

# Ana Luisa Tavares Torres

# Avaliação dos mecanismos de degradação do concreto por ataque de ácido sulfúrico

### Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil do Departamento de Engenharia Civil e Ambiental da PUC-Rio.

> Orientador: Prof. Flávio de Andrade Silva Coorientadora: Dr<sup>a</sup>. Lourdes Maria Silva de Souza

Rio de Janeiro Dezembro de 2017





# Ana Luisa Tavares Torres

# Avaliação dos mecanismos de degradação do concreto por ataque de ácido sulfúrico

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Flávio de Andrade Silva Orientador Departamento de Engenharia Civil e Ambiental – PUC-Rio

Dr<sup>a</sup>. Lourdes Maria Silva de Souza Coorientadora Departamento de Engenharia Civil e Ambiental – PUC-Rio

Prof. Daniel Carlos Taissum Cardoso

Departamento de Engenharia Civil e Ambiental - PUC-Rio

**Prof. Maria Isabel Pais** Departamento de Engenharia Química e de Materiais – PUC-Rio

## Prof. Márcio da Silveira Carvalho

Coordenador Setorial do Centro Técnico Científico - PUC-Rio

Rio de Janeiro, 15 de dezembro de 2017.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

### Ana Luisa Tavares Torres

Graduada em Engenharia Civil pela Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UERJ – em 2014. Principais áreas de interesse: Estruturas de Concreto, durabilidade e materiais compósitos.

Ficha Catalográfica

Torres, Ana Luisa Tavares

Avaliação dos mecanismos de degradação do concreto por ataque de ácido sulfúrico / Ana Luisa Tavares Torres; orientador: Flávio de Andrade Silva; coorientadora: Lourdes Maria Silva de Souza – 2017. 135 f.: il. color.; 30 cm.

Dissertação (mestrado)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, 2017. Inclui bibliografia.

1. Engenharia Civil e Ambiental – Teses. 2. Corrosão. 3. Durabilidade. 4. Ácido sulfúrico. 5. Bactéria. I. Silva, Flávio de Andrade. II. Souza, Lourdes Maria Silva de. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Civil e Ambiental. IV. Título.

CDD: 624

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1521366/CA

Aos meus pais Denise e Hernani e A meu noivo Felipe por todo amor e apoio.

### Agradecimentos

Gostaria de agradecer imensamente aos meus pais Denise e Hernani e todos meus familiares que me deram todo apoio, incentivo e que estavam ao meu lado em todas as etapas da minha vida. Também ao meu noivo Felipe que apoiou todos os meus sonhos, sempre ao meu lado nos momentos de alegria e angustia, sempre me fazendo acreditar no meu potencial.

Ao meu orientador, Flávio de Andrade Silva, expresso minha gratidão pelo incentivo à pesquisa e todo o suporte, sugestões e ensinamento compartilhados ao longo dos anos de mestrado. À minha coorientadora, Lourdes Maria Silva de Souza, por todas as ideias, sugestões, conhecimentos compartilhados e explicações dadas.

Também agradeço à Professora Maria Isabel Pais pelo suporte dado à minha pesquisa, me permitindo utilizar o laboratório para meus ensaios químicos e análises realizadas, como também às técnicas do laboratório por todo o auxílio ao longo dos ensaios realizados.

Meu muito obrigado aos professores da PUC-Rio, em especial ao professor Daniel Carlos Taissum Cardoso por todo incentivo. Como também os professores da UERJ que antecederam no meu ingresso na pós-graduação da PUC-Rio.

Agradeço todos funcionários do Laboratório de Estruturas e Materiais da PUC-Rio por todo auxílio prestado na realização dos meus ensaios. Meu profundo agradecimento ao técnico Euclides Domingues de Moura Neto, cujo carinho, amizade e dedicação inspiradora irão me acompanhar eternamente.

Aos grandes amigos da PUC-Rio, cujo apoio e amor foram fundamentais durante todo o Mestrado. Felizmente são muitos, dentre os quais Ana Carolina, Belarmino, Daiana, Fernanda, Felipe, Gisele, Júlia, Letícia, Paula, Rafael, Raylane, Rebecca e Vitor, que tornaram esse período de extrema alegria e boas recordações.

À Capes e à PUC-Rio pelo suporte financeiro, sem o qual esta pesquisa não poderia ser realizada.

Por fim, agradeço a todos os demais colegas da PUC-Rio, professores, técnicos, funcionários e que me deram suporte até conclusão deste trabalho.

### Resumo

Tavares Torres, Ana Luisa; de Andrade Silva, Flávio (Orientador); Silva de Souza, Lourdes Maria (Coorientadora). **Avaliação dos mecanismos de degradação do concreto por ataque de ácido sulfúrico.** Rio de Janeiro, 2017. 135p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A degradação do concreto pode ocorrer a partir de processos bioquímicos, especialmente no caso de elementos que fazem parte das redes do sistema de esgoto devido a produção de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) de maneira biogênica por certos tipos de bactérias. O presente estudo tem como objetivo investigar esse processo corrosivo e as propriedades mecânicas residuais de amostras de concreto expostas a soluções de  $H_2SO_4$  de diferentes concentrações (0,5%, 1% e 3%) e ao esgoto doméstico. Foram produzidos dois concretos: um com fator a/c igual a 0,83 e um de alto desempenho, com a/c de 0,28. As amostras foram curadas por períodos de 28, 63 e 91 dias e avaliadas após períodos de imersão nas soluções por 28 e 84 dias, com monitoramento do pH das soluções e da perda de massa das amostras. Após o fim da imersão, os concretos tiveram suas propriedades mecânicas residuais avaliadas por meio de ensaios de resistência à compressão direta e à tração indireta. Os resultados da pesquisa mostram uma maior perda de massa, assim como uma maior redução da resistência mecânica nas amostras com maior volume de cimento. As amostras de concreto convencionais imersos em ácido apresentaram perda de até 42% na resistência à compressão, enquanto que as amostras de alto desempenho apresentaram redução de até 87% em comparação com amostras não atacadas. Em relação aos corpos de prova imersos em esgoto doméstico, nenhum concreto sofreu perda significativa de massa e resistência, provavelmente devido ao tempo de exposição limitado.

### Palavras-chave

Corrosão; durabilidade; ácido sulfúrico; bactéria

### Abstract

Tavares Torres, Ana Carolina; de Andrade Silva, Flávio (Advisor); Silva de Souza, Lourdes Maria (Co-advisor). **Evaluation of concrete degradation mechanisms by sulfuric acid attack.** Rio de Janeiro, 2017. 135p. Dissertação de Mestrado – Departamento de Engenharia Civil e Ambiental, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The degradation of concrete may occur from biochemical processes, especially where concrete elements of the sewage system networks due to the production of biogenic sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) by certain types of bacteria. This study aims to study this corrosion process and residual mechanical properties of concrete samples exposed to  $H_2SO_4$  solutions on different concentrations (0.5%, 1% and 3%) and domestic sewage. Two concretes were produced: one with 0.83 w/c ratio with high performance, with w/c ratio of 0.28. The samples were cured for periods of 28, 63 and 91 days and were evaluated in periods of 28 and 84 days of immersion, with the pH of the solutions and the weight loss of the samples being monitored. After the immersion periods, the concretes had their residual mechanical properties evaluated by compressive strength and Brazilian split tests. Research results have shown a greater weight loss and higher reduction of mechanical strength on specimens with higher percentage of cement. The conventional concrete specimens immersed in acid showed 42% loss in compressive strength, whereas the highperformance samples showed a reduction up to 87% when compared to nonattacked samples. Regarding the specimens immersed in domestic sewage, neither concrete suffered significant loss of mass and strength, probably due to limited exposure time.

### Keywords

Corrosion; durability; sulfuric acid; bacteria

# Sumário

1. Introd	ução	21
1.1. N	lotivação	22
1.2. C	Dbjetivos	24
1.3. C	Organização do Trabalho	24
2. Revis	ão Bibliográfica	26
2.1. E	tapas do Processo de Degradação do Concreto a partir do	
Ácido Su	Ilfúrico de origem Biogênica	26
2.1.1.	Bactérias Anaeróbicas	27
2.1.2.	Bactérias Aeróbicas	28
2.1.3.	Fatores que afetam o processo de dissolução do cimento	29
2.1.4.	Mecanismos de dissolução do material cimentício	33
2.2. T	ipos de Ensaios	35
2.2.1.	Ensaio Químico Acelerado	36
2.2.2.	Ensaio biológico acelerado	46
2.2.3.	Ensaios In Loco	49
3. Progra	ama Experimental	53
3.1. N	lateriais Utilizados	54
3.1.1.	Material Cimentício	54
3.1.2.	Agregados	54
3.1.3.	Adições Minerais	55
3.1.4.	Superplastificante	56
3.2. N	listura	56
3.2.1.	Concreto Convencional (CC)	56
3.2.2.	Concreto de Alto Desempenho (CAD)	56

3.2.3. Moldagem
3.3. Métodos de Ensaio
3.3.1. Teste de imersão química
3.3.2. Teste de imersão biogênica61
3.4. Ensaios Mecânicos
3.5. Ensaios de Análise Química por meio de Solução de
Fenolftaleína65
4. Resultados e Discussão67
4.1. Concretos com tempo de cura de 28 dias67
4.1.1. Período de imersão de 28 dias67
4.1.2. Período de imersão de 84 dias87
4.2. Análise da influência do tempo de cura no estudo
do comportamento mecânico dos concretos durante os ensaios de
imersão química
4.3. Análise da influência do tempo de cura no estudo
do comportamento mecânico dos concretos durante os ensaios de
imersão em esgoto119
5. Conclusões e trabalhos futuros
5.1. Conclusões
5.2. Sugestões de trabalhos futuros
6. Referências bibliográficas
Anexo A

# Lista de Figuras

Figura 1.1 – Sinais de corrosão em estrutura de concreto em uma rede de
tratamento após 7 anos de serviço [11]
Figura 2.1 – Esquema descritivo dos processos químicos e biológicos
envolvidos no processo de produção do $H_2SO_4$ de maneira biogênica26
Figura 2.2 – Exemplo de seção de tubulação de concreto ilustrando os
processos envolvidos na produção do $H_2SO_4$ gerando a corrosão por ação do
esgoto [30]27
Figura 2.3 – Teto de galeria de águas pluviais com sinais de degradação devido
à ação de $H_2S$ [2]
Figura 2.4 – Parte superior da tubulação por gravidade presente em uma rede
de esgoto na Áustria apresentando sinais de degradação [16]32
Figura 2.5 – Amostras de concreto de diferentes fatores a/c após 27 dias de
imersão na solução de 2% de $H_2SO_4$ [29]37
Figura 2.6 – Resistência das amostras após a imersão nas soluções de $H_2SO_4$
de diferentes concentrações; adaptado de [37]
Figura 2.7 – Perda de massa das amostras após imersão nas soluções de $H_2SO_4$
de diferentes concentrações; adaptado de [37]40
Figura 2.8 – Equipamento utilizado no ensaio químico de degradação acelerada
(TAP) [22]
Figura 2.9 – Perda de espessura das amostras após o ensaio de degradação
química; adaptado de [22]42
Figura 2.10 – Perda de massa e resistência das amostras de acordo com a adição
de cinza volante; adaptado de [23]43
Figura 2.11 Câmara de simulação utilizada para ensaio biológico acelerado
[25]
Figura 2.12 Comparação entre a amostra de controle e após 60 dias de
exposição ao ácido sulfúrico produzido pela A. Thiooxidans [4]48
Figura 2.13 – Deterioração de amostra de argamassa imersa parcialmente em
esgoto na planta de demonstração por 9 meses [32]

Figura 2.14 – Tubulação para ensaios in loco com regiões constituídas por		
diferentes materiais e perda de espessura dos mesmos devido à corrosão [35]52		
Figura 3.1 – Gráfico da distribuição granulométrica dos: (a) agregados; (b)		
adições [38]55		
Figura 3.2 – Concretagem das amostras: (a) Misturador de bancada; (b)		
Moldagem dos corpos de prova		
Figura 3.3 – Equipamentos utilizados para adequação das amostras: (a) serra		
de corte; (b) faceador		
Figura 3.4 – Procedimentos do ensaio de imersão química: (a) preparação das		
soluções de $H_2SO_4$ em balão volumétrico; (b) capela utilizada para produção e		
imersão das amostras nas soluções de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 59		
Figura 3.5 – Sinais de corrosão na rede de transporte de esgoto antes de		
qualquer tratamento61		
Figura 3.6 – Coleta e armazenamento do esgoto coletado: (a) enchimento dos		
galões; (b) vista geral do local da coleta		
Figura 3.7 – Ensaio de degradação biológica através de imersão em esgoto63		
Figura 3.8 – Configuração utilizada para os ensaios: (a) compressão axial; (b)		
tração indireta por compressão diametral		
Figura 4.1 – Resultados obtidos para corpos de prova de concreto convencional		
e de alta resistência curados por 28 dias e expostos a soluções de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e		
esgoto por 28 dias nos ensaios de: (a) compressão axial; (b) compressão		
diametral69		
Figura 4.2 – Gráficos de tensão versus deformação das amostras curadas por		
28 dias e expostas a soluções de $H_2SO_4$ por 28 dias para os ensaios de		
compressão axial dos cilindros de: (a) concreto de alto desempenho; (b)		
concreto convencional72		
Figura 4.3 – Gráficos de tensão versus deformação das amostras curadas por		
28 dias e expostas a soluções de esgoto por 28 dias para os ensaios de		
compressão axial dos cilindros de: (a) concreto de alto desempenho; (b)		
concreto convencional72		
Figura 4.4 – Gráficos de tensão versus abertura de fissura das amostras		
curadas por 28 dias e expostas a soluções de H2SO4 por 28 dias para os ensaios		
de compressão diametral dos discos de: (a) concreto de alto desempenho; (b)		
concreto convencional73		

Figura 4.5 – Gráficos de tensão versus abertura de fissura das amostras
curadas por 28 dias e expostas a soluções de esgoto por 28 dias para os ensaios
de compressão diametral dos discos de: (a) concreto de alto desempenho; (b)
concreto convencional74
Figura 4.6 – Disco de concreto de alto desempenho após 28 dias de imersão em
solução de 3% de $H_2SO_4$ que apresentou desplacamento na execução do ensaio
de compressão diametral
Figura 4.7 – Ensaio de compressão diametral: (a) início do ensaio; (b) fim do
ensaio com a ruptura da amostra
Figura 4.8 – Corrosão observada nas amostras de concreto de alto desempenho
imersas em solução de 3% de H2SO4 após período de: (a) uma semana; (b) três
semanas76
Figura 4.9 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto de alto
desempenho após 28 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes
da limpeza; (b) depois da limpeza76
Figura 4.10 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto
desempenho após 28 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes
da limpeza; (b) depois da limpeza77
Figura 4.11 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto convencional
após 28 dias de imersão em solução de 3 % de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : (a) antes da limpeza; (b)
depois da limpeza77
Figura 4.12 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional
após 28 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes da limpeza; (b)
depois da limpeza78
Figura 4.13 – Variação de massa dos cilindros (ensaio de compressão axial) de
28 dias de cura após 28 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto
desempenho; (b) concreto convencional
Figura 4.14 – Variação de massa dos discos (ensaio de compressão diametral)
de 28 dias de cura após 28 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto
desempenho; (b) concreto convencional
Figura 4.15 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de
alto desempenho analisadas após 28 dias de cura e 28 dias de imersão: a)
referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%82

Figura 4.16 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
convencional analisadas após 28 dias de cura e 28 dias de imersão: a)
referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%
Figura 4.17 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto
desempenho após 28 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%;
(d) esgoto
Figura 4.18 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto
convencional após 28 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%;
(d) esgoto
Figura 4.19 – Aplicação de fenolftaleína no disco (ensaio de compressão
diametral) de concreto de alto desempenho 3%
Figura 4.20 – Aplicação de fenolftaleína no concreto convencional para as
soluções de: (a) 0,5%; (b) 3%
Figura 4.21 – Resultados obtidos para corpos de prova de concreto
convencional e de alta resistência curados por 28 dias e expostos a soluções de
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e esgoto por 84 dias nos ensaios de: (a) compressão axial; (b) tração por
compressão diametral. Na figura (a) os resultados das amostras de 3% estão
sobrepostos
Figura 4.22 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto de alto
desempenho após 84 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes
da limpeza; (b) depois da limpeza90
Figura 4.23 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto
desempenho após 84 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes
da limpeza; (b) depois da limpeza90
Figura 4.24 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto convencional
após 84 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes da limpeza; (b)
depois da limpeza91
Figura 4.25 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional
após 84 dias de imersão em solução de 3 % de $H_2SO_4$ : (a) antes da limpeza; (b)
depois da limpeza91
Figura 4.26 – Variação de massa dos cilindros (ensaio de compressão axial) de
28 dias de cura após 84 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto
desempenho; (b) concreto convencional
Figura 4.27 – Variação de massa dos discos (ensaio de compressão diametral)

Figura 4.38 – Amostras de concreto de alto desempenho após 84 dias de
imersão em solução de 3% de $H_2SO_4$ : (a) sem regularização; (b) com
regularização das superfícies108
Figura 4.39 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
de alto desempenho curadas por 91 dias e imersas por 84 dias nas soluções de
concentração de $H_2SO_4$ iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%111
Figura 4.40 – Comparação entre amostras cilíndricas (ensaio de compressão
axial) de concreto de alto desempenho após dois meses de imersão na solução
com concentração de $H_2SO_4$ igual à 1% (esquerda) e 3% (direita) 112
Figura 4.41 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
de alto desempenho imersas por 84 dias em solução de 3% de $H_2SO_4$ com
tempo de cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias112
Figura 4.42 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
de convencional curadas por 91 dias e imersas por 84 dias nas soluções de
concentração de $H_2SO_4$ iguais a: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%113
Figura 4.43 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
convencional imersas por 84 dias em solução de 3% de $H_2SO_4$ com tempo de
cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias
Figura 4.44 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de disco (ensaio de
compressão diametral) de concreto de alto desempenho imersas por 84 dias
nas soluções de $H_2SO_4$ de concentração iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) sem
aplicação de fenolftaleína e imersa por 56 dias na solução de 3%117
Figura 4.45 – Amostras de disco (ensaio de compressão diametral) de concreto
de alto desempenho após imersão na solução de 3% de $H_2SO_4$ pelo período de:
(a) 28 dias; (b) 56 dias117
Figura 4.46 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de concreto
convencional imersas por 84 dias nas soluções de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> de concentração
iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%118
Figura 4.47 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de disco (ensaio de
compressão diametral) de concreto convencional após imersão na solução de
3% de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pelo período de: (a) 28 dias; (b) 84 dias119
Figura 4.48 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos
de prova expostos ao esgoto para: (a) concreto de alta resistência; (b) concreto

Figura 4.49 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
de alto desempenho imersas por 84 dias em esgoto com tempo de cura igual
à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias
Figura 4.50 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto
convencional imersas por 84 dias em esgoto com tempo de cura igual à: (a) 28
dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias122
Figura 4.51– Aplicação de fenolftaleína após imersão no esgoto nas amostras
de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional
Figura 1 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto de Alto
Desempenho para: (a) referência; (b) 0,5%; (c) esgoto133
Figura 2 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto
Convencional para: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto133
Figura 3 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto Alto
Desempenho para: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto134
Figura 4 – Modo de ruptura dos discos de Concreto Convencional para:
(a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto135

# Lista de Tabelas

Tabela 2.1 – Efeito da temperatura na formação de $H_2SO_4$ ; adaptado de [6] 30		
Tabela 2.2 – Dados das amostras e resultados dos ensaios de imersão na em		
solução de 0,02% de $H_2SO_4$ ; adaptado de [36]		
Tabela 2.3 – Perda de massa e consumo de $H_2SO_4$ das diferentes amostras;		
adaptado de [27]44		
Tabela 2.4 – Perda de massa obtida por ensaio biológico e químico para os		
diferentes tipos de concreto; adaptado de [27]45		
Tabela 2.5 – Espessura e taxa de corrosão de diferentes pontos das paredes do		
tubo após 12 anos de exposição; adaptado de [32]50		
Tabela 3.1 – Parâmetros analisados na pesquisa53		
Tabela $3.2-Dosagem do concreto de alto desempenho utilizado no estudo54$		
Tabela 3.3 – Dosagem do concreto convencional utilizado no estudo54		
Tabela 3.4 – pH inicial e após 2 semanas de ensaio das soluções utilizadas61		
Tabela 4.1 – Resultados de resistência do concreto de alto desempenho (28 dias		
de cura e 28 dias de imersão nas soluções)70		
Tabela 4.2 – Resultados de resistência do concreto convencional (28 dias de		
cura e 28 dias de imersão em soluções)70		
Tabela 4.3 – Variação de massa total das amostras de cilindros (C.) e discos		
(D.) com 28 dias de cura e após 28 dias de imersão		
Tabela 4.4 – Resultados de resistência do concreto de alto desempenho (28 dias		
de cura e 84 dias de imersão nas soluções)		
Tabela 4.5 – Resultados de resistência do concreto convencional (28 dias de		
cura e 84 dias de imersão nas soluções)		
Tabela 4.6 – Variação de massa total das amostras de cilindros (C.) e discos		
(D.) com 28 dias de cura e após maior período de imersão		
Tabela 4.7 – Dimensões finais dos corpos de prova de concreto de alto		
desempenho após 84 dias de imersão nas soluções98		
Tabela 4.8 – Dimensões finais dos corpos de prova de concreto convencional		
após 84 dias de imersão nas soluções98		

Tabela 4.9 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
axial das amostras de referência
Tabela 4.10 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de tração
indireta das amostras de referência101
Tabela 4.11 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
axial após períodos de cura e de imersão em solução de 0,5% das amostras 103
Tabela 4.12 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
axial após períodos de cura e de imersão em solução de 1% das amostras 104
Tabela 4.13 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
axial após períodos de cura e de imersão em solução de 3% das amostras 106
Tabela 4.14 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
diametral após períodos de cura e de imersão em solução de 3% das amostras. 106
Tabela 4.15 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de
imersão na solução de 0,5% de $H_2SO_4$ 109
Tabela 4.16 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de
imersão na solução de 1% de H2SO4109
Tabela 4.17 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de
imersão na solução de 3% de $H_2SO_4$ 110
Tabela 4.18 – Dimensões finais dos corpos de prova cilíndricos (ensaio de
compressão axial) de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão
nas soluções de acordo com o tempo de cura114
Tabela 4.19 – Dimensões finais dos corpos de prova cilíndricos (ensaio de
compressão axial) de concreto convencional após 84 dias de imersão nas
soluções
Tabela 4.20 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão
axial após períodos de cura e de imersão em esgoto das amostras120
Tabela 4.21 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de
imersão na solução de esgoto

# Lista de símbolos

	Relação entre os conteúdos de água e
a/c	cimento, em massa.
3CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Aluminato de cálcio
Ca (OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de cálcio
Ca SO4	Gesso
CAD	Concreto de alto desempenho
CC	Concreto convencional
СН	Hidróxido de Cálcio
СР	Cimento Portland
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
H <sub>2</sub> O	Água
H <sub>2</sub> S	Sulfeto de Hidrogênio
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Ácido sulfúrico
LVDT	Transdutores de deslocamento verticais
OPC	Cimento Portland Comum
RPM	Rotações por minuto
S	Enxofre
S <sub>2</sub> <sup>2-</sup>	Íons Sulfeto
SO4 <sup>2-</sup>	Sulfato

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 1521366/CA

Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota.

