cesar R.A.; CARDOSO, Fábio A.; JOHN, Vanderley M.. Efficiency of Portland-pozzolana cements: water demand, chemical reactivity and environmental impact. **Construction And Building Materials**, [S.L.], v. 247, p. 118546, jun. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118546>.
- BOGAS, José Alexandre; REAL, Sofia; CARRIÇO, Ana; ABRANTES, J.C.C.; GUEDES, Mafalda. Hydration and phase development of recycled cement. **Cement And Concrete Composites**, [S.L.], v. 127, p. 104405, mar. 2022. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cemconcomp.2022.104405>.
- ZANOVELLO, Mateus; BALDUSCO, Raphael; JOHN, Vanderley M.; ANGULO, Sérgio C.. Strength-porosity correlation and environmental analysis of recycled Portland cement. **Resources, Conservation And Recycling**, [S.L.], v. 190, p. 106763, mar. 2023. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.resconrec.2022.106763>.