Madre Teresa de Calcutá

### 1. Introdução

A durabilidade inadequada de concretos se manifesta por mecanismos de deterioração que podem ter origem em fatores externos ou por causas internas dentro do próprio concreto. As diferentes formas de ação podem ser físicas, químicas ou mecânicas [1].

Um mecanismo corrosivo ainda pouco discutido é o processo bioquímico oriundo da ação de bactérias produtoras de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) presentes em meios aquosos. Sendo assim, a corrosão de estruturas de concreto presentes nesses ambientes pode ocorrer também por meio desse processo de degradação induzido por ação microbiológica.

Essa degradação é mais frequentemente observada em sistemas de esgoto, incluindo rede de transporte, acessos e poços de visita. Porém, ambientes com elevado grau de poluição como rede de águas pluviais [2], sistemas de resfriamento de fábrica [3] e ambientes marinhos, também representam ambientes bastante agressivos para materiais cimentícios, podendo levar a uma grande redução do tempo de serviço das estruturas.

A presença de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nas instalações pode ter origem química, por meio de lançamentos industriais, ou então origem biogênica, após uma série de reações químicas realizadas por bactérias anaeróbicas e aeróbicas presentes no fluxo de líquidos e nas paredes de concreto. Dependendo da origem do efluente o processo de biodegradação sofre alterações uma vez que as bactérias e tipo de ácido produzido são distintos [4].

Em relação ao lançamento industrial, pode ocorrer o processo de desenvolvimento de uma determinada área com implantação de indústrias, levando assim ao lançamento de produtos químicos, incluindo o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de origem química [5].

A ação da bactéria nesse processo corrosivo foi descoberta por Parker [6] em 1945, que pela primeira vez isolou e estudou a ação da bactéria no processo de corrosão. A conversão de H<sub>2</sub>S em enxofre livre (S) e a reação entre o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e os constituintes do cimento podiam ser explicadas por motivos puramente químicos. Porém, não havia como se explicar a produção do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a partir do enxofre, senão biologicamente. Dessa forma, a busca por essa explicação biológica foi a principal motivação da pesquisa de Parker.

Desde as investigações iniciais, até os dias atuais já foram realizados certo número de estudos levando em consideração diferentes abordagens. Alguns estudos são focados em uma etapa específica do processo, como a produção e o nível de  $H_2S$  [7-9], investigação das espécies de bactérias envolvidas no processo [10], análise de estudos anteriores [11-13] ou mesmo a criação de modelos de simulação [14, 15] de todo o processo.

### 1.1. Motivação

Esse processo de degradação ocorre principalmente nas estruturas presentes na rede de esgoto, ou até mesmo em contato com águas poluídas pelo mesmo, conforme mostrado na Figura 1.1.



Figura 1.1 – Sinais de corrosão em estrutura de concreto em uma rede de tratamento após 7 anos de serviço [11].

Essas estruturas muitas vezes são negligenciadas devido ao difícil acesso para manutenção e reparos, além dos elevados custos [9, 11, 16, 17] e interrupções

necessárias envolvidos nessas operações, não sendo tomadas, portanto, medidas para controlar e verificar o estado em que se encontram. Assim, quando descoberto o processo corrosivo, a estrutura já está muito danificada, sendo necessários grandes reparos e/ou substituição dos elementos danificados.

No Brasil, esse é um estudo ainda pouco explorado tendo ainda poucas pesquisas focadas nesse tema [18, 19]. O trabalho do Eng. Ruben D. Andrade [20] cita casos de tubulações de esgoto no Brasil e o respectivo estado de corrosão encontrada. Esse estado de corrosão variou entre tubulações com mais de 25 anos de serviço ainda em condições satisfatórias à casos de deterioração severa.

Um outro exemplo ocorreu em estacas do Porto de Vila do Conde, localizado no Pará. Devido ao contato direto com a água do mar poluída, enfrentaram problemas de corrosão sendo necessários reparos e substituições de algumas estacas. Para tal, foi elaborado um relatório [21] em que, após a constatação da presença de bactérias do gênero *desulfovibrio*, foi recomendado o emprego de cimento resistente a sulfatos na construção das estacas.

Outro exemplo de estudo brasileiro foi a pesquisa de Aguiar *et al.* [2], através de inspeções em galerias pluviais de Belo Horizonte. Nessa pesquisa, foram observados variados processos de deterioração, incluindo a corrosão por meio de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> biogênico.

Em estruturas de concreto armado, caso ocorra elevada perda de material, superior à profundidade de cobrimento, haverá a exposição do reforço a esse meio corrosivo. Logo, ocorrerá também a corrosão dessas armaduras, piorando o processo de degradação e provocando uma redução ainda maior na resistência dessas estruturas. Sendo assim, deve-se haver um cuidado ainda maior com o dimensionamento e execução do cobrimento em obras de concreto expostas a esse meio. Isso retrata a importância da análise da durabilidade dos materiais cimentícios empregados nessas estruturas e sujeitos a esse meio corrosivo.

Esse processo de degradação ocorre naturalmente de maneira muito lenta, levando-se anos até que sinais de corrosão sejam observados. Portanto, muitos estudos aplicam métodos que fornecem resultados mais rápidos. Essas abordagens incluem testes acelerados que podem ser realizados através do uso de soluções de ácido sulfúrico [22, 23], testes de simulação microbiológica através da ação do ácido sulfúrico biogênico, [4, 24, 25] ou através da análise e comparação dos resultados obtidos pelos dois métodos [17, 26, 27, 28].

Porém, a grande maioria dos estudos tiveram apenas como foco a observação das perdas de massa e dimensões de amostras de diferentes dosagens de concreto. Dessa forma, muitas vezes foram negligenciados o comportamento mecânico e as perdas de resistência após os processos corrosivos nos estudos desse tipo de processo corrosivo. Assim sendo, concluiu-se ser de extrema importância uma análise mais completa da durabilidade das estruturas sujeitas à essa degradação. Portanto, avaliando-se de maneira conjunta as perdas de massa e resistência de amostras de concreto.

Muitas vezes, é admitido na literatura que a durabilidade em geral é aumentada quando o concreto possui uma baixa razão água/cimento e uma elevada quantidade de cimento [29]. Outro ponto é que apesar de inúmeros estudos já realizados, ainda não foi estabelecido um design específico e nem um projeto de infraestrutura que vise aperfeiçoar a resistência dessas estruturas frente às condições de serviço que ocorrem [11]. Dessa forma, é válida uma avaliação da durabilidade de amostras de diferentes composições e sob diferentes métodos de ensaio visando o desenvolvimento de dosagens de concreto mais duráveis para as diferentes circunstâncias de exposição.

### 1.2. Objetivos

O presente estudo tem como objetivo investigar a degradação de dois tipos de concreto pela ação do ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ). Foram estudados por meio da análise do comportamento mecânico à compressão axial e tração indireta um concreto de alta resistência e um convencional.

Esse trabalho também averígua a influência do tempo de cura, assim como o tempo de imersão em soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e esgoto, nos resultados de perda de massa, variação de pH e resistência mecânica das amostras.

### 1.3. Organização do Trabalho

O Capítulo 1 traz a introdução e os objetivos da pesquisa.

O Capítulo 2 apresenta a revisão bibliográfica acerca das etapas que fazem parte do processo de corrosão por microbactérias produtoras de ácido sulfúrico, e os principais fatores que influenciam os mesmos. Também são apontados métodos de ensaios que podem ser aplicados, tendo como base diferentes abordagens e procedimentos experimentais.

No Capítulo 3 é descrita a metodologia utilizada no presente estudo. É explicado o desenvolvimento das matrizes cimentícias, além disso os parâmetros de tempo de cura, de imersão e soluções empregadas no estudo. Adicionado a isso são descritos os procedimentos de ensaio químico e biológicos acelerados. São apresentados também os ensaios para análise do comportamento mecânico antes e após os ensaios de degradação.

O Capítulo 4 apresenta os resultados obtidos quanto à perda de massa e à resistência mecânica das amostras, assim como são demonstrados a alteração do pH das amostras por meio de solução de fenolftaleína. Além disso, são expostos os registros fotográficos de modo a comparar o estado das amostras antes e após os períodos de imersão nas diferentes soluções. Essas análises estão organizadas por subitens divididos de acordo com o tempo de cura e de exposição das amostras nas soluções. Por fim, é realizada uma análise da influência do tempo de cura nas resistências antes e após os processos de corrosão devidos aos ensaios químicos, com soluções de diferentes concentrações de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, e ensaios biológicos com imersão em esgoto.

Por fim, no Capítulo 5 são apresentadas as conclusões e sugestões para estudos futuros e continuidade da pesquisa nessa área.

### 2. Revisão Bibliográfica

### 2.1. Etapas do Processo de Degradação do Concreto a partir do Ácido Sulfúrico de origem Biogênica

O esgoto doméstico por si só é alcalino e não ataca o concreto [1], porém danos severos são observados a partir da ação de bactérias envolvidas em etapas do processo de degradação do concreto.

De modo geral, esse processo pode ser descrito por três passos. Primeiramente ocorre a neutralização da superfície de concreto, proporcionando um ambiente adequado para o crescimento de bactérias anaeróbicas que produzem sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S), também conhecido como gás sulfídrico. A seguir ocorre a produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por bactérias aeróbicas na superfície do concreto. Esses processos estão descritos no diagrama representado na Figura 2.1. Por fim, há a reação química entre o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e os produtos de hidratação do cimento, levando a uma perda de material que reduz a profundidade de camada de proteção. A Figura 2.2 ilustra uma seção transversal padrão de uma rede de esgoto, juntamente com os processos bioquímicos envolvidos no processo de corrosão.



Figura 2.1 – Esquema descritivo dos processos químicos e biológicos envolvidos no processo de produção do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de maneira biogênica.



Figura 2.2 – Exemplo de seção de tubulação de concreto ilustrando os processos envolvidos na produção do H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gerando a corrosão por ação do esgoto [30].

#### 2.1.1. Bactérias Anaeróbicas

De acordo com o estudo de O'Connell *et al.* [11], as bactérias anaeróbias redutoras de sulfato consomem o sulfato ( $SO_4^{2-}$ ) presente no esgoto para obter oxigênio necessário para consumir matéria orgânica, liberando então íons sulfeto ( $S_2^{2-}$ ). Essas bactérias estão presentes na camada de lodo formado no fundo e nas paredes das tubulações abaixo do nível do esgoto, também conhecido como biofilme [24, 25]. Na sequência, esses íons reagem com o hidrogênio dissolvido no meio líquido formando assim o sulfeto de hidrogênio ( $H_2S$ ) [29].

Devido à movimentação do fluxo, o  $H_2S$  que estava dissolvido no esgoto passa para a forma gasosa e é liberado em forma de gás para a atmosfera [12, 25, 31].

Exemplos de bactérias redutoras de sulfato são a *Desulfovibrio* [12, 16] e *Desulfomaculum spp* [16].

#### 2.1.2. Bactérias Aeróbicas

A superfície de concreto apresenta inicialmente uma alta alcalinidade, com pH apresentando valores entre 11 e 13 [11] devido à presença do hidróxido de cálcio, resultado da hidratação do cimento. Esse elevado pH impede o crescimento das bactérias sulfato-oxidantes. Desse modo, para o crescimento dessas bactérias, é necessária a redução do pH da superfície do concreto.

Alguns autores [4, 7, 8, 14, 16, 28, 32] citam que a redução do pH para valores entre 9 e 10 é decorrente da carbonatação do concreto em contato com o ar. Este processo pode ocorrer durante o período de armazenagem das tubulações e/ou ao longo dos anos após a concretagem.

Essa redução do pH permite que bactérias aeróbicas se desenvolvam e passem a produzir  $H_2SO_4$ , o qual irá atacar o concreto. Pesquisas mais recentes [8, 15] associam a queda do pH ao processo de dissolução por meio da ação do  $H_2S$ . Porém, conforme citado por O'Connell *et al.* [11], assume-se na maioria das pesquisas que essa redução do pH ocorre por meio do processo de carbonatação.

O H<sub>2</sub>S, após emissão para a atmosfera, penetra e acumula-se nos poros presentes no concreto, onde reage com oxigênio. A reação resulta na produção de enxofre (S), que fica depositado nas paredes de concreto acima do nível do líquido [12, 24, 25, 26, 33].

Esse enxofre serve como insumo para bactérias aeróbicas, presentes na superfície das paredes acima do nível do esgoto em forma de colônias. Essas bactérias sulfato-oxidantes metabolizam o enxofre e produzem finalmente  $H_2SO_4$  [23, 31]. O  $H_2SO_4$  é formado diretamente no concreto [33], reduzindo o seu pH e corroendo o concreto.

Dessa forma, o processo pode ser visto como uma combinação de processos biológicos e químicos [11]. Uma vez que ocorrem processos puramente químicos como a conversão do H<sub>2</sub>S para enxofre (S) e processos microbiológicos como a produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> diretamente pela ação das bactérias.

Os estudos de O'Connell *et al.* [11] e Monteny *et al.* [12] assumem que o processo de ataque por ácido sulfúrico é uma combinação entre uma reação de

sulfatos e de ácido. Desse modo, esse tipo de degradação é diferente de um ataque por sulfatos, em que se considera apenas a ação dos íons sulfato.

Conforme observado no estudo de K. Scrivener e N. D. Belie [13], a primeira colonização dessas bactérias aeróbicas se dá pelas que resistem a um pH mais elevado. Conforme essa colônia produz ácido sulfúrico, ocorre o processo de diminuição do pH do concreto e novas colônias que são resistentes a pH cada vez menores, passam a se desenvolver e se multiplicar nas paredes da rede de esgoto. Para cada intervalo de valores de pH há um tipo especifico de bactéria, geralmente especificadas da família *Thiobacillus* [4]. Conforme ocorre o aumento dessas colônias, elas produzem uma maior quantidade de ácido que cada vez leva a maior redução do pH do concreto. A partir de um nível de pH próximo a cinco há um grande aumento da produção devido ao desenvolvimento de bactérias *Thiobacillus Thiooxidans* [4], reduzindo de maneira mais brusca o pH podendo atingir valores próximos a 1. O concreto com esse pH baixo é mais passível de sofrer deteriorações.

Alguns exemplos de bactérias citadas e obsevadas em estudos [11] são: Thiobacillus thiooxidans [2, 11, 24, 32], Thiobacillus intermedius [24], Thiobacillus perometabolis, Thiobacillus novellus [24], Thiobacillus thioparus, Thiobacillus neapolitanus [24] e Thiobacillus versutus. Outros tipos citados por outros estudos são: Acidithiobacillus thiooxidans [4, 16] e Thiobacillus concretivorus [2].

### 2.1.3. Fatores que afetam o processo de dissolução do cimento

Apesar da presença das bactérias, para que haja a atuação das mesmas e, consequentemente, ocorrência dos processos de deterioração, é preciso um ambiente propício ao seu desenvolvimento, com umidade elevada e concentração de H<sub>2</sub>S [11, 32]. Desse modo, parâmetros como a porosidade e permeabilidade do concreto determinam o grau de exposição ao meio. Enquanto isso, fatores ambientais no local como a concentração de H<sub>2</sub>S, umidade e temperatura irão determinar a intensidade e a taxa dos ataques biocorrosivos [34].

Alguns estudos como de Joseph *et al.* [8], Vollertsen *et al.* [7] e Zhang *et al.* [9] tiveram como interesse a análise de uma etapa específica do processo de degradação, no caso o processo de produção de H<sub>2</sub>S. Na pesquisa de Joseph *et al.* [8], foi analisada a influência de fatores como concentração de  $H_2S$ , temperatura e umidade na corrosão do concreto. Foi considerado que, para uma previsão de um processo de corrosão, deve ser estimado o tempo necessário para o aparecimento das bactérias acidófilas, que crescem em faixas de pH extremamente baixas, pois é a partir desse momento que se inicia uma perda mais expressiva de material cimentício. Um maior conhecimento desse processo permite prever o tempo de serviço dos sistemas de esgoto e desenvolver estratégias de mitigação.

Nesse estudo, foram realizados ensaios em que amostras foram submetidas a diferentes concentrações de gás H<sub>2</sub>S, umidade relativa e temperaturas em câmaras que simularam condições tipicamente encontradas em vários ambientes de esgoto em toda a Austrália. Em cada câmara foi introduzido esgoto doméstico recolhido de uma estação de tratamento, trocado a cada duas semanas. As medições demonstraram que o pH medido na superfície das amostras decaía à medida em que se elevavam a temperatura e a concentração de  $H_2S$ . Os resultados demonstraram que o tempo até o início da fase ativa de corrosão variou com as condições do meio em que ocorreu o estudo. Assim, estes fatores não podem ser negligenciados quando se modela o processo de corrosão para avaliar a o tempo de vida útil dos tubos de concreto. O H<sub>2</sub>S é consumido mais rapidamente em temperaturas mais elevadas, podendo ser uma das causas dessa elevação o uso e descarga de água quente [25]. Dessa forma, se acelera o processo realizado pelas bactérias redutoras de sulfato e consequentemente todo o processo de corrosão. Conforme observado no estudo de Parker [6], as bactérias produtoras de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> apresentam a temperatura ótima em torno de 30° C, na qual apresentaram a maior taxa de formação de ácido como demonstrado na Tabela 2.1.

Temperatura em	Volume de ácido produzido após 50 dias
°C	(ml.N/20 NaOH=2 ml. de média)
4°	0
10-12°	7.33
20°	9.05
30°	34.42
37°	26.18

Tabela 2.1 – Efeito da temperatura na formação de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; adaptado de [6].

O estudo de Zhang *et al.* [9] buscou soluções para o controle da emissão de H<sub>2</sub>S, seja pela inibição da formação ou pela eliminação desse gás. Ao se inibir a emissão de H<sub>2</sub>S, inibe-se o crescimento das bactérias aeróbicas produtoras de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e consequentemente, se reduz o processo de corrosão. Algumas soluções [9, 31] já propostas foram mudanças no projeto do sistema de esgoto, injeção de ar ou de oxigênio para controlar a formação de sulfeto e inibição da atividade das bactérias redutoras de sulfato. Porém, são soluções que duram um espaço de tempo muito pequeno e envolvem elevados custos, tornando muitas vezes inviáveis ou só aplicáveis em situações em que já se sabe previamente que a corrosão apresentará um grau muito elevado. Todavia, esse acúmulo de H<sub>2</sub>S também é responsável por processos corrosivos. Esse gás fica confinado na atmosfera da tubulação, concentrado nas lajes do teto das galerias e topo das tubulações no teto, gerando assim uma deterioração superficial nesses locais. A Figura 2.3 retrata a degradação da laje de uma galeria.



Figura 2.3 – Teto de galeria de águas pluviais com sinais de degradação devido à ação de H<sub>2</sub>S [2].

No trabalho de Grengg *et al.* [16] um padrão semelhante foi observado em tubulações de transporte de esgoto por gravidade. Observou-se que a parte do topo dessas tubulações foi a que sofreu maior degradação, devido à concentração de H<sub>2</sub>S, e a parte do meio do sistema apresentou um nível de degradação menor. A Figura

2.4 mostra a corrosão observada no topo de uma das tubulações por gravidade desse sistema.



Figura 2.4 – Parte superior da tubulação por gravidade presente em uma rede de esgoto na Áustria apresentando sinais de degradação [16].

Como é possível observar na Figura 2.3, a degradação do concreto provocou a exposição das armaduras, acelerando o processo corrosivo. Portanto, na análise dos resultados de corrosão de amostras, além da profundidade de degradação média, se deve considerar principalmente a profundidade de degradação local, conforme ressaltado por Belie *et al.* [26].

Outro fator necessário ao processo é a presença de nutrientes, sendo esse parâmetro analisado por Mori *et al.* [32]. Esse estudo teve como objetivo investigar os efeitos das interações entre nutrientes e umidade na corrosão de amostras de argamassa. Dentre os ensaios biológicos realizados, uma das amostras foi inserida em solução de água destilada, ou seja, sem os nutrientes necessários, mas com a introdução das bactérias e concentração de H<sub>2</sub>S. Observou-se, que nessa amostra, não ocorreu a produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.demonstrando assim que, sem os nutrientes presentes no fluxo de esgoto, a bactéria não consegue se multiplicar, não havendo, portanto, o processo de corrosão microbiológica.

Parâmetros como tipo de cimento, método de produção e tipo de agregado empregados também afetam o processo corrosivo. O estudo de Belie *et al.* [26] levou em consideração esses aspectos e realizou ensaios acelerados comparando os resultados obtidos pelo uso do ácido de origem química e o biogênico quanto à perda de massa e dimensões. Nesses ensaios foram considerados o método de produção (influência no fator a/c e o volume de cimento usado), tipos de cimento utilizados (OPC e cimento com escória de alto forno) e tipos de agregados utilizados (inertes e reativos). Foi concluído para ambos os métodos de ensaio que o método construtivo e tipo de cimento têm efeito sobre o resultado dos ensaios de corrosão, porém a influência do tipo de agregado é consideravelmente maior.

No caso de agregados inertes, a pasta de cimento é removida entre os agregados até que a degradação da matriz seja suficientemente grande ao ponto de os agregados serem destacados. Dessa forma, a taxa de deterioração irá aumentar após cada ciclo por causa de um aumento na perda de grandes agregados, levando a um aumento na área da matriz de cimento sujeita ao ácido. Por outro lado, no caso de os agregados reativos, a taxa de deterioração permanecerá constante durante cada ciclo pois o agregado calcário se deteriora juntamente com a matriz.

Alterações na matriz cimentícia podem também ter como objetivo um aumento da resistência de diferentes misturas de concreto, sendo associada a uma redução da porosidade, redução dos níveis de hidróxido de cálcio na mistura ou uma combinação dos dois [3]. Isso proporcionaria uma redução da permeabilidade e da absorção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, sendo esperado assim, uma redução da deterioração das estruturas e consequentemente da perda de resistência do material. Algumas propostas comuns são o uso de cimento aluminoso [25, 27, 35], substituição do tipo de agregado [16, 26] e adição de polímeros [17].

### 2.1.4. Mecanismos de dissolução do material cimentício

Em contato com o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, a pasta de cimento endurecida é gradualmente dissolvida e a deterioração progressiva do concreto ocorre [1]. O processo de dissolução dos componentes hidráulicos do cimento tende a neutralizar o ácido criado pelas bactérias. A capacidade de neutralização pode ser definida como a quantidade de ácido (em mmol) necessária para dissolver 1 g de um material particular. Ou seja, quanto menor é a capacidade de neutralização, mais suscetível à corrosão é o material [27]. Ela está relacionada com a composição da matriz cimentícia e os tipos de agregados utilizados. Assim, os efeitos da capacidade de neutralização e repressão da atividade bacteriana precisam ser analisados na concepção de misturas de concreto para que assim possam fornecer boa resistência a ácidos. Velocidades relativas de dissolução do cimento e agregados também são

importantes no desempenho, com taxas uniformes preferíveis a fim de evitar o desprendimento de agregados.

Durante este processo, o hidróxido de cálcio (Ca (OH)<sub>2</sub>), também conhecido como Portlandita, e aluminato de cálcio (3CaO.Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), oriundos da hidratação do cimento são dissolvidos devido ao pH ácido. Esse processo de dissolução é descrito em vários estudos [4, 11, 12, 17, 23, 26, 32].

A primeira reação que ocorre no processo de corrosão é a reação do  $H_2SO_4$  com o hidróxido de cálcio (CH), levando a formação de gesso [11,23], como descrito na eq. (2.1).

$$Ca(OH)_{2} + H_{2}SO_{4} \rightarrow CaSO_{4} + 2H_{2}O$$
(2.1)

Ocorre então, a perda de coesão dos materiais calcinosos que compõem o cimento. Esse gesso forma uma camada esbranquiçada, de aparência "pastosa" e que facilmente pode ser desprendida da camada de concreto. De acordo com alguns autores [12, 32, 34, 35] e dependendo caso o processo seja por H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de origem química ou biogênica, a formação dessa camada de gesso pode ser considerada uma proteção contra a corrosão. Porém, ao ocorrer a remoção dessa camada, uma nova camada de concreto será revelada e o processo de corrosão continuará avançando. De acordo com Zherebyateva *et al.* [3] a reação entre o hidróxido de cálcio presente no cimento endurecido e o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> produzidos pelas bactérias formam sais de sulfato de cálcio facilmente solúveis.

A próxima reação possível de ocorrer é a reação do aluminato de cálcio com esse gesso recém-formado, levando então a formação de etringita [23], conforme descrito pela eq. (2.2).

$$3CaSO_4.2H_2O + 3CaO.Al_2O_3 + 26H_2O \rightarrow$$

$$(CaO)_3.(Al_2O_3).(CaSO_4)_3.32H_2O$$
(2.2)

Ambos os processos são expansivos e geram um aumento das tensões internas, podendo assim ocasionar o surgimento de fissuras [23, 26]. Essas fissuras possibilitarão que as bactérias penetrem mais fundo no concreto, acelerando o processo de corrosão. Essa expansão gera um aumento de espessura do concreto e a subsequente diminuição da mesma e perda de material, quando essa camada se desprende.

#### 2.2. Tipos de Ensaios

Devido à falta de métodos padronizados, diferentes métodos de ensaio e parâmetros são utilizados para avaliar a resistência de concretos a corrosão biogênica. Os estudos de Monteny *et al.* e Scrivener *et al* [12, 13] apresentam uma revisão dos desenvolvimentos e diferenças encontradas entre diferentes tipos de testes para simular o comportamento de estruturas de concreto e materiais cimentícios em contato com ácido sulfúrico de origem biogênica.

A investigação sobre a corrosão por ácido sulfúrico de origem bacteriológica pode ser dividida em três métodos de estudo: testes químicos, simulação em laboratório com o uso de bactérias e ensaios in situ (in loco). Cada método possui vantagens, desvantagens e limitações que serão analisados nos tópicos a seguir.

Uma forma simples de estudo da corrosão de origem bacteriológica é a observação in loco de estruturas de concreto depositadas diretamente no esgoto ou análise de amostras retiradas de tubulações de esgoto. No entanto, essa degradação ocorre de maneira muito lenta naturalmente. Portanto, diversos estudos aplicam técnicas de ensaios acelerados, podendo ser através da aplicação direta de  $H_2SO_4$  ou o uso desse ácido produzido de maneira biogênica pelas bactérias.

Alguns procedimentos devem ser observados durante a realização dos ensaios. Um desses é o ato de se retirar os produtos de corrosão da superfície da amostra, por meio de escovação ou agitação [24] das amostras. Ao se retirar esses produtos, uma superfície até então sã é exposta, acelerando-se assim o processo de corrosão. Outro ponto é a forma de se medir a corrosão, podendo ser pela perda de espessura e/ou de massa. As medições e pesagem antes e após a retirada dos produtos de corrosão permitem avaliar qual amostra é mais propícia à degradação, já que um material que sofre maior expansão e depois grande perda de material é mais propício à corrosão do que um que sofreu pequena expansão e perda de material.

#### 2.2.1. Ensaio Químico Acelerado

Nos ensaios químicos, o processo de degradação é simulado e acelerado por meio da imersão em soluções à base de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, considerando-se assim que o ataque é dado somente por uma reação química. De modo a acelerar a degradação, podem ser usadas concentrações mais elevadas da solução agressiva, temperatura mais elevada e superfícies de contato maiores [12]. A concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> na solução varia geralmente entre 1% e 5% [12]. No entanto, a capacidade de neutralização do cimento leva à diminuição do efeito das soluções. Desse modo, um dos principais problemas enfrentados é a frequência de renovação da solução, se tornando necessária a medição do pH da solução periodicamente para determinar a necessidade de se substituir a solução.

Um exemplo de estudo em que foi utilizado esse tipo de ensaio foi o realizado por Fattuhi *et al.* [29], em que foram utilizadas diferentes misturas de pasta de cimento e concreto a partir de OPC (Ordinary Portland Cement) com diferentes fatores a/c e tempos de cura. Se analisou a perda de massa das amostras inseridas por até 50 dias em solução de 2% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> que fluía continuamente por um canal. A solução era mantida com o pH aproximadamente igual à 1,78 a uma temperatura entre 22 e 26° C. Para as amostras de cimento foram adotados fatores a/c entre 0,26 e 0,42, enquanto que para as amostras de concreto esses fatores a/c foram entre 0,4 e 0,7. Os cubos foram mantidos suspensos no canal sendo imersos na solução de ácido por períodos entre 1 e 32 dias. No intervalo de ensaio as amostras foram escovadas e pesadas.

Fatores como o tempo de cura e escovação das amostras influenciaram nos resultados para as amostras de pasta de cimento. As amostras com um maior tempo de cura antes do início do processo de imersão apresentaram uma redução da perda de massa. Ocorrendo uma diferença de 75% após um período de imersão de 48 dias quando a idade de cura dos cubos aumentou de 7 para 28 dias. A perda de peso também foi afetada pelo regime de escovação, uma vez que a perda de massa de uma amostra se tornou quase nula após 4 semanas sem limpeza do material corroído. Nessa amostra foi observada a formação de uma camada espessa e amarelada de gesso através de difração de raio-x (DRX) na superfície, o que reduziu consideravelmente a penetração do ácido.
Observou-se que as amostras de cimento apresentaram um aumento da densidade e da resistência a compressão inicial conforme o fator a/c era menor. Porém, o aumento do fator a/c resultou em uma menor perda de massa. Isso foi atribuído à formação de camadas de gesso que foram mais espessas e mais difíceis de escovar nas superfícies de cubos com maiores taxas de a/c. Além disso, o  $H_2SO_4$  ataca o hidróxido de cálcio, que tem uma maior concentração em pastas de cimento com razão a/c mais baixa. Uma porosidade muito reduzida (a/c 0,26) pareceu ter um efeito muito pequeno na redução da perda de massa, quando comparado à razão a/c de 0,30, que apresentou a maior perda.

Os resultados de perda de massa para as amostras de concreto foram semelhantes, observando-se uma perda maior de massa a medida que o fator a/c é menor, apesar do ganho de resistência e densidade. A perda de massa das amostras com a/c igual a 0,4 foram 3 vezes maiores do que para as amostras de fator igual a 0,7 após 49 dias de imersão. Porém, diferente do observado para a pasta de cimento, nem o tempo de cura nem o processo de escovação geraram grandes mudanças na perda de massa. A Figura 2.5 ilustra as amostras cúbicas de concreto após 27 dias de imersão.



Figura 2.5 – Amostras de concreto de diferentes fatores a/c após 27 dias de imersão na solução de 2% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> [29].

Dessa forma o estudo concluiu que existe uma relação linear entre a perda de massa e o volume de cimento utilizado. Indo contrário à ideia geralmente aceita de que o uso de uma quantidade relativamente alta de cimento tornará os concretos mais duráveis e resistentes ao ataque por ácido. Uma vez que essa suposição não foi válida quando essas amostras foram submetidas a uma solução com elevadas concentrações de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Esse comportamento é o oposto do observado no estudo de Hughes e Guest [36] no qual a concentração de ácido era bastante reduzida, sendo igual a apenas 0,0016% 0,02% por massa de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Nesse estudo, quanto menor o volume de cimento nas amostras, maior foram a perda de massa e perda de resistência observadas. A descrição das amostras e os resultados quanto a resistência e perda de massa estão reproduzidas na Tabela 2.2

Tabela 2.2 – Dados das amostras e resultados dos ensaios de imersão na em solução de 0,02% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; adaptado de [36].

		28 dias de	Imersão em solução de 0,02% de H2SO4 por 28 dias		
		cura			
Amostras	Razão	Resistência	Resistência após	Resistência	
	Agregados/Cimento	(MPa)	imersão (MPa)	residual (%)	
M1	4:1	68,8	50,9	74	
M2	6:1	52,8	37,5	71	
M3	8:1	31,2	20,8	67	

Ao se observar a tabela, é possível notar que a diferença de perda de resistência entre as amostras de maior (M1) e menor volume (M3) de cimento não foi muito grande (7%). Ou seja, a dosagem não teve grande influência.

Entretanto, em relação à perda de massa houve uma grande diferença entre os resultados dessas amostras após 56 semanas de imersão. A perda de massa da amostra M3 foi mais de 4 vezes superior à perda da amostra M1. Ou seja, quanto maior a quantidade de agregado, e menor a de cimento, maior foi a corrosão ao fim dos processos de imersão nas soluções.

De acordo com os autores, essa concentração teve como objetivo simular condições não muito diferentes das encontradas em ambiente real. O método de ensaio foi o mesmo do estudo anterior [29], em um canal em que a solução flui continuamente. Para manter a acurácia dessas soluções, foi feita uma renovação constante através de um dispositivo que gotejava ácido para manter a concentração de ácido mais próxima possível das concentrações requeridas. A duração total do ensaio foi de 56 semanas.

Outro estudo semelhante foi desenvolvido por Raju e Dayaratnam [37] tendo como objetivo a elaboração de equações para estimar a profundidade de penetração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, como também os fatores de redução da resistência e massa. Dessa forma, forneceriam recomendações para o projeto de estruturas a partir de um tempo de serviço e ambiente especificados. Além disso, seria possível desenvolver uma camada de proteção adequada para determinadas condições de exposição ao ácido. Foram realizados ensaios de imersão em soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com concentrações iguais a 0,1%, 1% e 5%. As amostras de referência foram curadas em água por 28 dias, sendo resistência e massa das amostras medidas em intervalos específicos. As Figura 2.6 e Figura 2.7 representam os resultados de resistência e perda de massa por até 70 semanas de ensaio.



Figura 2.6 – Resistência das amostras após a imersão nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de diferentes concentrações; adaptado de [37].



Figura 2.7 – Perda de massa das amostras após imersão nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de diferentes concentrações; adaptado de [37].

Diferente dos resultados encontrados nos estudos anteriores [29, 36], observou-se que as amostras imersas na solução de concentração 0,1% apresentaram um aumento tanto da resistência como da massa em comparação com os resultados da amostra de referência sem imersão. Enquanto isso perdas de resistência e de massa consideráveis foram observadas para as exposições de 1% e 5% de ácido.

Uma metodologia para esse tipo de ensaio foi proposta por Biele *et al.* [22], através da criação de um equipamento para a realização de ensaios de degradação acelerada do concreto (TAP). Nesse processo, os ciclos foram compostos de imersão alternada por meio de rotação, de forma que cada ponto da circunferência externa do cilindro ficasse um terço do período de rotação submerso. Após o fim de cada ciclo as amostras foram secas naturalmente por duas horas e, em sequência, foram escovadas para remover as partículas fracamente aderidas. A cada ciclo a solução de ácido sulfúrico foi trocada e seu pH foi medido diariamente. A Figura 2.8 mostra o aparato utilizado. De forma a variar a intensidade do ataque, parâmetros como tempo de cada ciclo de ataque, velocidade de rotação e intensidade de escovação das amostras podem ser alterados.



Figura 2.8 – Equipamento utilizado no ensaio químico de degradação acelerada (TAP) [22].

Os raios das amostras e mudanças na rugosidade foram aferidos por meio de sensores de laser, sendo realizadas medições antes e após a escovação, permitindo determinar a perda de material devido à corrosão química e a mudança de raio ocorrido devido à escovação. Para exemplificar o procedimento experimental, realizou-se um ensaio utilizando amostras cilíndricas de concreto submetidas a ciclos de ataque de 12 dias, em uma solução com concentração de 0,5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Essa solução possuía um pH entre 0,8 e 1. Foram analisados dois tipos de amostras de fator a/c igual a 0,4, uma de cimento Portland resistente à sulfatos (ácido I) e a segunda sendo similar à anterior, porém com adição de sílica ativa (ácido II). Como resultado, para ambas as amostras se observou o processo de expansão devido à formação de gesso e, na sequência, a redução da espessura. Para amostra contendo sílica essa variação ocorreu de maneira mais forte nos primeiros ciclos e, para a amostra 1, esse processo se tornou mais expressivo nos últimos ciclos. No fim, as perdas de espessura final das duas amostras foram bastante próximas, porém se nota que o processo de perda ocorreu de maneira diferente. Esses resultados são observados na Figura 2.9.



Número de ciclos de ataque

Figura 2.9 – Perda de espessura das amostras após o ensaio de degradação química; adaptado de [22].

A vantagem do uso desses aditivos minerais é que eles se combinam e reagem com o hidróxido de cálcio (CH) produzido durante a hidratação do cimento no concreto, formando assim um composto adicional no cimento, principalmente sob a forma de silicato de cálcio hidratado (C-S-H) [23]. Desse modo, essa matriz cimentícia resultante se torna menos permeável e por consequência mais resistente a produtos químicos em virtude da sua estrutura de poros microscópicos mais densos.

No estudo de Aydın *et al.* [23] foi analisada a eficiência do uso de cinza volante, com volume variando entre 0% e 70% aplicadas a matrizes cimentícias de cimento Portland, quanto às resistência mecânica e resistência ao ataque químico por ácido sulfúrico. Parte das amostras foi curada submersa em água (WC) enquanto a outra parcela foi curada a vapor (SC). Antes do início dos ensaios foram determinadas as propriedades mecânicas iniciais, como a resistência à compressão, módulo de elasticidade e resistência à tração dos corpos de prova. As amostras foram então imersas em solução de 5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em um recipiente coberto de Plexiglass (placas de acrílico moldado) durante 60 dias. As amostras para comparação foram mantidas imersas em água durante 88 dias.

Após o período de imersão, a superfície das amostras foi limpa com água destilada e a resistência química foi avaliada através da determinação da perda de

massa (WL) e perda de resistência à compressão das amostras (SL). Foram então calculadas as perdas em relação às amostras de referência.

Ao se analisar as amostras de controle, sem cinza volante, submetidas ao ataque por ácido foi possível perceber que a taxa de deterioração do concreto curado a vapor foi muito maior do que a das curadas de forma padrão. Isto pode ser atribuído à microestrutura mais permeável de amostras curadas a vapor causados pela formação rápida de C-S-H. Foi apurado também o aumento do pH da solução de 0,97 para 5,59 após os 60 dias de imersão. Esse mecanismo está diretamente ligado à dissolução dos componentes cimentícios.

A partir da adição mineral, nota-se que para o caso de cura padrão o aumento da concentração de cinza volante resultou em uma redução não muito significante da perda de resistência. Porém, a partir de 40% de adição a perda aumenta, não sendo mais efetivo. Já para a cura úmida, notou-se que conforme há o aumento da concentração de cinza volante, ocorre uma menor perda da resistência à compressão. Desse modo, para estruturas curadas a vapor, a resistência ao ataque químico melhora bastante com a adição de cinza volante, constituindo uma boa alternativa. Em relação à perda de massa, o aumento da adição de cinza volante se mostrou satisfatório, sendo mais efetivo para as amostras curadas a vapor. Esses resultados podem ser observados na Figura 2.10.



Figura 2.10 – Perda de massa e resistência das amostras de acordo com a adição de cinza volante; adaptado de [23].

Outro estudo que aplicou ensaio químico acelerado foi o realizado por Ehrich *et al.* [27]. Nesse ensaio foi realizada a imersão de amostras de argamassas em soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com pH igual a 2. Dessas amostras, uma era de cimento aluminoso - CAC (CC), outra também de CAC, porém com agregado tipo Alag (SC), uma de cimento Portland (OPC), uma de cimento Portland resistente a sulfatos (srPC) e a última de cimento Portland com composição de 60% de escória de alto forno (BFC). Todas as amostras, com exceção da SC, tinham como agregado areia silicosa.

As amostras foram posicionadas horizontalmente e ao longo do ensaio não houve o processo de agitar a solução. A razão entre o volume da solução (cm<sup>3</sup>) e a área de superfície das amostras (cm<sup>2</sup>) adotada foi 6. Dentro de 1 ou 3 dias, as soluções de ácido precisavam ser renovadas. A cada troca, as amostras eram lavadas em água corrente para a eliminação de resíduos de corrosão e era analisado o teor de ácido da solução. Como resultado final desses ensaios foram obtidos os valores relativos a perda de massa e o consumo de ácido, ou seja, o volume total de ácido neutralizado após as trocas de solução, para cada amostra distinta. Os resultados após 25 trocas de solução para as amostras podem ser observados na Tabela 2.3

Tabela 2.3 – Perda de massa e consumo de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> das diferentes amostras; adaptado de [27].

pH= 2	SC	CC	OPC	SrPC	BFC
Perda de Massa (%)	4,7	8,3	15,5	12,2	10,8
Consumo de ácido (mmol H <sup>+</sup> )	119	112	129	124	113
Consumo de ácido (%)	70	65	75	73	66

Portanto, foi observado que as amostras a partir de CAC foram as que apresentaram menor perda de massa e as amostras de OPC com adições representaram uma melhoria, apesar de pequena. Outro resultado interessante foi que o consumo de ácido foi praticamente o mesmo para todas as amostras. Sendo uma média de 70% de H<sup>+</sup> neutralizado ao longo do processo de imersão.

Nesse mesmo estudo foi realizado um ensaio de degradação biológica e foram comparados os resultados, observando-se que no biogênico ocorreu uma maior degradação. Com base na perda de massa da amostra CC no ensaio de corrosão

biológica após 150 dias, foi calculado o número de trocas de solução no ensaio químico para atingir o mesmo resultado. O resultado obtido foi de 33 renovações de solução. Dessa maneira, foi possível obter uma relação entre os resultados de perda de massa dos dois ensaios conforme a Tabela 2.4.

Tabela 2.4 – Perda de massa obtida por ensaio biológico e químico para os diferentes tipos de concreto; adaptado de [27].

Perda de Massa (%)					
Teste	SC	CC	OPC	SrPC	BFC
Biológico	3,4	13,1	25,1	27,3	25,3
Químico	6,3	13,1	22,2	18,0	14,9

Outro exemplo é o estudo de Monteny *et al.* [17], no qual foi concluído que os testes acelerados microbiológicos foram mais agressivos ao concreto do que o químico por imersão em solução de 0,5%. Portanto, concretos projetados para possuírem elevada resistência a um ataque químico por ácido sulfúrico não necessariamente possuem a mesma resistência a um ataque por esse ácido de origem biogênica [12, 26]. Dessa forma, é passível de ocorrer corrosão, mesmo que em menor escala, uma vez que os processos são distintos e foi menosprezada a parcela biológica do processo. Logo, podem ser observadas diferenças entre resultados de testes puramente químicos com imersão em  $H_2SO_4$  e testes envolvendo a produção de  $H_2SO_4$  por bactérias [13].

Os ensaios estudados por Sand *et al.* [25] concluíram que, no caso do cimento aluminoso, em testes de corrosão puramente química esse cimento não apresenta um bom resultado. Porém, analisando a corrosão biologia, e levando em conta as suas propriedades de neutralização e menor produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, apresenta excelente resultados.

Sendo assim, em ensaios puramente químicos seria como se considerasse que o material cimentício é destruído por uma reação puramente química com o  $H_2SO_4$ , também se desconsiderando que a corrosão ocorre de maneira variável ao longo da estrutura de concreto [25]. Sendo assim, não se leva em consideração a capacidade de produção de  $H_2SO_4$ , que é diretamente ligada à ação das bactérias, como também o potencial de neutralização do concreto [27].

Dessa forma, esses ensaios são uteis para classificar os materiais de acordo com a sua resistência, porém não teriam capacidade de prever o comportamento desses materiais em condições naturais [25].

Outra hipótese é que o ataque puramente químico leva à uma menor corrosão pois ocorre uma menor penetração de ácido sulfúrico e a superfície corroída atua como uma barreira para a penetração de mais ácido [11].

### 2.2.2. Ensaio biológico acelerado

O processo de degradação biogênico está relacionado diretamente com a quantidade de ácido produzido, sendo esse limitado pela extensão das atividades das bactérias. Desse modo outra base de estudo são os ensaios simulando a presença das bactérias na superfície do concreto. Em busca de resultados mais próximos à realidade, foram desenvolvidos métodos de ensaios que buscam simular o que ocorre no meio real (in loco). Dessa forma, são aplicadas as condições ideais de temperatura e nutrientes, para o desenvolvimento e ação das bactérias produtoras de  $H_2SO_4$ .

Um desses métodos de ensaio foi proposto por Sand *et al.* [25], em que se buscou determinar o quanto os ensaios de simulação eram acelerados em relação aos resultados reais em condições naturais observados em tubulações da cidade de Hamburgo. O ensaio teve a duração aproximada de um ano e a corrosão biogênica por meio de bactérias produtoras de  $H_2SO_4$  foi simulada numa câmara de reprodução controlada ilustrada na Figura 2.11. Para os ensaios, foram utilizadas amostras de concreto a base de cimento Portland com um fator a/c igual a 0,5.

Na câmara, as condições para o crescimento das bactérias foram otimizadas, como uma elevada umidade, temperatura ideal e fornecimento de nutrientes. Para tal, a câmara foi mantida a umidade elevada (98%) e temperatura de 30° C. Gás H<sub>2</sub>S foi dissipado em seu interior, que ao se oxidar vira enxofre e serve de nutriente para as bactérias. Para evitar qualquer possível escassez de nutrientes, sprays lançaram uma solução salina que forneceu nitrogênio e fósforo para as bactérias. Outra função dos sprays foi inocular as amostras a serem estudadas com uma mistura de bactérias que produzem H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Essas bactérias foram retiradas de amostras corroídas das tubulações usadas para ensaios em Hamburgo e cultivadas em laboratório para posteriormente serem lançadas sobre as amostras.



Figura 2.11 Câmara de simulação utilizada para ensaio biológico acelerado [25].

O peso das amostras foi registrado antes do início dos ensaios e após o fim dos ciclos, sendo antes chacoalhadas para a retirada dos produtos de corrosão fracamente aderidos. Ao longo do ensaio, o pH das soluções foi medido, assim como a variação da contagem das células de bactérias. Como conclusão, foi observado que os resultados obtidos no ensaio de simulação por um ano se aproximaram aos obtidos após oito anos de observação do ensaio da tubulação in loco.

Outro estudo que analisou esses mecanismos de corrosão por meio de ensaios de degradação acelerada foi o de Yousefi *et al.* [4]. Esse ensaio foi realizado em amostras cúbicas feitas a partir de pasta de cimento Portland tipo II com fator a/c igual a 0,35 expostas a um meio contendo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> produzido por bactérias sulfato oxidantes do tipo *Acidithiobacillus thiooxidans*. Essa solução atingiu um pH relativo ao verificado em uma situação real após um período de exposição igual a 20 anos. As amostras foram imersas por períodos que variaram entre 10 e 90 dias. Ao fim da imersão, foram medidas as perdas de massa e de dimensões após a remoção das camadas danificadas. Foi feita também a avaliação da microestrutura das amostras biodegradadas por meio de MEV e DRX.

Também foi avaliado o efeito da exposição na resistência à compressão das amostras. Com os resultados obtidos, se chegou à conclusão que a resistência a compressão do material sofreu uma redução de até 96%. Esse resultado foi associado à formação de produtos expansivos oriundos das reações químicas da pasta de cimento com o ácido. O que ocasionou uma perda de massa e forma da amostra, impedido assim que a força fosse aplicada de maneira uniforme sobre a superfície. Como consequência, foi registrada uma elevada perda de resistência.

Cabe ressaltar que, após 30 dias de ensaio, foi observada nas amostras a formação de uma camada esbranquiçada de aparência mole e fracamente aderida, sendo facilmente removida no processo de retirada do material degradado. Na Figura 2.12 nota-se a deterioração ocorrida na amostra após 60 dias de exposição, sendo possível observar a presença de fissuras e material solto.



Figura 2.12 Comparação entre a amostra de controle e após 60 dias de exposição ao ácido sulfúrico produzido pela A. Thiooxidans [4].

Por avaliação visual da seção transversal das amostras degradadas, notou-se três regiões com características distintas. Na superfície externa, uma camada fina branca completamente degradada sem qualquer propriedade cimentícia, que por meio do ensaio de DRX, foi estimado ser gesso. Em seguida, uma camada moderadamente fina com propriedade de cimento e cor clara, porém distinta em relação a outras partes intactas da amostra e, por fim, o restante da amostra que parecia completamente íntegro.

Outra proposta de ensaio foi descrita por Vincke *et al.* [24], composta por quatro etapas que se repetiram no total de 3 ciclos. O ensaio teve a duração de 51 dias e foi realizado a 28° C, sendo analisadas amostras de cimento Portland comum e de escória de alto forno com ou sem adição polimérica.

O primeiro passo foi a incubação das amostras em gás H<sub>2</sub>S por três dias. Após isso, as amostras foram incubadas em solução de simulação em um agitador rotatório durante 10 dias. Essa solução continha H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de origem biogênica

formado por três tipos de bactérias, juntamente com nutrientes fontes de sulfato  $((NH_4)_2SO_4 - sulfato de amônia)$  e fósforo  $(K_2HPO_4 - fosfato de potássio dibásico)$ . Para cada composição foram usadas amostras de controle com essa mesma composição e com as bactérias inativadas. As bactérias utilizadas na solução foram *T.thiooxidans*, *T. novellus/intermedius* e *T. neapolitanus*.

O terceiro passo buscou representar uma situação passível de ocorrer no sistema sanitário, em que a elevação do fluxo de esgoto pode remover os produtos de corrosão formados, deixando uma nova superfície para o ataque. Para simular isso, as amostras foram chacoalhadas por dois dias. A última etapa foi a secagem em forno à 60° C, que simulou períodos sem ou com poucas chuvas. Nesse período pode ocorrer penetração de H<sub>2</sub>S nessa nova superfície do concreto, sem os resíduos de corrosão levados na etapa anterior, e novos produtos de corrosão podem ser formados. A secagem durou dois dias. Após cada ciclo, a perda de espessura de cada amostra foi medida com sensor de laser. A perda de material foi medida por meio da comparação da pesagem das amostras secas antes e após o fim dos ensaios.

Constatou-se que para as amostras em solução inativa foi registrado um pequeno aumento do pH da solução, devido à alta alcalinidade do concreto, e também que, sem atividade das bactérias, não há produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Para as demais soluções, tanto para o Portland puro como com as adições, se observou a mesma redução do pH de 7 inicialmente para 1 após 10 dias de ensaio. As amostras de concreto com adição de polímeros apresentaram as menores perdas de espessura, não havendo diferença significativa entre o tipo de cimento utilizado.

### 2.2.3. Ensaios In Loco

Em métodos acelerados a degradação ocorre mais rapidamente, de forma que a reprodução dos seus efeitos e a avaliação dos processos são realizados mais facilmente. Porém, a taxa de degradação acelerada observada pode ser diferente de uma taxa de degradação natural. Uma vez que a biodegradação do cimento e concreto dependem de diferentes parâmetros, como a quantidade de compostos de enxofre, umidade, turbulência e vazão de esgoto, comprimento da tubagem e temperatura, conforme relatado por Yousefi *et al.* [4]. Dessa forma, é muito difícil reproduzir exatamente as condições naturais no laboratório devido à complexidade do ataque por biológico por bactérias [13].

Em alguns locais como Alemanha [10], Japão [32] e África do Sul [35], foram realizados ensaios in loco em sistemas de esgoto reais. A partir de amostras e dados obtidos foram realizados ensaios em tubulações construídas para ensaios de simulação. Essas tubulações para ensaios buscam simular o ambiente de esgoto, com todas as condições necessárias para gerar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> através dos processos biológicos envolvidos.

O estudo de Mori *et al.* [32] envolveu a realização de uma série de ensaios in loco. Um trecho de 1000 metros de uma tubulação por gravidade foi vistoriado, encontrando-se sinais de corrosão muito severos, como agregados graúdos e armadura aparentes. Durante a reforma, uma seção desse trecho corroído foi retirada. Então, amostras do concreto de parte do trecho foram coletadas, a fim de se determinar as taxas de corrosão em diferentes regiões da tubulação de esgoto. Esse tubo possuía o diâmetro externo e a espessura iguais a 1000 mm e 88 mm respectivamente. Os autores assumiram que essa deterioração ocorreu ao longo de 12 anos, sendo a taxa de deterioração por ano observada em cada ponto descrita na Tabela 2.5.

Dogião do Tubulação	Espessura	Taxa de Corrosão
Kegiao da Tubulação	( <b>mm</b> )	(mm/ano)
Торо	71	1,4
Parte Central Esquerda	66	1,8
Parte Central Direita	58	2,5
Nível do Esgoto lado esquerdo	32	4,7
Nível do Esgoto lado direito	36	4,3
Fundo (sem corrosão)	88	0

Tabela 2.5 – Espessura e taxa de corrosão de diferentes pontos das paredes do tubo após 12 anos de exposição; adaptado de [32].

Foi concluído, assim, que a maior perda de espessura de concreto ocorreu no nível e logo acima do fluxo de esgoto, sendo que a taxa de corrosão decai a medida em que se afasta desse ponto. Isso é justificado pelo fato de que essa região está em contato direto com a matéria orgânica, havendo o fornecimento constante de água e nutrientes por meio. Sendo assim, essa é a região mais propícia ao crescimento e concentração das bactérias sulfeto-oxidantes responsáveis pela produção de  $H_2SO_4$ . Outro fator é que os materiais corroídos formados nessa região são removidos pelo próprio fluxo de esgoto, aumentando ainda mais a deterioração. Os autores concluíram que devido às taxas de corrosão de 4,3 ou 4,7 mm/ano o tempo de serviço desse tubo de esgoto seria apenas de 20 anos.

O outro experimento realizado in loco foi através de amostras retangulares de argamassa deixadas próximas a um bueiro em outro ponto desse trecho corroído da tubulação. As amostras foram retiradas após 8 meses, sendo calculada a taxa de corrosão média de 5,7 mm/ano.

Por fim, foi realizado também ensaios em uma planta de demonstração para investigar o comportamento de corrosão da argamassa parcialmente imersas em esgoto por 10 meses. Notou-se que a corrosão começou a ocorrer 6 meses após o início do experimento, sendo que após 10 meses já eram observados sinais de corrosão grave. Essa estrutura era formada por uma tubulação de 15 cm de diâmetro e 20 metros de comprimento, havendo um fornecimento e retirada do esgoto pelas extremidades da estrutura e janelas de observação.

O padrão de corrosão observado foi igual ao da tubulação de concreto in situ, um maior grau de corrosão logo acima do nível de esgoto e quanto mais afastado do nível menor é a corrosão. A taxa de corrosão logo acima do nível de esgoto foi calculada como sendo entre 3,8 e 7,6 mm/ano. Na Figura 2.13 é possível observar a deterioração de uma amostra após 9 meses de ensaio.



Figura 2.13 – Deterioração de amostra de argamassa imersa parcialmente em esgoto na planta de demonstração por 9 meses [32].

Outro exemplo de estudo com ensaios in loco foi realizado por Alexander e Fourie [35]. Assim como na pesquisa de Mori *et al.* [32], foram analisadas amostras da tubulação já degradada. Essa tubulação para ensaios, reproduzida na Figura 2.14, fica localizada na África do Sul, tendo o seu início de funcionamento em 1988 e sendo monitorada desde então. A tubulação possui 0,88 metros de diâmetro e 65 metros de comprimento, sendo cada seção dessa estrutura constituída por diferentes matrizes cimentícias e tipos de agregados.



Figura 2.14 – Tubulação para ensaios in loco com regiões constituídas por diferentes materiais e perda de espessura dos mesmos devido à corrosão [35].

No caso do concreto com agregados silicosos, a taxa de corrosão por ano prevista era de 6,3 mm/ano. Após 12 anos de operação, a perda de espessura observada para esse tipo de concreto foi superior à 64 mm, ou seja, a taxa de corrosão real foi superior a 5 mm/ano. Os valores de perda de espessura para os diferentes materiais que constituem a tubulação estão descritos na Figura 2.14. Também é possível observar visualmente que houve uma grande corrosão na região mais próxima ao nível do esgoto.

# 3. Programa Experimental

No estudo foram realizados ensaios de compressão direta e tração indireta após 28 e 84 dias de imersão em soluções de concentração 0,5%, 1% e 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e em esgoto recolhido de uma estação de tratamento da cidade do Rio de Janeiro. Durante o período de imersão, foram realizadas inspeções visuais, registrada a perda de massa das amostras e medida a variação do pH das soluções. Os parâmetros analisados estão descritos na Tabela 3.1.

Tipo de Concreto	Tempo de Cura	Tempo de Imersão	Solução	Ensaios Mecânicos
Concreto de Alto	28 dias	28 dias	0,5% de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Compressão
(CAD)	63 dias		1% de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Axial
Concreto		94 J'	3% de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	<u>C</u>
(CC)	91 dias	84 01as	Esgoto não tratado	Diametral

Tabela 3.1 – Parâmetros analisados na pesquisa.

De forma a analisar as diferenças de comportamento e durabilidade com as propriedades cimentícias empregadas, foram estudados dois concretos distintos. Um concreto convencional (CC) com relação a/c de 0,83 e considerado de baixo desempenho, e um concreto considerado de alto desempenho (CAD) com adições minerais e fator a/c igual a 0,28. Para o concreto CAD foi utilizado um traço de concreto auto adensável desenvolvido no trabalho de Pereira [38]. De modo a obter os resultados mais aproximados, o presente estudo empregou os mesmos insumos originalmente utilizados.

### 3.1. Materiais Utilizados

Os materiais envolvidos na produção dos tipos distintos de concreto estão descritos nos tópicos abaixo, assim como os traços para o concreto de alto desempenho (CAD) e o concreto convencional (CC) são apresentados nas Tabela 3.2 e Tabela 3.3, respectivamente.

Concreto de Alto Desempenho kg/m <sup>3</sup>				
Brita	492,00			
0,15mm < Areia < 0,85mm	826,80			
0,85mm < Areia < 4,75m	99,60			
Sílica 325	70,00			
Cimento CP V - ARI	360,00			
Cinza Volante	168,00			
Sílica Ativa	45,00			
Água	166,40			
Superplastificante	19,80			

Tabela 3.2 – Dosagem do concreto de alto desempenho utilizado no estudo.

Tabela 3.3 – Dosagem do concreto convencional utilizado no estudo.

Concreto Convencional (kg/m <sup>3</sup> )				
Cimento CPII F-32	Areia	Brita	Água	
297,06	906,37	849,09	247,44	

# 3.1.1. Material Cimentício

Para o concreto CC foi utilizado cimento Portland CPII F-32 da fabricante LafargeHolcim. Já para o concreto CAD se usou cimento Portland CP V ARI do fabricante LafargeHolcim

# 3.1.2. Agregados

Os agregados utilizados para a fabricação dos concretos foram os agregados miúdos de areia natural quartzosa e agregado graúdo de gnaisse. A brita utilizada, conhecida como brita 0, possuía diâmetro máximo de 9,5 mm e módulo de finura

igual a 5,41. Ambos os materiais passaram por um processo de secagem natural antes de ser realizada a separação dos materiais e a concretagem.

A areia possuía diâmetro máximo de 2,36 mm e módulo de finura 2,68. Para o concreto CC, a areia foi utilizada nessas condições, porém para o concreto CAD a areia foi utilizada em duas frações distintas: uma pequena parcela formada pela areia mais grossa e o restante se utilizando a areia mais fina. Sendo assim, foi utilizada uma peneira de análise granulométrica da marca Solotest em que a areia natural seca foi peneirada por 10 minutos. A primeira fração era representada pelo material passante na peneira 4,75 mm e retida na peneira 0,85 mm; e a segunda fração era representada pelo material remanescente retido na peneira 0,15 mm.

A Figura 3.1 a) ilustra a composição granulométrica da brita 0 e da areia natural, determinadas no estudo de Pereira [38].

### 3.1.3. Adições Minerais

Para as amostras de concreto CAD, a dosagem do mesmo incluía o uso de aditivos. As adições empregadas foram Sílica Ativa SILMIX® tipo D (densificada), Cinzas Volantes POZOFLY® e Sílica 325, um fíler de pó de quartzo proveniente da indústria cerâmica. O estudo de Pereira [38] também determinou a composição granulométrica de parte desses aditivos, conforme representado na Figura 3.1 b).



Figura 3.1 – Gráfico da distribuição granulométrica dos: (a) agregados; (b) adições [38].

#### 3.1.4. Superplastificante

O aditivo superplastificante utilizado na dosagem do concreto tipo CAD foi o MasterGlenium® 51, que tem base em éter policarboxílico, e é produzido pelo fabricante BASF.

## 3.2. Mistura

Cada um dos materiais é retirado das bombonas de armazenagem e pesado em balança com precisão de 0,001 Kg. Ambas as misturas foram produzidas utilizando um misturador mecânico de bancada com capacidade de 20 litros, representado na Figura 3.2(a). Esse equipamento possui três velocidades de mistura: 125, 220 e 450 rotações por minuto (RPM). Para os procedimentos de mistura foram utilizadas apenas as duas primeiras velocidades.

# 3.2.1. Concreto Convencional (CC)

No concreto CC inicialmente, areia e brita são misturados rapidamente por meio minuto com uma pequena quantidade de água para homogeneização na velocidade de 125 rotações por minuto (RPM). O próximo passo é a adição do cimento Portland e o restante da água, sendo então misturados por mais 3 minutos na mesma velocidade. Em seguida, a velocidade é aumentada para 220 RPM e se procede a mistura por mais 8 minutos.

### 3.2.2. Concreto de Alto Desempenho (CAD)

Para esse concreto o cimento utilizado foi o Portland CP V ARI e os agregados foram areia de duas granulometrias (fina e mais grossa) além de brita. Como aditivos foram utilizados, cinza volante, sílica ativa, sílica 325 sendo também utilizado superplastificante de modo a obter uma maior fluidez. Para o processo de mistura, toda a areia e a brita foram misturadas por 30 segundos com uma pequena quantidade de água (10%) para homogeneização na velocidade de 125 RPM. O próximo passo foi a adição do cimento CP V e dos outros componentes cimentícios juntamente com uma parcela de 70% da água e misturados por aproximadamente um minuto. Por fim o superplastificante foi acrescentado, juntamente com a parcela final de água, e a mistura é feita por 7 minutos na velocidade de 220 RPM.

#### 3.2.3. Moldagem

Para o ensaio de compressão direta, as amostras foram confeccionadas em moldes cilíndricos de 100 mm de altura e 50 mm de diâmetro, havendo aplicação prévia de desmoldante. Esses moldes são feitos de aço inox, possuindo base rosqueada e confinamento lateral através de borboleta. Já para os ensaios de tração indireta foram confeccionados corpos de prova em forma cilíndrica metálica de 200 mm de altura x 100 mm de diâmetro, com confinamento lateral por borboleta e uma demão de desmoldante. A Figura 3.2 mostra, respectivamente, o misturador de bancada utilizado e a moldagem dos corpos de prova cilíndricos.



Figura 3.2 – Concretagem das amostras: (a) Misturador de bancada; (b) Moldagem dos corpos de prova.

Para as amostras CC a moldagem foi feita em 4 camadas sendo que cada camada é assentada por meio de 30 batidas de soquete e leves toques nas laterais da forma. Nas amostras de CAD, a moldagem foi feita de forma direta. Ao fim da moldagem de cada amostra, eram efetuadas leves batidas nas laterais da forma, apenas para retirar o ar impregnado no concreto diminuindo assim os vazios.

No dia seguinte à concretagem as amostras foram desmoldadas e submersas em caixas contendo água com cal para a cura até a idade designada para cada amostra. Após a cura, as amostras cilíndricas de 100x200 foram levadas à serra de corte do modelo RCCSS-415, Figura 3.3 a), para a obtenção de discos de 20 mm de espessura. Já as amostras cilíndricas menores (50x100 mm) foram faceadas no equipamento retifica planificadora da Setor Indústria, Figura 3.3 b), para nivelamento. Após esses procedimentos, as amostras que passariam ainda pelos ensaios químicos e biológicos foram imersas nas soluções, enquanto que, para as amostras de referência, foram realizados diretamente os ensaios mecânicos.



Figura 3.3 – Equipamentos utilizados para adequação das amostras: (a) serra de corte; (b) faceador.

## 3.3. Métodos de Ensaio

Os corpos de prova de concreto foram identificados pelo tipo de concreto, tempo de cura, solução utilizada no ensaio e tempo de imersão. Para cada série ensaiaram-se três corpos de prova, onde cada exemplar foi representado pela média dos resultados individuais totalizando assim 162 corpos de prova cilíndricos e 162 discos para cada tipo de concreto.

### 3.3.1. Teste de imersão química

Soluções com concentração de 0.5%, 1% e 3% por volume de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> foram feitas a partir da mistura de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> do tipo PA (98% de concentração) com água deionizada. A mistura foi feita se colocando inicialmente parte da água deionizada

no balão volumétrico. Em seguida o volume de ácido sulfúrico necessário, 10 ml, 20 ml e 60 ml para as concentrações 0,5%, 1% e 3% respectivamente, é coletado a partir de pipetas volumétricas e lançado diretamente no balão. Por fim, o balão é preenchido com água deionizada até a marcação de 2 litros. Na necessidade de fazer soluções em menores quantidades foram utilizados balões com graduação de 500 ml e 1 litro, utilizando o volume respectivo de ácido necessário para a quantidade de solução. A solução então é misturada tampando-se o balão e virando-o aproximadamente 10 vezes. A solução foi depositada em recipiente plástico transparente contendo as amostras até que as mesmas ficassem totalmente imersas. Para isso, foram necessários, em média, 8 litros de solução por recipiente.

Os recipientes foram então cobertos e armazenados dentro de uma capela de exaustão. A Figura 3.4 abaixo mostra os aparatos utilizados no decorrer dos ensaios de imersão química.



(a)



Figura 3.4 – Procedimentos do ensaio de imersão química: (a) preparação das soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> em balão volumétrico; (b) capela utilizada para produção e imersão das amostras nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Semanalmente, o peso de cada amostra foi registrado em balança de precisão (resolução de 0,00001kg) e o pH da solução foi aferido por meio de fitas medidoras de pH (graduação 0-6 com intervalo de 0,5). Como consequência da neutralização das soluções por meio do contato com o concreto, foi decidido pela troca a cada 2 semanas das mesmas. Outra opção seria fazer o ajuste da solução periodicamente a partir de uma verificação constante do nível de pH.

A renovação frequente gera um grande volume de material tóxico a ser descartado, sendo necessário ainda seguir normas específicas para o descarte correto. Sendo assim, esse resíduo necessitava ser descartado em bombonas plásticas de 20 litros, posteriormente incineradas.

Ao fim de cada ciclo de 4 semanas as amostras foram limpas com água e levemente esfregadas para a retirada de material corroído fracamente aderido. Todas as amostras foram pesadas e fotografadas previamente e após a limpeza. Após a pesagem e registro fotográfico de cada amostra, as mesmas foram imersas em compartimento contendo água comum. De maneira suave as amostras foram esfregadas para a retirada dos fragmentos e novamente imersas em água, sendo esse procedimento repetido 3 vezes. Ao fim, com o auxílio de frasco de lavagem plástico lança-se água para a retirada dos resíduos finais. Após processo de limpeza de todas as amostras, as mesmas foram novamente pesadas e fotografadas. Para as amostras cujo tempo de ensaio de imersão era de apenas 28 dias, elas foram levadas para a realização dos ensaios mecânicos. Enquanto que, para as restantes, esse procedimento se repetiu novamente na marca de 8 e 12 semanas. Ao fim desses procedimentos e com a solução já trocada e a caixa plástica limpa, essas amostras foram imersas novamente nas suas soluções correspondentes.

Durante o procedimento de limpeza realizado na oitava semana do ensaio de imersão, observou-se que o estado de deterioração dos discos de CAD (compressão diametral) imersos na solução de 3% já era bastante avançado. Dessa forma, optou-se pelo ensaio dessas amostras específicas após 56 dias de imersão, já que havia a possibilidade de os discos serem totalmente destruídos, o que acabou ocorrendo com amostras extras que foram deixadas por um período superior. Antes de completar os 84 dias de imersão prevista inicialmente, duas de três amostras já tinham sido totalmente corroídas e a amostra restante se partiu no próprio processo de limpeza. Sendo assim, com exceção dos discos de CAD na solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, as demais amostras foram ensaiadas após os períodos de imersão estabelecidos anteriormente, de 28 e 84 dias.

O concreto pode ser atacado por líquidos com um valor de pH inferior a 6,5, porém apenas a um pH inferior a 5,5 o ataque é grave e abaixo de 4,5, o ataque é considerado muito grave [1]. O pH inicial das soluções utilizadas no presente estudo e feitas a partir de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, eram inferiores à 4,5. O pH inicial e a média de pH

pH das soluções	0,5%	1%	3%
Inicial	1	1	0
Final	1,5	1	0-0,5

Tabela 3.4 – pH inicial e após 2 semanas de ensaio das soluções utilizadas.

# 3.3.2. Teste de imersão biogênica

O esgoto utilizado no trabalho não passou por qualquer tratamento, apenas pela retirada do lixo, sendo coletado mensalmente em uma estação de tratamento localizada na cidade do Rio de Janeiro. O local onde foi realizado a coleta, mostrado na Figura 3.5, apresentou sinais de corrosão no concreto, sendo mais evidente no nível próximo ao fluxo. Porém esse processo corrosivo observado não deve ser atribuído apenas ao processo de corrosão biogênico, uma vez que outros processos como erosão e cavitação podem ter ocorrido, conforme retratado no estudo de Aguiar *et al.* [2].



Figura 3.5 – Sinais de corrosão na rede de transporte de esgoto antes de qualquer tratamento.

A Figura 3.6 ilustra como foi realizada a coleta mensal do esgoto. No mesmo dia da coleta, era feita a troca da solução das amostras, sendo o restante desse esgoto armazenado em um refrigerador com a temperatura aproximada de 5° C, de modo a conservar o mesmo inerte e evitar decomposição prévia.



Figura 3.6 – Coleta e armazenamento do esgoto coletado: (a) enchimento dos galões; (b) vista geral do local da coleta.

Para o ensaio biológico, as amostras foram depositadas em caixas transparentes e foram imersas até a metade da altura em esgoto, como ilustrado na Figura 3.7. Essas caixas foram alocadas em um ambiente externo com cobertura metálica, sendo assim expostos às condições ambientais de temperatura real. A imersão parcial é justificada pela observação em vários estudos prévios que a maior incidência de corrosão ocorre no nível do líquido [1, 11, 32, 35].



Figura 3.7 – Ensaio de degradação biológica através de imersão em esgoto.

Diariamente foi medida a temperatura próxima às caixas, cujas médias para 28 e 84 dias foram respectivamente  $28 \pm 1$  °C e  $26 \pm 2$  °C.

Com o objetivo de manter o fluxo de oxigênio, as tampas eram removidas por alguns segundos diariamente. Essa troca de oxigênio visou a renovação de oxigênio para as bactérias, de modo a simular o processo real e garantir que o método corrosivo por meio das bactérias fosse mantido. Do mesmo modo que no ensaio químico, semanalmente as amostras foram pesadas e o pH medido, sendo a solução substituída a cada duas semanas.

### 3.4. Ensaios Mecânicos

A tensão máxima de cada grupo experimental foi obtida por meio da média aritmética dos resultados de três amostras sujeitas aos mesmos fatores, sendo também calculado o desvio padrão ocorrido. Visando uma melhor comparação dos resultados, essas tensões foram calculadas a partir das dimensões originais das amostras a partir das equações de compressão axial (vide eq. (3.1)) e compressão diametral (vide eq. (3.2)).

$$f_{c} = \frac{F_{u}}{A}$$
(3.1)

$$f_{ct,sp} = \frac{2 F_u}{\pi dL}$$
(3.2)

### Sendo,

f<sub>c</sub>: a resistência à compressão direta aparente, expressa em MPa;
F<sub>u</sub>: a força máxima obtida no ensaio, expressa em N;
A: a área de contato inicial do cilindro, expressa em mm<sup>2</sup>
f<sub>ct,sp</sub>: a resistência à tração por compressão diametral, expressa em MPa;
d: o diâmetro do corpo de prova, expresso em mm;

L: o comprimento do corpo de prova, expresso em mm.

Os ensaios de compressão axial foram realizados em uma máquina de ensaios mecânicos servo hidráulica MTS 810 com capacidade de carga de 500 kN, com controle por deslocamento taxa de 0,4 mm/min. As deformações dos corpos de prova foram registradas por meios de LVDTs posicionados nas laterais do *set-up* acrílico dimensionado para o ensaio, como pode ser visto na Figura 3.8. Anéis de acrílico foram fixados à amostra por atrito usando parafusos levemente apertados contra a amostra. Esses anéis foram distanciados 70 mm com o auxílio de apoios metálicos. Na parte superior do cilindro foi apoiada uma rótula metálica e todo o sistema foi centralizado em relação à máquina de ensaio.

Para os ensaios de compressão diametral foi utilizado o mesmo equipamento do ensaio de compressão axial, mas com taxa de deslocamento igual a 0,3 mm/min. Isso é justificado pela necessidade de acompanhar mais lentamente a ruptura da amostra. A abertura de fissura foi medida por meio de LVDT fixado entre duas placas de acrílico a distância de 30 mm. Cada disco foi apoiado em tiras de madeira nas partes superior e inferior de largura 5 mm e altura 3 mm, com o objetivo de haver uma melhor distribuição das cargas. Assim como no ensaio de compressão, sobre esse sistema foi apoiada uma rótula metálica, conforme representado na Figura 3.8.





Figura 3.8 – Configuração utilizada para os ensaios: (a) compressão axial;(b) tração indireta por compressão diametral.

O módulo de elasticidade aparente (E) das amostras sujeitas à compressão axial foi calculado como sendo o coeficiente angular da curva tensão ( $\sigma$ ) vs. deformação ( $\varepsilon$ ) na região linear correspondente ao início do ensaio. Dessa forma, pode ser descrito pela eq. (3.3).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$
(3.3)

# 3.5. Ensaios de Análise Química por meio de Solução de Fenolftaleína

Esse método de ensaio tem como objetivo determinar a profundidade da camada corroída na superfície do concreto endurecido por meio de um indicador a base de fenolftaleína. Esse método de ensaio é muito utilizado para a medição de carbonatação de concreto. Dessa forma, a produção da solução foi feita de acordo

com a norma RILEM CPC-18 [41], a partir da mistura de 1% de massa de fenolftaleína em pó com álcool etílico de concentração igual a 70%.

Logo após a ruptura, os corpos de prova foram borrifados com solução de fenolftaleína, visando observar mudanças de pH nas regiões próximas às superfícies expostas. Essa solução alterna de cor ao entrar em contato com superfícies de pH mais baixo. De acordo com Neville [1], para pH superior a 9,5 a coloração da solução em contato com o concreto é rosa. Sendo que para pH inferior a solução sobre a superfície torna-se transparente.

Dessa forma é possível medir o pH do concreto e se observar a espessura de concreto na qual a solução de  $H_2SO_4$  afetou os concretos submetidos aos ensaios químicos e biológicos. Assim, logo após a ruptura das amostras foi borrifada essa solução a base de fenolftaleína, permitindo visualmente observar a profundidade de penetração do ácido nas amostras.

# 4. Resultados e Discussão

Conforme descrito anteriormente, foram avaliados os efeitos do processo corrosivo nas propriedades mecânicas e na perda de massa de dois tipos de concretos: um convencional (CC) e outro de alta resistência (CAD). Os corpos de prova foram curados em água por três períodos diferentes (28, 63 e 91 dias) e foram imersos nas soluções por 28 e 84 dias, ou seja, 4 e 12 semanas. Os procedimentos de moldagem, cura e preparação das amostras estão descritos no tópico 3.2.3 referente aos procedimentos experimentais.

Após os períodos de imersão e antes da realização dos ensaios mecânicos foram registradas as dimensões das amostras. Porém como relatado no item 3.3.1, para efeito de comparação das amostras sujeitas às diferentes soluções, optou-se por considerar as dimensões originais para o cálculo das resistências. Dessa forma é possível comparar a resistência esperada, com as que seriam obtidas ao se desconhecer o processo de corrosão ocorrido, supondo-se a integridade das estruturas.

Os resultados obtidos em relação às variações das propriedades mecânicas e químicas, bem como perda de massa, são discutidos a seguir. Os resultados apresentados estão subdivididos em tempos de cura e períodos de imersão nas soluções.

### 4.1. Concretos com tempo de cura de 28 dias

### 4.1.1. Período de imersão de 28 dias

É possível notar uma elevada perda de resistência tanto no ensaio de compressão axial como na tração indireta para as amostras de concreto de alto desempenho (CAD), conforme pode ser observado na Figura 4.1. Além disso, a redução da tensão máxima obtida está diretamente ligada ao aumento da concentração da solução. Para esse tipo de concreto, a redução de resistência ocorreu de maneira mais acentuada, principalmente quando as amostras foram expostas à solução de 3% de concentração. Para amostras sujeitas à essa solução, a

resistência diminuiu 74,5% em comparação com o concreto de referência no ensaio de compressão axial.

No caso dos ensaios de compressão axial, ao se comparar a tensão máxima obtida nas amostras de referência do concreto convencional (CC) com as demais amostras imersas em soluções, estas apresentaram um leve declínio em resistência, com exceção das amostras imersas na solução de 0,5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, que apresentou leve ganho de resistência. Isso pode ser observado na Figura 4.1 (a). Porém, se analisando os dados da Tabela 4.2, é possível notar que os valores de CC na compressão axial para as soluções de 1%, 3% e referência são bastante similares, podendo até serem considerados idênticos, ao se levar em consideração a variação do desvio padrão.

Esse ganho de resistência citado para as amostras na solução de 0,5%, pode ser justificado devido ao maior tempo decorrido antes de serem submetidas aos ensaios mecânicos. Dessa forma, o fato dessas amostras de concreto serem curadas por 28 dias, adicionados os 28 dias de imersão, fez com que adquirissem um ganho de resistência, fazendo com que assim apresentassem resistência superior ao observado nas amostras de referência. Um resultado semelhante foi encontrado no estudo de Raju e Dayaratnam [37]. Nessa pesquisa, para amostras imersas em solução de concentração 0,1% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, foi registrado um aumento da resistência mesmo nas semanas iniciais de imersão, quando comparados com os resultados da amostra de referência sem imersão e curadas por 28 dias. Enquanto que, para as soluções de maiores concentrações, de 1% e 5%, foi observada uma perda de resistência. Esse estudo está descrito no capítulo de revisão bibliográfica, sendo esses resultados mostrados na Figura 2.6. Como mostra esse gráfico (Figura 2.6), ao se manter o processo de cura para as amostras de referência, é registrado também um ganho resistência no decorrer do tempo. Dessa forma, esse ganho de resistência observado para a solução de 0,5% possivelmente está associado ao ganho de resistência decorrente do aumento do tempo de ensaio e consequente aumento da quantidade de produtos de hidratação. Porém, a perda de resistência devido ao processo corrosivo é superior ao ganho de resistência devido ao tempo no caso das soluções de concentração superiores.

Já para o ensaio de compressão diametral, essa redução de resistência é um pouco mais ressaltada, como pode ser visto na Figura 4.1 (b). Sendo que para as

soluções de 1%, 3% e esgoto os resultados foram praticamente os mesmos, conforme descrito na Tabela 4.2.

Em relação às amostras imersas em esgoto, é observada uma pequena redução da resistência à compressão axial (15% - 2,8 MPa) e diametral (30% - 0,7 MPa) para as amostras de CC. Contudo, não é considerado que essa redução esteja associada a um processo corrosivo, uma vez que não são observadas perdas de massa ou sinais de degradação nas amostras que justifiquem uma perda de resistência. Dessa forma, a menor resistência dessas amostras pode ser considerada decorrente de divergências no processo de moldagem, como por exemplo uma menor compactação. Gerando assim maior número de vazios nas amostras levando a uma resistência inferior. Em relação ao concreto CAD, o resultado da compressão diametral foi o mesmo do observado para a referência. Enquanto que o resultado na compressão axial, apesar de inferior ao obtido como referência, é superior aos obtidos após os processos de imersão química.

Os modos de ruptura obtidos nos ensaios para os dois tipos de amostra tanto do concreto de alto desempenho, como o convencional estão apresentados no anexo nas Figura 1 a 4.



Figura 4.1 – Resultados obtidos para corpos de prova de concreto convencional e de alta resistência curados por 28 dias e expostos a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e esgoto por 28 dias nos ensaios de: (a) compressão axial; (b) compressão diametral.

			-	
Compressão	Concentração	Resistê	ncia (	MPa)
Axial	Sem imersão	86,3	±	2,4
Axial	0,5%	58,2	±	2,5
Axial	1%	59,1	±	1,4
Axial	3%	22,0	±	0,8
Axial	Esgoto	71,4	±	1,6
Diametral	Sem imersão	6,3	±	0,2
Diametral	0,5%	5,6	±	0,6
Diametral	1%	4,6	±	0,1
Diametral	3%	3,5	±	0,5
Diametral	Esgoto	6,4	±	0,6

Tabela 4.1 – Resultados de resistência do concreto de alto desempenho (28

dias de cura e 28 dias de imersão nas soluções).

Tabela 4.2 – Resultados de resistência do concreto convencional (28 dias de cura e 28 dias de imersão em soluções).

Compressão	Concentração	Resistência (M		MPa)
Axial	Sem imersão	18,7	±	1,2
Axial	0,5%	20,7	±	2,6
Axial	1%	18,8	±	2,6
Axial	3%	16,8	±	2,1
Axial	Esgoto	15,8	±	0,8
Diametral	Sem imersão	2,4	±	0,1
Diametral	0,5%	2,3	±	0,0
Diametral	1%	1,7	±	0,0
Diametral	3%	1,6	±	0,1
Diametral	Esgoto	1,7	±	0,1

As curvas representativas de tensão versus deformação obtidas nos ensaios de compressão axial para as amostras imersas nas soluções de 0,5%, 1% e 3% de  $H_2SO_4$ , além da referência, mostram a variação no módulo de elasticidade, como ilustrado na Figura 4.2.

É possível notar que houve redução do módulo de elasticidade (E) devido à imersão em soluções nos dois tipos de concreto. Essa redução da inclinação foi bastante evidente principalmente na amostra de CAD sujeita à solução de 3%, sendo que essas amostras sofreram elevada perda de material.

Devido ao processo corrosivo, houve perda de material, fazendo com que as amostras ficassem com a superfície irregular, inclusive a superfície na qual é aplicado o carregamento. Não possibilitando dessa forma, uma compressão centrada, ou seja, com a carga distribuída igualmente por toda a superfície, podendo justificar assim essas grandes alterações observadas nos módulos de elasticidade (E).

Nas curvas de tensão *versus* deformação das amostras de CC submetidas aos ensaios de compressão axial, apresentadas no gráfico da Figura 4.2 (b), nota-se que a tensão máxima obtida para as amostras imersas nas soluções químicas de 0,5% e 1% mostram resultados superiores aos valores médios registrados na Tabela 4.2. Como pode ser observado na tabela, os desvios padrões obtidos são elevados. Além disso, essas curvas típicas plotadas foram as que melhor representaram uma curva padrão obtida por meio do ensaio de compressão diametral, sendo que não foi possível utilizar a curva mais próxima à média. A Figura 4.3 mostra as curvas de tensão *versus* deformação obtidas durante os ensaios de compressão axial das amostras imersas em esgoto. Os resultados mostram uma redução da inclinação, ainda que inferior ao observado nos ensaios de imersão química.



Figura 4.2 – Gráficos de tensão versus deformação das amostras curadas por 28 dias e expostas a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por 28 dias para os ensaios de compressão axial dos cilindros de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.



Figura 4.3 – Gráficos de tensão versus deformação das amostras curadas por
28 dias e expostas a soluções de esgoto por 28 dias para os ensaios de compressão axial dos cilindros de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.

Os resultados encontrados nos ensaios de tração por compressão diametral também mostram uma redução da resistência, conforme demonstrado pelos gráficos de tensão *versus* abertura de fissura nas Figura 4.4 e Figura 4.5. Cabe ressaltar que,
na realização desse ensaio para a solução de 3%, foi observado que dois discos de CAD sofreram ruptura no centro e o último sofreu esmagamento, seguido de desplacamento na parte superior, conforme mostra a Figura 4.6. Esse problema provavelmente foi causado pela grande deterioração das amostras, que levou a uma grande redução da espessura dos discos. O ensaio foi encerrado após constatado o processo de esmagamento. Essa amostra não foi considerada no cálculo da média, uma vez que esse resultado se apresentou muito inferior e o modo de ruptura não correspondeu ao esperado nesse tipo de ensaio. Em um ensaio de tração indireta, a ruptura deve ocorrer mediante a abertura de uma única fissura no centro do disco, como demonstrado na Figura 4.7.



Figura 4.4 – Gráficos de tensão versus abertura de fissura das amostras curadas por 28 dias e expostas a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por 28 dias para os ensaios de compressão diametral dos discos de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.



Figura 4.5 – Gráficos de tensão versus abertura de fissura das amostras curadas por 28 dias e expostas a soluções de esgoto por 28 dias para os ensaios de compressão diametral dos discos de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.



Figura 4.6 – Disco de concreto de alto desempenho após 28 dias de imersão em solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> que apresentou desplacamento na execução do ensaio de compressão diametral.





Figura 4.7 – Ensaio de compressão diametral: (a) início do ensaio; (b) fim do ensaio com a ruptura da amostra.

Conforme descrito no capítulo anterior, ao fim de cada quatro semanas foram realizadas a limpeza e registro fotográfico das amostras, até que se completasse o tempo especificado de imersão. Essa limpeza tinha como propósito a retirada do material fracamente aderido. A remoção dessa camada também permite que uma superfície não corroída seja exposta em contato direto com o ácido, dando continuidade ao processo de corrosão. Além disso, permite simular de maneira mais real o que ocorre na realidade, uma vez que o próprio fluxo auxilia na remoção dessas camadas corroídas [13, 24].

A cada 15 dias foi realizada a troca das soluções e limpeza das caixas plásticas. Todas as caixas de imersão das amostras de CAD apresentavam resíduos soltos retidos no fundo das mesmas, sendo que a quantidade era maior no caso da solução de 3%, como mostra a Figura 4.8 (b). No caso das amostras de CC o volume de resíduos era menor, restrito apenas à grãos de areia e apresentando coloração amarelada. A corrosão provocada nas amostras de CAD pela solução de 3% foi tamanha que mesmo após apenas 1 semana de imersão já era possível perceber material solto e a aparência pastosa, como comprovado pela Figura 4.8 (a).

Para exemplificar a perda de material no processo de limpeza, as Figura 4.9, Figura 4.10, Figura 4.11 e Figura 4.12 mostram amostras dos dois tipos de concreto que foram imersas em soluções de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> por 28 dias antes e após o procedimento de limpeza das mesmas.



(a)

Figura 4.8 - Corrosão observada nas amostras de concreto de alto desempenho imersas em solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> após período de: (a) uma semana; (b) três semanas.



Figura 4.9 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho após 28 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.10 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho após 28 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.11 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto convencional após 28 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.12 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional após 28 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.

Nas amostras de CAD houve uma perda considerável de material cimentício, deixando expostos os agregados graúdos. Estes estavam fracamente aderidos às amostras, sendo alguns inclusive perdidos durante o procedimento de limpeza, retratados nas Figura 4.9 eFigura 4.10. Antes da limpeza, a matriz cimentícia corroída (externa) das amostras de CAD se encontrava praticamente solta e possuía uma aparência pastosa não apresentando alteração na coloração. No caso do CC, a perda de material observada durante a limpeza foi limitada à grãos de areia, sendo que a maior perda ocorreu nas regiões de bordas para ambos os tipos de corpo de prova, como mostra a Figura 4.11 eFigura 4.12.

Observou-se que a perda de resistência está relacionada com a perda de massa das amostras ao longo do período de imersão. Dessa forma, e como mostram os gráficos das Figura 4.13 e Figura 4.14, após o período de 28 dias de imersão, é possível notar maior perda de massa para as amostras de CAD quando comparado ao CC, sendo que a perda de massa aumenta com a concentração da solução. As fotos tiradas após o fim dos ensaios de imersão retratam as variações ocorridas nas amostras de acordo com a solução a que estavam expostas. Essas perdas de massa são visíveis, principalmente para as amostras de CAD, como pode ser visto nas Figura 4.15 e Figura 4.17.



Figura 4.13 – Variação de massa dos cilindros (ensaio de compressão axial)
de 28 dias de cura após 28 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.



Figura 4.14 – Variação de massa dos discos (ensaio de compressão diametral) de 28 dias de cura após 28 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.

Uma justificativa para essa diferença entre a perda de massa dos diferentes tipos de concreto para as soluções de 1% e 3% deve-se ao fato do concreto convencional ser constituído por uma grande porcentagem de areia, ou seja, material silicoso. Esse material não é reativo, não sendo atacado pelo ácido. Dessa forma, a corrosão da matriz cimentícia no concreto CC é muito menor do que a

(%)	0,5%		1%		3%			Esgoto				
C.CAD	0,95	±	0,02	-1,21	±	0,51	-25,07	±	1,00	0,06	±	0,01
D.CAD	1,08	±	0,06	-1,03	±	0,44	-20,31	±	0,97	0,01	±	0,02
C.CC	1,01	±	0,03	1,04	±	0,05	0,92	±	0,09	0,22	±	0,09
D.CC	0,74	±	0,05	-0,95	±	0,28	-0,49	±	0,24	0,25	±	0,08

grande volume de cimento existente na mistura.

Tabela 4.3 – Variação de massa total das amostras de cilindros (C.) e discos (D.) com 28 dias de cura e após 28 dias de imersão.

A partir dos valores retratados na Tabela 4.3, é possível notar que, para a solução de 0,5%, os resultados foram bastante similares tanto para diferentes tipos de corpo de prova, quanto para ambos os tipos de concreto. Portanto, para essa solução, pode-se concluir que o tipo de concreto não teve grande influência na corrosão, ocorrendo apenas um pequeno aumento de massa das amostras. Na pesquisa de Raju e Dayaratnam [37], ao se avaliar apenas quatro semanas de imersão em solução de 0,1% de  $H_2SO_4$  foi registrado um ganho de massa de aproximadamente 1,5% em relação às amostras de referência curadas por 28 dias.

Para as amostras de CAD dos dois tipos de corpos de prova analisados, os valores foram bastante semelhantes quando imersos nas mesmas soluções, sendo que uma maior diferença ocorreu para a solução de 3%. Já para o CC, as amostras cilíndricas (compressão axial) ensaiadas nas soluções de 1% e 3% apresentaram um aumento de massa, enquanto que para os discos (compressão diametral), foi registrada uma perda. Porém, tanto o ganho quanto a perda foram muito pequenas, de modo que essas alterações nas amostras não são visíveis, como pode ser observado nas Figura 4.16 e Figura 4.18.

Esse ganho de massa ocorrida em algumas amostras está diretamente ligado à expansão dessas amostras. Foi registrado que os raios de algumas amostras aumentaram em relação à medição de antes da imersão. As amostras cilíndricas de CAD imersas na solução de 0,5% apresentaram aumento entre 0,1 e 0,3 mm no diâmetro das amostras. No caso das amostras de CC esse aumento foi de 0,2 mm e 0,1mm para as amostras imersas nas soluções de 0,5% e 3% respectivamente. Conforme pode ser observado na Figura 4.16, as amostras de CC apresentaram uma coloração mais amarelada após o período de imersão nas soluções de ácido. A formação de uma camada amarelada foi relatada no estudo de Fattuhi *et al.* [29] para as amostras de pasta de cimento, de fator a/c=0,417, imersas em solução de 2% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> após quatro semanas de imersão sem limpeza das amostras. Por outro lado, essa alteração na coloração não foi observada no CAD. Dessa forma, esse comportamento pode estar relacionado ao tipo de concreto, uma vez que no estudo de Fattuhi *et al.* [29] as amostras eram de concreto convencional, não havendo adições como é o caso do concreto CAD.

Para as amostras imersas no esgoto não houve praticamente perda ou ganho de massa, sendo a única mudança perceptível foi que a superfície imersa se apresentou mais áspera e com coloração mais escura em relação a parcela não imersa, como é visível nas Figura 4.15 (b), Figura 4.16 (b), Figura 4.17 (d) e Figura 4.18 d).





Figura 4.15 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho analisadas após 28 dias de cura e 28 dias de imersão: a) referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%.



Figura 4.16 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto convencional analisadas após 28 dias de cura e 28 dias de imersão: a) referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%.





Figura 4.17 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho após 28 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto.





(b)



Figura 4.18 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional após 28 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto.

Visando observar mudanças de pH no interior das amostras, estimando-se assim a profundidade de penetração do ácido, logo após a ruptura das amostras foi borrifada uma solução a base de Fenolftaleína, como retratado nas Figura 4.19 e Figura 4.20. Como descrito anteriormente, essa solução em contato com o concreto com pH mais baixo adquire uma coloração transparente. Enquanto em regiões com o pH original, ou seja, que aparentemente não foram afetadas pelo ácido, a cor rosa original se mantém. Sendo assim, é possível observar a formação de duas regiões nas amostras. Na parte externa uma camada, que apresenta sinais de corrosão. Em sequência, a fração interna que se mantém quase que inalterada apresentando coloração rosa. Desse modo, é plausível considerar que o comportamento de corrosão pelo ácido se dá por meio de frentes de ataque. As camadas externas conforme são corroídas pelo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> tornam-se fracamente aderidas, soltando-se do corpo de prova. Conforme ocorre essa perda de material, o processo corrosivo avança e o ácido passa a atacar as camadas mais internas.



Figura 4.19 – Aplicação de fenolftaleína no disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho 3%.





Figura 4.20 – Aplicação de fenolftaleína no concreto convencional para as soluções de: (a) 0,5%; (b) 3%.

Para as amostras de CAD, conforme a Figura 4.19 retrata, é visível a formação de uma camada externa com elevados sinais de corrosão, sendo facilmente feita a distinção da camada atacada e da possivelmente não corroída.

No caso da amostra de CC imersa em 0,5%, retratada na Figura 4.20 (a), se observa que a camada corroída formada é inferior à formada na amostra do mesmo tipo de concreto, porém na solução de maior concentração como ilustrado na Figura 4.20 (b).

## 4.1.2. Período de imersão de 84 dias

Como demonstra a Figura 4.21, mantendo um mesmo tempo de cura, porém se elevando período de imersão, as amostras de concreto apresentaram uma redução das resistências ainda maior. Contudo, o padrão observado foi o mesmo para o tempo de 28 dias. Novamente as amostras de CAD apresentaram as maiores perdas de resistência, sendo essa redução agravada pelo aumento da concentração de  $H_2SO_4$  na solução. Os resultados dos ensaios de compressão axial e tração indireta estão apontados nas Tabela 4.4 e Tabela 4.5.



Figura 4.21 – Resultados obtidos para corpos de prova de concreto convencional e de alta resistência curados por 28 dias e expostos a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e esgoto por 84 dias nos ensaios de: (a) compressão axial; (b) tração por compressão diametral. Na figura (a) os resultados das amostras de 3% estão sobrepostos.

Compressão	Concentração	Resistê	ncia	(MPa)
Axial	Sem imersão	86,3	±	2,4
Axial	0,5%	49,7	±	3,8
Axial	1%	31,6	±	0,5
Axial	3%	10,5	±	0,3
Axial	Esgoto	110,0	±	13,9
Diametral	Sem imersão	6,3	±	0,2
Diametral	0,5%	5,9	±	0,5
Diametral	1%	3,1	±	0,1
Diametral	3%	1,4	±	0,0
Diametral	Esgoto	5,8	±	0,2

Tabela 4.4 - Resultados de resistência do concreto de alto desempenho (28

dias de cura e 84 dias de imersão nas soluções).

Tabela 4.5 – Resultados de resistência do concreto convencional (28 dias de cura e 84 dias de imersão nas soluções).

Compressão	Concentração	Resistê	ncia (	MPa)
Axial	Sem imersão	18,7	±	1,2
Axial	0,5%	19,4	±	0,7
Axial	1%	14,6	±	1,0
Axial	3%	10,8	±	0,0
Axial	Esgoto	17,0	±	2,5
Diametral	Sem imersão	2,4	±	0,0
Diametral	0,5%	1,9	±	0,1
Diametral	1%	2,5	±	0,2
Diametral	3%	0,9	±	0,1
Diametral	Esgoto	1,7	<u>+</u>	0,1

Em comparação com os resultados anteriores, obtidos após 28 dias de imersão, as amostras de CAD após os ensaios de compressão axial apresentaram um grande declínio nas tensões máximas. A maior perda ocorreu para a amostra imersa na solução de 3%, cuja redução foi de aproximadamente 88% em relação ao

concreto de referência e aproximadamente metade da obtida após apenas 28 dias de imersão.

A perda de resistência a compressão axial de CAD para 3% foi tamanha que praticamente se igualou a resistência obtida para CC para a mesma concentração, como destacado no detalhe da Figura 4.21 (a). Para o ensaio de compressão diametral, a resistência obtida para as amostras de CAD na solução de 0,5% foi bem próxima à obtida anteriormente, enquanto que, para as demais soluções químicas (1% e 3%) a perda de resistência foi superior.

Após os ensaios de compressão axial, as amostras de CC apresentaram comportamento semelhante ao observado anteriormente, ocorrendo apenas uma perda de resistência um pouco maior do que a observada após 28 dias de imersão. Ao analisar os resultados de compressão diametral dos discos de CC, com exceção de 1%, se observa que as demais amostras apresentaram queda em comparação com os resultados obtidos para o tempo de imersão inferior.

Em relação às amostras inseridas no esgoto, o resultado para a compressão axial das amostras de CAD mostrou um ganho de resistência em comparação ao resultado obtido aos 28 dias de imersão. As amostras de CC apresentaram também um ganho de resistência em relação ao tempo anterior, mas ao se considerar o desvio padrão essas resistências podem ser consideradas iguais. Já para as amostras sujeitas ao ensaio de compressão diametral, o valor para CAD foi um pouco menor enquanto que para CC o resultado foi o mesmo obtido no tempo de imersão inferior.

Sendo assim, os resultados mecânicos obtidos para as amostras em esgoto não apresentaram variações expressivas em relação às amostras de referência. Dessa forma, assim como aos 28 dias de imersão, os resultados obtidos para a imersão em esgoto não são considerados significativos. Visto que não são observadas variações nas amostras, uma vez que o tempo decorrido de ensaio não foi suficiente para gerar um processo corrosivo.

Ao se realizar os processos de limpeza notou-se uma maior perda de material quando comparado ao período de imersão de apenas 28 dias, especialmente nas amostras imersas em solução de 3%. Na Figura 4.24 é possível observar que as amostras de CC apresentaram bem menos sinais de perda do que as amostras de CAD, mostradas na Figura 4.22. Nas amostras de CAD a degradação foi bastante elevada, a ponto de alguns agregados graúdos estarem quase que desprendidos da matriz cimentícia.



Figura 4.22 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.23 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.24 – Cilindro (ensaio de compressão axial) de concreto convencional após 84 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.



Figura 4.25 – Disco (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional após 84 dias de imersão em solução de 3 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) antes da limpeza; (b) depois da limpeza.

As maiores concentrações de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nas soluções levaram às maiores perdas de material. Consequentemente, assim como relatado aos 28 dias de imersão, a perda de massa está diretamente relacionada à perda de resistência dos materiais.

Uma vez que as maiores perdas de resistência ocorreram para as amostras sujeitas às maiores perdas de massa em decorrência da corrosão.

Os resultados de perda de massa das amostras utilizadas para os ensaios de compressão axial e diametral são mostrados nas Figura 4.26 e Figura 4.27 e Tabela 4.6.

O padrão da perda de massa foi semelhante ao observado anteriormente, porém com um grande aumento da perda de massa das amostras de CAD expostas à solução de 1% e 3%, como se observa na Figura 4.26 (a) e na Tabela 4.6. Para as amostras de CC nas soluções de 1% e 3%, a perda em comparação com o tempo anterior também sofreu um aumento considerável, mesmo que bastante inferior ao registrado para o CAD.

Apesar da variação não ser muito significativa, para as amostras em 0,5% houve uma redução do ganho de massa, se aproximando a praticamente zero para ambos os tipos de concreto. O mesmo ocorreu para as amostras inseridas em esgoto, sendo também os resultados praticamente iguais aos obtidos no tópico anterior.



Figura 4.26 – Variação de massa dos cilindros (ensaio de compressão axial)
de 28 dias de cura após 84 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.



Figura 4.27 – Variação de massa dos discos (ensaio de compressão diametral) de 28 dias de cura após 84 dias de imersão nas soluções: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.

Tabela 4.6 – Variação de massa total das amostras de cilindros (C.) e discos (D.) com 28 dias de cura e após maior período de imersão.

(%)	0,5%		1%		3%			Esgoto				
C.CAD	0,52	±	0,24	-11,33	±	1,11	-71,44	±	1,00	0,09	±	0,02
D.CAD	0,05	±	0,11	-12,18	±	1,90	-65,46	±	2,44	0,15	±	0,05
C.CC	0,00	±	0,14	-0,76	±	0,01	-3,61	±	0,60	0,32	±	0,01
D.CC	-0,52	±	0,17	-0,6	±	0,13	-5,97	±	1,07	0,14	±	0,04

As imagens das amostras de CAD nas Figura 4.28 e Figura 4.30, assim como as amostras de CC nas Figura 4.29 e Figura 4.31, exibem o estado final das amostras após 84 dias de imersão nas soluções com concentração de  $H_2SO_4$ . Portanto, visualmente é possível comprovar a forma de perda de massa distinta entre os dois tipos de concreto.



Figura 4.28 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho após 28 dias de cura e 84 dias de imersão: a) referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%.



Figura 4.29 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto convencional analisadas da após 28 dias de cura e 84 dias de imersão: a) referência sem imersão; b) esgoto; c) 0,5%; d)1%; e) 3%.



(a)

(b)



Figura 4.30 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) Esgoto.



(b)



Figura 4.31 – Discos (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional após 84 dias de imersão nas soluções: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) Esgoto.

Durante a realização dos ensaios de compressão diametral, dois dos discos de CAD da solução de 3% sofreram esmagamento, não sendo possível analisar esses resultados. Dessa forma apenas se considerou o resultado de um único disco. A grande redução da espessura dos discos de CAD, reportada nas Tabela 4.7, em comparação ao observado para as amostras de CC, reportado na Tabela 4.8, pode ter acarretado ou favorecido esses erros durante a execução dos ensaios de compressão diametral.

Solucão	Cil	indro	0S	Discos				
Solução	Diâmetro	) Fina	ıl (mm)	Espessur	a Fina	al (mm)		
0,5%	50,36	<u>±</u>	0,07	20,76	±	0,13		
1%	48,62	<u>±</u>	0,92	19,18	±	0,47		
3%	28,43	±	0,70	10,37	±	0,81		
Esgoto	50,02	<u>+</u>	0,01	19,94	±	0,12		

Tabela 4.7 – Dimensões finais dos corpos de prova de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão nas soluções.

Tabela 4.8 – Dimensões finais dos corpos de prova de concreto convencional após 84 dias de imersão nas soluções.

Solução	Cil	lindro	os	Discos			
Solução	Diâmetro	o Fina	ul (mm)	Espessur	a Fina	al (mm)	
0,5%	49,90	±	0,10	20,19	±	0,17	
1%	50,04	±	0,06	20,80	±	0,38	
3%	49,43	±	0,04	19,67	±	0,27	
Esgoto	50,01	±	0,01	19,97	±	0,24	

A aplicação da solução a base de fenolftaleína mais uma vez mostrou a formação de uma camada externa, considerada corroída, e uma camada interna aparentemente íntegra, como visto na Figura 4.32. Na Figura 4.32 (b), mesmo sem a aplicação da solução, é possível observar e diferenciar as duas camadas distintas. Nota-se também que, com o maior tempo de imersão, essa camada externa aparentemente possui uma maior espessura do que a observada quando o período de imersão foi de apenas 28 dias (Figura 4.20).



Figura 4.32 – Aplicação de Fenolftaleína: (a) concreto de alto desempenho para a solução de 0,5%; (b) concreto convencional para a solução de 3%.

## 4.2. Análise da influência do tempo de cura no estudo do comportamento mecânico dos concretos durante os ensaios de imersão química

Visando observar variações nas resistências máximas iniciais, bem como após os ensaios de imersão química nas soluções com diferentes quantidades de  $H_2SO_4$ , foram elaborados os gráficos de tensão máxima tendo como variáveis o tempo de cura das amostras. Dessa forma, é possível compreender como a variação do tempo de cura influência na resistência inicial dos dois tipos de concreto de referência (Figura 4.33 e Figura 4.34 e Tabela 4.9 e Tabela 4.10) e após a imersão nas soluções de 0,5% (Figura 4.35 e Tabela 4.11), 1% (Figura 4.36 e Tabela 4.12) e 3% (Figura 4.37 e Tabela 4.13 e Tabela 4.14).



Figura 4.33 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos de prova de referência, sem exposição a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, para: (a) concreto de alta resistência; (b) concreto convencional.



Figura 4.34 – Resultados obtidos nos ensaios de tração indireta para corpos de prova de referência, sem exposição a soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, para: (a) concreto de alta resistência; (b) concreto convencional.

Concreto de Alt	o Desen	penho	Concreto Co	onvencio	nal	
Tempo de Cura	npo de Cura Tensão (MPa)		Tempo de Cura	Tensão	o (M	Pa)
28	86,3	± 2,0	28	18,7	±	0,9
63	95,6	± 3,1	63	22,5	±	1,1
91	83,4	± 5,9	91	23,8	±	1,2

Tabela 4.9 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão axial das amostras de referência.

Tabela 4.10 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de tração indireta das amostras de referência.

Concreto de Alt	o Desen	npen	ho	Concreto Co	onvencio	onal	
Tempo de Cura	Tensã	0 (M	Pa)	Tempo de Cura	Tensã	0 (M	Pa)
28	6,3	±	0,1	28	2,4	±	0,0
63	7,6	±	0,7	63	2,5	±	0,1
91	6,5	±	0,3	91	2,7	±	0,1

A partir dos resultados de tensão obtidos para as amostras de referência dos dois tipos distintos de concreto, tanto sujeitas à compressão axial como diametral, é possível constatar um ganho de resistência à medida em que se aumenta o tempo de cura. Esse aumento é notável principalmente no caso do concreto convencional.

Por outro lado, o concreto de alto desempenho apresentou um ganho considerável de resistência ao se elevar o tempo de cura de 28 para 63 dias. Porém, nas amostras ensaiadas após 91 dias de cura esse aumento não se repetiu como era esperado, sendo o resultado bem próximo ao obtidos aos 28 dias. Essa discrepância pode ter sido causada por erros experimentais no decorrer dos ensaios mecânicos.

Estudos anteriores [42-45] analisaram matrizes cimentícias com adições, que apresentavam resistências superiores a 60 MPa. Sendo assim, as matrizes analisadas nesses estudos são consideradas de alto desempenho, conforme Metha e Monteiro [46].

Para esses concretos de alto desempenho, e conforme as citadas pesquisas concluem, é observado um comportamento de ganho de resistência a compressão axial que à medida em que se aumenta o tempo de cura. Algumas pesquisas analisaram a cura por períodos de até 180 dias [43], porém, mesmo observando o intervalo compreendido entre 28 e 91 dias, é visível um ganho de resistência.

O estudo de Wongkeo *et al.* [42] analisa concretos auto-adensáveis com adições de cinza volante e sílica ativa em diferentes volumes. Dessa forma, o concreto utilizado na pesquisa pode ser considerado semelhante ao CAD empregado no presente estudo. Assim como observado nos demais estudos presentes na literatura, que abordaram concretos de alto desempenho, fica evidente uma elevação da resistência das amostras curadas com intervalos entre 3 e 90 dias.

As amostras com adições apresentaram um maior ganho de resistência final ao se comparar com as amostras de referência depois dos maiores períodos de cura. Esse ganho de resistência tardia ocorre devido ao uso de materiais pozolânicos. Esses materiais têm um processo de reação mais lento, apresentando uma resistência inicial mais baixa, principalmente nas idades iniciais [46]. Contudo, esse ganho de resistência ao se elevar o tempo de cura não parece exercer influência nos resultados das amostras de CAD após os ensaios de imersão nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



Figura 4.35 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos de prova expostos a soluções de 0,5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para: (a) concreto de alta resistência; (b) concreto convencional.

Con	creto de Al	to Desei	mper	nho	Concreto Convencional					
Período (dias)		Compressão Axial			Perío	odo (dias)	Compressão Axial			
Cura	Imersão	Tensão (MPa)			Cura	Imersão	Tensã	o (M	Pa)	
28	28	58,2 ± 2,0		2,0	28	28	20,8	±	2,2	
28	84	49,7	±	3,1	28	84	19,4	<u>±</u>	0,5	
63	28	42,2	±	6,1	63	28	21,0	±	0,9	
63	84	45,5	±	6,5	63	84	22,8	<u>±</u>	1,4	
91	28	59,0	±	15,3	91	28	14,5	±	0,9	
91	84	38,4	±	3,2	91	84	12,5	±	1,6	

Tabela 4.11 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão axial após períodos de cura e de imersão em solução de 0,5% das amostras.



Figura 4.36 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos de prova expostos a soluções de 1% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para: (a) concreto de alta resistência;
(b) concreto convencional.

Con	creto de Alt	to Desem	penl	ho	Concreto Convencional					
Período (dias)		Compressão Axial			Perío	odo (dias)	Compressão Axial			
Cura	Imersão	Tensão (MPa)		Cura	Imersão	Tensão	Tensão (MP			
28	28	59,1	±	1,0	28	28	18,8	<u>+</u>	2,1	
28	84	34,5	±	4,2	28	84	14,6	±	0,8	
63	28	51,1	±	5,2	63	28	22,3	±	0,6	
63	84	27,5	±	0,9	63	84	14,5	±	1,3	
91	28	60,5	±	4,1	91	28	22,7	±	0,1	
91	84	31,6	±	2,2	91	84	18,3	<u>+</u>	2,3	

Tabela 4.12 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão axial após períodos de cura e de imersão em solução de 1% das amostras.



Figura 4.37 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos de prova expostos a soluções de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para: (a) concreto de alta resistência;

 (b) concreto convencional. Resultados obtidos nos ensaios de compressão diametral para corpos de prova expostos a soluções de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> para: (c) concreto de alta resistência; (d) concreto convencional.

Con	Concreto de Alto Desempenho					Concreto C	onvencio	nal	
Período (dias)		Comp A	press xial	ão	Perío	odo (dias)	Compressão Axial		
Cura	Imersão	Tensão (MPa)			Cura	Imersão	Tensã	o (M	Pa)
28	28	20,1	±	2,7	28	28	16,8	±	1,7
28	84	11,4	±	1,1	28	84	10,8	±	0,0
63	28	25,5	±	1,3	63	28	15,7	±	1,0
63	84	15,4	±	0,9	63	84	14,7	±	1,2
91	28	19,8	±	2,2	91	28	18,8	±	2,1
91	84	11,2	±	0,1	91	84	15,6	±	1,1

Tabela 4.13 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão axial após períodos de cura e de imersão em solução de 3% das amostras.

Tabela 4.14 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão diametral após períodos de cura e de imersão em solução de 3% das amostras.

Con	creto de Al	to Desen	npenl	ho	(	Concreto C	onvencio	nal	
Período (dias)		Comp A	oress xial	ão	Perío	odo (dias)	Compressão Axial		
Cura	Imersão	Tensão (MPa)			Cura	Imersão	Tensão	) (M	Pa)
28	28	$3,5 \pm 0,4$		28	28	1,8	±	0,2	
28	56	1,4	±	0,0	28	84	0,9	±	0,1
63	28	3,4	±	0,2	63	28	1,4	<u>+</u>	0,1
63	56	0,9	±	0,0	63	84	0,9	±	0,1
91	28	3,6	±	0,1	91	28	1,7	±	0,0
91	56	1,7	±	0,1	91	84	1,0	±	0,1

Para a maioria das amostras, não foram observadas grandes alterações nas resistências finais após os ensaios de imersão em decorrência de um maior período de cura prévio aos ensaios, quando analisados pelo mesmo período de imersão. Isso pode ser observado nas Tabela 4.11, Tabela 4.12, Tabela 4.13 e Tabela 4.14, uma vez que os valores de tensão máxima juntamente com os desvios padrão foram

próximos. Isso é evidente principalmente para as amostras com o tempo de imersão igual a 28 dias.

Os ensaios com imersão em 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> foram os mais degradantes ao concreto e, como observado, os tempos de cura não tiveram influência significativa na resistência obtida após os ensaios de imersão. Considerando-se que essa era a maior concentração, consequentemente a que provocaria maiores alterações aos concretos, optou-se por analisar também se esse padrão se mantém para outro tipo de ensaio mecânico, o de compressão diametral. Ao se observar os resultados mostrados na Figura 4.37 (c) e (d), como também a Tabela 4.14, concluiu-se que não são observadas mudanças significativas de resistência ao se prolongar o tempo de cura para ambos os tipos de corpos de prova. Da mesma forma, essa conclusão pode ser aplicada aos dois tipos de concreto, o convencional e o considerado de alto desempenho.

Assim como observado nas amostras de referência, o ganho de resistência com o aumento do tempo de cura é mais evidente no CC. Nas amostras desse tipo de concreto, ao se aumentar o tempo de cura prévio, é observado um aumento das tensões obtidas após os ensaios de imersão.

Contudo, alguns pontos merecem ser ressaltados. Na Figura 4.35, ao se observar os resultados de CC na solução 0,5%, é possível notar uma redução na resistência dos concretos com tempo de cura igual a 91 dias. Uma vez que nos gráficos de 1% e 3% essa queda não ocorreu, pode-se assumir que foi um problema isolado dessas amostras especificamente, e se assume que o comportamento previsto para 0,5% seria o mesmo.

Outro ponto a ser destacado é o grande processo de degradação ocorrido nas amostras de CAD imersas nas soluções de 3%. Esse grande processo corrosivo gerou uma grande perda de massa tornando consequentemente a superfície dessas amostras bastante irregular. Para os cilindros imersos por 84 dias, foi necessária a regularização da superfície de contato com massa plástica Ibere® para que pudessem ser realizados os ensaios de compressão axial. A Figura 4.38 mostra amostras sem e com as regularizações da superfície. A grande perda de dimensões também impossibilitou a utilização da instrumentação externa com os LVDTs, uma vez que altura dos corpos de prova eram insuficientes.



Figura 4.38 – Amostras de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão em solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: (a) sem regularização; (b) com regularização das superfícies.

No caso dos discos (compressão diametral), como relatado no tópico 3.3.1, optou-se pelo ensaio após 56 dias de imersão devido à grande corrosão que os mesmos já aparentavam após esse período. Amostras que foram deixadas no tempo anteriormente proposto de 84 dias, já se encontravam totalmente dissolvidas antes desse tempo previsto. Mesmo com a redução do tempo de imersão, a degradação foi bastante acentuada, sendo que alguns discos sofreram esmagamento e não ruptura direta. Dessa forma, para as amostras de tempo de cura igual a 28 dias e 63 dias somente o resultado de um disco de cada tempo de cura pôde ser analisado.

Ao se analisar os resultados de variação de massa das amostras nas soluções de 0,5% (Tabela 4.15), 1% (Tabela 4.16) e 3% (Tabela 4.17), é possível concluir que ao se elevar o tempo de imersão de 28 para 84 dias, ambos os concretos apresentaram maior perda de massa. Como também, ao se elevar a concentração de  $H_2SO_4$  na solução, essas variações são mais significativas.

As perdas de massa registradas para as amostras de CAD foram superiores às registradas para CC, principalmente ao se elevar a concentração das soluções. Isso pode ser justificado pela composição desse tipo de concreto. Devido ao maior consumo de cimento, com fator a/c baixo, além das adições empregadas na mistura,
o concreto CAD possui um grande volume de produtos de hidratação. Esses produtos de hidratação são diretamente atacados pelo H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Portanto, uma vez que há um maior volume desses componentes, haverá um maior consumo, gerando consequentemente uma maior perda de massa e deterioração das amostras.

Tempo	Corpo	Tempo de Cura										
de imersão	de Prova	2	8 dia	as	63	3 dia	lS	91	l dia	.S		
28 dias	C.CAD	0,95	±	0,02	0,72	±	0,07	0,02	±	0,02		
20 0100	C.CC	1,01	±	0,03	0,80	±	0,08	0,85	±	0,06		
84 dias	C.CAD	0,52	±	0,24	-0,10	±	0,10	-2,05	±	0,32		
	C.CC	0,00	±	0,14	-0,20	±	0,07	-1,81	±	0,14		

Tabela 4.15 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de imersão na solução de 0,5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Tabela 4.16 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de imersão na solução de 1% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Tempo	Corpo	Tempo de Cura										
de imersão	de Prova	28 dias			63 dias			91 dias				
28 dias	C.CAD	-1,21	±	0,51	-1,08	±	0,34	-1,34	±	0,29		
20 4145	C.CC	1,04	±	0,05	0,58	±	0,10	0,23	± ± ±	0,04		
84 dias	C.CAD	-11,33	±	1,11	-8,14	±	0,60	-11,45	±	0,29		
	C.CC	-0,76	±	0,01	-2,73	±	0,01	-2,41	±	0,13		

Tempo	Corpo	Tempo de Cura									
de imersão	de Prova	28 dias			63	dia	S	91 dias			
	C.CAD	-25,07	±	1,00	-21,06	±	0,73	-25,57	±	0,52	
28 dias	C.CC	0,92	±	0,09	0,30	±	0,24	0,23	±	0,14	
	D.CAD	-20,31	±	0,97	-34,61	±	5,25	-18,87	±	0,78	
	D.CC	-0,49	±	0,24	-2,30	±	0,90	2,26	±	0,51	
	C.CAD	-71,44	±	1,00	-59,30	±	1,21	-70,78	±	0,81	
84 dias	C.CC	-3,61	±	0,60	-2,53	±	0,61	-4,34	±	0,33	
	D.CC	-5,97	±	1,07	-7,49	±	2,08	-7,40	±	2,06	
56 dias	D.CAD	-65,46	±	2,44	-62,51	±	0,61	-64,78	±	6,93	

Tabela 4.17 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de imersão na solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Os dados de perda de massa das amostras em solução de 0,5% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, descritos na Tabela 4.15, ambos os tipos de concreto apresentaram comportamento e valores de variação de massa final semelhantes, sendo essas as variações muito baixas. Após o menor tempo de imersão ocorreu expansão das amostras de ambos os concretos. Já ao se elevar o tempo de imersão de 28 dias para 84 dias passou a ser registrado uma pequena perda de massa para as amostras.

Além disso, é possível observar um aumento da variação da massa das amostras a medida em que se elevou o tempo de cura prévio. Portanto pode ser assumido que o aumento da perda de massa está diretamente relacionado ao aumento do tempo de cura. Uma vez que, ao se elevar o tempo de cura há um aumento da formação de produtos de hidratação, sendo esses componentes atacados pela ação do  $H_2SO_4$ .

Contudo, como pode ser visto nas Tabela 4.16 e Tabela 4.17, para as soluções de 1% e 3% não é possível observar uma influência direta do tempo de cura nos resultados das amostras. Para essas soluções, foi possível concluir mais uma vez que, conforme se aumenta o tempo de exposição à solução, maior a perda de massa.

A Figura 4.39 apresenta os corpos de prova cilíndricos de CAD curados por 91 dias e expostos por 84 dias nas soluções de  $H_2SO_4$ . Dessa forma, é possível notar mais uma vez que ao se elevar a concentração de  $H_2SO_4$  nas soluções, fica claro que há uma maior perda de material devido à corrosão. A Figura 4.40 ilustra e permite comparar as diferenças de perda de massa e dimensões observadas para amostras de mesmo tempo de cura e imersão, ensaiadas no mesmo intervalo de tempo, porém em soluções de concentrações diferentes. Visualmente não são observadas grandes alterações nas amostras devido a um maior ou menor período de cura. Sendo assim, o tempo de cura não gera grandes diferenças na perda de massa das amostras para uma mesma concentração de solução, como é possível observar a partir da Figura 4.41.



Figura 4.39 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho curadas por 91 dias e imersas por 84 dias nas soluções de concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%.



Figura 4.40 – Comparação entre amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho após dois meses de imersão na solução com concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> igual à 1% (esquerda) e 3% (direita).



Figura 4.41 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho imersas por 84 dias em solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com tempo de cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias.

Para as amostras de CC a partir do aumento da concentração, como a Figura 4.42 retrata, se nota uma perda de massa pequena, localizada principalmente na borda superior da amostra. Em todas as soluções é possível ver os grãos de areia e a superfície apresenta um aspecto áspero. Na solução de 0,5%, conforme já descrito no tópico anterior, a amostra apresenta uma coloração mais amarelada. Porém, diferente do observado para o concreto CAD, não ocorrem grandes mudanças visuais em decorrência do aumento da concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nas soluções. Da mesma forma, não são observadas grandes variações em decorrência de um maior ou menor tempo de cura, como mostra a Figura 4.43.



Figura 4.42 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de convencional curadas por 91 dias e imersas por 84 dias nas soluções de concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> iguais a: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%.



Figura 4.43 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto convencional imersas por 84 dias em solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com tempo de cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias.

Ao se analisar as medidas finais das amostras de CAD ao fim do período de imersão em cada solução distinta, como mostra a Tabela 4.18, é possível notar um padrão que se reflete no comportamento do concreto já discutido na revisão bibliográfica. Uma etapa inicial do processo de corrosão seria a expansão do concreto, em decorrência da dissolução dos materiais cimentícios e formação de gesso, seguido por uma perda de material que está relacionada ao tempo decorrido do processo corrosivo e/ou elevação da concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> no meio.

Tabela 4.18 – Dimensões finais dos corpos de prova cilíndricos (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho após 84 dias de imersão nas soluções de acordo com o tempo de cura.

Solução		Diâmetro Final (mm)											
Bolução	28	8 dias	5	6.	3 dia	S	9	1 dias	3				
0,5%	50,36	±	0,07	50,22	±	0,07	49,80	±	0,22				
1%	48,62	±	0,92	48,96	±	0,21	48,24	<u>+</u>	0,57				
3%	27,88	±	0,70	33,86	±	0,75	29,32	±	0,45				

Essa variação de comportamento se assemelha ao observado nos ensaios de imersão química das amostras de CAD ao se elevar a concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nas soluções. Sendo assim, a elevação da concentração da solução permite acelerar o processo corrosivo. Dessa forma, as diferentes concentrações representam as diferentes etapas e períodos decorrentes do processo corrosivo, ou seja, cada concentração poderia ser associada a um tempo e nível de corrosão.

Na etapa inicial do processo corrosivo, ocorre majoritariamente a expansão do concreto. Esse comportamento expansivo é compatível ao observado nas amostras imersas na solução de concentração mais baixa, a de 0,5%, principalmente no menor tempo de imersão. Após essa expansão e conforme se eleva a concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, o processo expansivo e consequentemente de perda de material é acelerado, passando a ocorrer uma maior perda de material.

Já a solução de 1% representaria uma estrutura com um nível de corrosão mais avançado, já registrando perdas de espessura e de material cimentício. Por fim, a solução de 3% estaria relacionada a uma estrutura já com um processo de corrosão bastante avançado, com grandes deteriorações, já considerada no fim do tempo de serviço.

Por outro lado, essas observações não podem ser consideradas para as amostras de CC, uma vez que as perdas de dimensão foram mínimas, conforme demonstra a Tabela 4.19. Da mesma forma, a perda de massa e de resistência também foram baixas, não se observando, portanto, grandes perdas devido ao processo corrosivo. Considera-se o fato de não haver grande concentração de matérias cimentícios uma causa provável, visto que há um grande volume de areia na mistura, ou seja, material silicoso, que não é corroído pelo ácido. Dessa forma, apesar de ser considerado um material menos resistente e de menor uso estrutural, foi o que apresentou o melhor comportamento frente ao ataque de solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, melhor conservando a resistência e dimensões iniciais.

Solução		Diâmetro Final (mm)											
Sonação	28	8 dias	5	6.	3 dias	5	9	1 dias	5				
0,5%	49,90	±	0,10	49,70	±	0,02	49,81	±	0,11				
1%	50,04	±	0,06	49,43	±	0,05	49,50	±	0,18				
3%	49,43	±	0,04	49,87	±	0,15	49,06	±	0,16				

Tabela 4.19 – Dimensões finais dos corpos de prova cilíndricos (ensaio de compressão axial) de concreto convencional após 84 dias de imersão nas soluções.

A aplicação da solução à base de fenolftaleína permite concluir, mais uma vez, para todas as concentrações de  $H_2SO_4$ , que ocorre a separação das amostras em duas camadas, uma externa aparentemente corroída, e uma camada interna íntegra.

Nas amostras de CAD, é possível observar que a camada externa corroída aparentemente é da mesma espessura, independente da concentração da solução, como mostra a Figura 4.44. Entretanto, é possível notar visualmente que a camada interna apresenta uma redução. Portanto, é provável que, à medida em que ocorreu a corrosão, a camada externa se desprendeu, reduzindo a camada de proteção contra o ácido, mantendo o ciclo de corrosão. Deste modo, conforme se soltava o material degradado, a corrosão passava a avançar para uma nova camada, indo cada vez mais em direção à parte interna do disco, gerando assim essa grande redução de espessura.

Como é possível observar na Figura 4.44.(c), a superfície da amostra de CAD após a imersão na solução de 3% apresenta diversas irregularidades. Sendo também possível a diferenciação da camada corroída da aparentemente íntegra mesmo sem a aplicação da solução de fenolftaleína.

Ao se avaliar amostras com tempo de imersão diferentes, porém na mesma concentração de  $H_2SO_4$  na solução, é notório que ao se elevar o tempo de imersão há uma maior corrosão e consequentemente redução da camada de concreto não corroído, conforme ilustrado na Figura 4.45.



Figura 4.44 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho imersas por 84 dias nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de concentração iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) sem aplicação de fenolftaleína e imersa por 56 dias na solução de 3%.



Figura 4.45 – Amostras de disco (ensaio de compressão diametral) de concreto de alto desempenho após imersão na solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pelo período de: (a) 28 dias; (b) 56 dias.

Por outro lado, para as amostras CC, retratadas na Figura 4.46, se observa que há um aumento da espessura da camada externa de material corroído ao se elevar a concentração da solução. Dessa forma, aparentemente apesar da ação do processo corrosivo, grande parte da camada externa corroída não se desprende da amostra. Funcionando até mesmo como um escudo à penetração do ácido. Assim sendo, pode-se concluir que o CC não sofre uma degradação tão forte como a observada para o CAD. Não gerando assim, grande perda de material e alterações nas dimensões das amostras.



Figura 4.46 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de concreto convencional imersas por 84 dias nas soluções de  $H_2SO_4$  de concentração iguais à: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%.

Assim como observado no CAD, ao se aumentar o tempo de imersão se aumenta a espessura da camada atacada pelo ácido, como pode ser observado na Figura 4.47.



Figura 4.47 – Aplicação de fenolftaleína nas amostras de disco (ensaio de compressão diametral) de concreto convencional após imersão na solução de 3% de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pelo período de: (a) 28 dias; (b) 84 dias.

## 4.3. Análise da influência do tempo de cura no estudo do comportamento mecânico dos concretos durante os ensaios de imersão em esgoto



Figura 4.48 – Resultados obtidos nos ensaios de compressão axial para corpos de prova expostos ao esgoto para: (a) concreto de alta resistência; (b) concreto convencional.

119

Os ensaios de imersão parcial no esgoto não geraram corrosão das amostras uma vez que o tempo de ensaio foi insuficiente para ocasionar os processos de deterioração das amostras. Com exceção das amostras de CAD de 63 dias de cura, as amostras apresentaram uma maior resistência ao se elevar o tempo do ensaio, como pode ser observado na Figura 4.48 e na Tabela 4.20. Para as amostras de CC também foi registrado um aumento nas resistências ao se aumentar o tempo de cura prévio aos ensaios.

Con	creto de Al	to Deser	npei	nho	Concreto Convencional						
Perío	Período (dias)		Resistência			odo (dias)	Resis	ia			
Cura	Imersão	(N	(MPa)		Cura	Imersão	(M	Pa)			
28	28	71,4	±	1,3	28	28	15,8	±	0,6		
28	84	110,0	±	11,3	28	84	17,0	±	2,0		
63	28	95,3	±	0,7	63	28	17,9	±	0,8		
63	84	64,7	±	4,8	63	84	18,2	±	0,5		
91	28	69,2	±	5,4	91	28	21,7	±	0,7		
91	84	99,4	±	2,4	91	84	27,2	±	0,7		

Tabela 4.20 – Resultados de resistência dos ensaios mecânicos de compressão axial após períodos de cura e de imersão em esgoto das amostras

O comportamento da amostra de compressão axial de CAD aos 63 dias de cura pode ser considerado erro experimental no decorrer da moldagem ou ensaios mecânicos, uma vez que para 28 e 91 dias de cura o comportamento e resultados foram bastante similares. Cabe ressaltar, também, o maior ganho de resistência das amostras de CAD em comparação com às de CC ao se elevar o tempo de imersão. Apenas o conjunto de amostras de 91 dias de CC apresentou um ganho mais expressivo de resistência.

As variações de massa nas amostras podem ser consideradas inexistentes, como mostra a Tabela 4.21.

Tempo	Corpo	Tempo de Cura										
de imersão	de Prova	28 dias			63 dias			91 dias				
28 dias	C.CAD	0,06	±	0,01	0,00	±	0,01	0,09	±	0,01		
<b>_0 uu</b>	C.CC	0,22	±	0,09	0,07	±	0,05	-0,09	±	0,02		
84 dias	C.CAD	0,09	±	0,02	0,01	±	0,03	0,07	±	0,04		
<b>UT UTU</b> S	C.CC	0,31	±	0,01	0,16	±	0,03	0,00	±	0,03		

Tabela 4.21 – Variação de massa total (%) das amostras após o período de imersão na solução de esgoto.

A única mudança visual ocorrida foi a alteração da cor das amostras do centro para baixo, exatamente onde as amostras estavam em contato com o esgoto. A Figura 4.49 mostra as amostras de diferentes tempos de cura após período de 84 dias de imersão no esgoto. Também são visíveis alterações e coloração nas amostras de CC de mesmo tempo de cura e imersão ilustradas na Figura 4.50.

Em ambos os tipos de concreto essa superfície em contato com o esgoto apresentava uma superfície mais áspera, porém sem qualquer resquício de material solto.



Figura 4.49 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto de alto desempenho imersas por 84 dias em esgoto com tempo de cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias.



Figura 4.50 – Amostras cilíndricas (ensaio de compressão axial) de concreto convencional imersas por 84 dias em esgoto com tempo de cura igual à: (a) 28 dias; (b) 63 dias; (c) 91 dias.

Ao se aplicar a solução de fenolftaleína, não é possível notar a formação de camadas com o pH mais baixo tanto para amostras de CAD quanto para CC, como é possível ver na Figura 4.51. Toda a superfície de ambos os concretos apresentou coloração rosa escuro, comprovando assim que não houve alteração do pH altamente alcalino do concreto. O que leva a crer que não houve corrosão dos concretos por ação de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Dessa forma, não houve formação de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> suficiente, fazendo que o esgoto apresentasse possivelmente uma concentração muito baixa de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, de forma que não foram registradas reduções do pH das soluções de esgoto ao longo dos meses de ensaio.



Figura 4.51– Aplicação de fenolftaleína após imersão no esgoto nas amostras de: (a) concreto de alto desempenho; (b) concreto convencional.

### 5. Conclusões e trabalhos futuros

#### 5.1. Conclusões

Amostras a partir de dois tipos distintos de concreto, um convencional (CC) e um projetado para ser de alto desempenho (CAD), foram analisadas sob os parâmetros de tempo de cura, tipo de solução e tempo de imersão.

Para as amostras imersas nas soluções de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, à medida que se aumentou o tempo de imersão ocorreu uma maior variação do peso das amostras. Foi registrada também a redução das resistências dos dois tipos de concreto imersos nas soluções de 1% e 3% ao se elevar o tempo de imersão. A concentração da solução também teve grande influência nos resultados, principalmente para o CAD.

Após os ensaios de imersão em soluções de diferentes concentrações de  $H_2SO_4$ , foi possível perceber que as diferentes composições de concreto apresentaram comportamentos mecânicos bem distintos entre si. O concreto CC não apresentou grande perda de massa, sendo a maior perda registrada igual a aproximadamente a 7%. Isso se refletiu no comportamento mecânico das amostras, uma vez que não foram registradas grandes perdas de resistência associadas à imersão nas soluções de 0,5% e 1%. Para a solução de 3% foi observada uma maior perda, de até 42% após 84 dias de imersão, ao se comparar com os resultados obtidos para a amostra de referência sem imersão, porém com o mesmo tempo de cura.

Porém, esses resultados são melhores do que os observados para o concreto CAD. As amostras de CAD sofreram grande perda de massa, havendo uma redução de até 71% da massa das amostras quando imersas na solução de 3%. A perda de resistência ocorreu de maneira mais acentuada em comparação com as amostras de CC. Novamente a menor resistência foi registrada após o maior período de imersão na solução de 3%. Essa perda de resistência foi de 87% em comparação com as amostras de amostras de referência com o mesmo tempo de cura.

Dessa forma, a partir dos resultados coletados ao longo do estudo, é possível concluir que o concreto CC apresenta melhor comportamento em relação aos ensaios de corrosão química, quando comparado ao concreto CAD. Uma vez que os corpos de prova de CC apresentaram menor redução de resistência e perda de massa e dimensões finais das amostras. No conceito geral, é esperado que concretos considerados de alto desempenho apresentem uma maior durabilidade frente à processos corrosivos, devido aos aditivos empregados e à menor porosidade da matriz. Contudo para o concreto CAD utilizado no estudo, em decorrência do grande volume de cimento e consequentemente da maior formação de produtos de hidratação, essa matriz apresentou grande perda de material. Essa perda de massa, enfraquecimento da matriz cimentícia e consequentemente perda de resistência mecânica, são observadas principalmente ao se considerar as soluções com maior concentração de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> na mistura.

Em relação às amostras inseridas em esgoto, não foram registradas variações de massa expressivas e nem de redução de resistência para ambos os tipos de concreto. Inclusive, algumas amostras registraram um ganho de resistência, acredita-se que em decorrência do maior tempo antes de serem realizados os ensaios de compressão. Dessa forma, pode-se assumir que o tempo de exposição foi reduzido e insuficiente para que houvesse alguma alteração. Esse fato pode ser justificado por estudos in loco ou em estruturas em uso, onde decorrem-se anos ou mesmo décadas para que os sinais de corrosão sejam grandes ou mesmo evidentes.

#### 5.2. Sugestões de trabalhos futuros

Ao fim de todas as etapas e resultados desenvolvidos nesta pesquisa, concluise que é um tópico complexo, que ainda deve ser mais explorado. Dessa forma, são sugeridos a realização de outras análises como, por exemplo:

- Ensaios de Difração de raio-X, termogravimetria e MEV, de forma a analisar variações na microestrutura dos materiais cimentícios após o processo corrosivo;

 Realização de ensaios in loco. Podendo ser por meio de imersão de amostras por longos períodos em esgoto ou pela análise de amostras retiradas de estruturas em que esse processo corrosivo já esteja ocorrendo; Caracterização do esgoto a ser coletado e utilizado nos ensaios de imersão,
 de forma a quantificar e verificar a presença de bactérias responsáveis pelo
 desenvolvimento desse processo corrosivo;

 Cultivo em laboratório das bactérias produtoras de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de modo a avaliar tanto o processo de geração e multiplicação e as etapas de produção de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como ação da corrosão biogênica;

- Busca de recursos para a mitigação, ou mesmo elaboração de materiais que sirvam de proteção contra esse processo corrosivo.

# 6. Referências bibliográficas

- [1] A. M. Neville, Properties of Concrete, Harlow: Pearson Education Limited, 2011.
- [2] J. E. De Aguiar e M. B. Baptista, "Erosões nas estruturas de concreto das galerias de aguas pluviais urbanas," *Revista Ibracon de Estruturas e Materiais*, vol. 4, nº 1, pp. 70-90, 2011.
- [3] T. V. Zherebyateva, E. V. Lebedeva e G. I. Karavako, "Microbiological corrosion of concrete structures of hydraulic facilities," *Geomicrobiology Journal*, vol. 9, pp. 119-127, 1991.
- [4] A. Yousefi, A. Allahverdi e P. Hejazi, "Accelerated biodegradation of cured cement paste by Thiobacillus species under simulation condition," *International Biodeterioration & Biodegradation*, vol. 86, pp. 317-326, 2014.
- [5] G. Thomson, "Corrosion and Rehabilitation of Concrete Access Chambers," em 63rd Annual Water Industry Engineers and Operators' Conference, Warrnambool, 6 and 7 September, 2000.
- [6] C. D. Parker, "The Corrosion of Concrete. I. The Isolation of a Species of Bacterium Associated with the Corrosion of Concrete Exposed to Atmospheres Containing Hydrogen Sulphide," *Australian Journal of Experimental Biology and Medical Science*, vol. 23, pp. 81-90, 1945.
- J. Vollertsen, A. H. Nielsen, H. S. Jensen, T. Wium-Andersen e
  T. Hvitved-Jacobsen, "Corrosion of concrete sewers—The kinetics of hydrogen sulfide oxidation," *Science of the Total Environment*, vol. 394, pp. 162-170, 2008.

- [8] A. P. Joseph, J. Keller, H. Bustamante e P. L. Bond, "Surface neutralization and H2S oxidation at early stages of sewer corrosion: Influence of temperature, relative humidity and H2S concentration," *Water Research*, vol. 46, pp. 4235-4245, 2012.
- [9] L. Zhang, P. D. Schryver, B. D. Gusseme, W. D. Muynck, N. Boon e W. Verstraete, "Chemical and biological technologies for hydrogen sulfide emission control in sewer systems: A review," *Water Research*, vol. 42, pp. 1-12, 2008.
- [10] K. Milde, W. Sand, W. Wolff e E. Bock, "Thiobacilli of the Corroded Concrete Walls of the Hamburg Sewer System," *Journal of General Microbiology*, vol. 129, pp. 1327-1333, 1983.
- [11] M. O'Connell, C. McNally e M. G. Richardson, "Biochemical attack on concrete in wastewater applications: A state of the art review," *Cement & Concrete Composites*, vol. 32, pp. 479-485, 2010.
- [12] J. Monteny, E. Vincke, A. Beeldens, N. D. Belie, L. Taerwe, D. V. Gemert e W. Verstraete, "Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete," *Cement and Concrete Research*, vol. 30, pp. 623-634, 2000.
- [13] K. Scrivener e N. D. Belie, "Bacteriogenic Sulfuric Acid Attack of Cementitious Materials in Sewage Systems," em *Performance of Cement-Based Materials in Aggressive Aqueous Environments*, Springer, 2013, pp. 305-318.
- [14] H. Yuan, P. Dangla, P. Chatellier e T. Chaussadent, "Degradation modelling of concrete submitted to sulfuric acid attack," *Cement and Concrete Research*, vol. 53, pp. 267-277, 2013.
- [15] H. Yuan, P. Dangla, P. Chatellier e T. Chaussadent, "Degradation modeling of concrete submitted to biogenic acid attack," *Cement and Concrete Research*, vol. 70, pp. 29-38, 2015.
- [16] C. Grengg, F. Mittermayr, A. Baldermann, M. E. Böttcher, A. Leis, G. Koraimann, P. Grunert e M. Dietzel, "Microbiologically induced concrete corrosion: A case study from a combined sewer network," *Cement and Concrete Research*, vol. 77, pp. 16-25, 2015.

- [17] J. Monteny, N. D. Belie, E. Vincke, W. Verstraete e L. Taerwe,
  "Chemical and microbiological tests to simulate sulfuric acid corrosion of polymer-modified concrete," *Cement and Concrete Research*, vol. 31, pp. 1359-1365, 2001.
- [18] M. A. Shirakawa, Estudo da bodeterioração do concreto por Thiobacillus, São Paulo, 1994.
- [19] T. d. S. Góis, Estudo da Corrosão do Concreto Microbiologicamente Induzida(CCMI) em Estruturas de Saneamento, Espirito Santo, 2016.
- [20] R. D. Andrade, "Corrosão de condutos de concreto para esgotos: causas e remédios," *DAE*, pp. 79-87.
- [21] C. d. A. Portuária, "Implementação do complexo: expansão do porto de Vila do Conde e transferência gradual das operações do porto de Belém," Belém, 2001.
- [22] N. De Belie, J. Monteny e L. Taerwe, "Apparatus for accelerated degradation testing of concrete specimens," *aterials and Structures*, vol. 35, pp. 427-433, 2002.
- [23] S. Aydın, H. Yazıcı, H. Yigiter e B. Baradan, "Sulfuric acid resistance of high-volume fly ash concrete," *Building and Environment*, vol. 42, pp. 717-721, 2007.
- [24] E. Vincke, S. Verstichel, J. Monteny e W. Verstraete, "A new test procedure for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete," *Biodegradation*, vol. 10, pp. 421-428, 1999.
- [25] W. Sand, T. Dumas e S. Marcdargent, "Accelerated Biogenic Sulfuric-Acid Corrosion Test for Evaluating the Performance of Calcium-Aluminate Based Concrete in Sewage Applications," *Microbiologically Influenced Corrosion Testing, ASTM STP 1232, pp.* 234-249, 1994.
- [26] N. D. Belie, J. Monteny, A. Beeldens, E. Vincke, D. V. Gemert eW. Verstraete, "Experimental research and prediction of the effect of chemical and biogenic sulfuric acid on different types of commercially

produced concrete sewer pipes," *Cement and Concrete Research*, vol. 34, pp. 2223-2236, 2004.

- [27] S. Ehrich, L. Helard, R. Letourneux, J. Willocq e E. Bock,
  "Biogenic and chemical sulfuric acid corrosion of mortars," *Journal of Materials in Civil Engineering*, pp. 340-344, 11 Novembro 1999.
- [28] W. D. Muynck, N. D. Belie e W. Verstraete, "Effectiveness of admixtures, surface treatments and antimicrobial compounds against biogenic sulfuric acid corrosion of concrete," *Cement & Concrete Composites*, vol. 31, pp. 163-170, 2009.
- [29] N. I. Fattuhi e B. P. Hughes, "The Performance of Cement Paste and Concrete subjected to sulphuric acid attack," *Cement and Concrete Research*, vol. 18, nº 4, pp. 545-553, 1988.
- [30] R. G. Ludwig e S. A. S. Almeida, "Controle da corrosão por sulfetos no projeto de interceptadores de esgoto," *DAE*, pp. 70-81, 1979.
- [31] W. Sand e E. Bock, "Biodeterioration of mineral materials by microorganisms—biogenic sulfuric and nitric acid corrosion of concrete and natural stone," *Geomicrobiology Journal*, vol. 9, pp. 129-138, 1991.
- [32] T. Mori, T. Nonaka, K. Tazaki, M. Koga, Y. Hikosaka e S. Noda, "Interactions of Nutrients, Moisture and pH on microbial corrosion of concrete sewer pipes," *Water Research*, vol. 26, pp. 29-37, 1992.
- P. N. Lens, H. S. Jensen, K. Bester, J. L. Nielsen, A. H. Nielsen,
  T. Hvitved-Jacobsen e J. Vollertsena, "Growth kinetics of hydrogen sulfide oxidizing bacteria in corroded concrete from sewers," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 189, pp. 685-691, 2011.
- [34] S. Wei, Z. Jiang, H. Liu, D. Zhou e M. Sanchez-Silva,
  "Microbiologically induced deterioration of concrete A Review," *Brazilian Journal of Microbiology*, vol. 44, nº 4, pp. 1001-1007, 2013.
- [35] M. G. Alexander e C. Fourie, "Performance of sewer pipe concrete mixtures with portland and calcium aluminate cements subject to mineral and biogenic acid attack," *Materials and Structures*, vol. 44, pp. 313-330, 2011.

- [36] B. P. Hughes e J. E. Guest, "Limestone and siliceous aggregate concretes subjected to sulphuric acid attack," *Magazine of Concrete Research*, vol. 30, nº 102, pp. 11-18, 1978.
- [37] P. S. N. Raju e P. Dayaratnam, "Durability of Concrete Exposed to Dilute Sulphuric Acid," *Building and Environment*, vol. 19, nº 2, pp. 75-79, 1984.
- [38] E. V. Pereira, "Influência de Fibras de Aço no Comportamento Mecânico e nos Mecanismos de Fissuração de Concretos Autoadensáveis," *Tese de Dissertação de Mestrado*, p. 170, 2017.
- [39] A. N. 6118, "Projeto de estruturas de concreto Procedimentos," 2004.
- [40] A. N. 7222, "Concreto e argamassa Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos," 2010.
- [41] R. recommendations, "CPC-18 Measurement of hardened concrete carbonation depth," *Materials and Structures*, vol. 102, pp. 453-455, 1984.
- [42] W. Wongkeo, P. Thongsanitgarn, A. Ngamjarurojana e A. Chaipanich, "Compressive strength and chloride resistance of selfcompacting concrete containing high level fly ash and silica fume," *Materials and Design*, vol. 64, pp. 261-269, 2014.
- [43] W. Wongkeo, P. Thongsanitgarn e A. Chaipanich, "Compressive strength and drying shrinkage of fly ash-bottom ash-silica fume multiblended cement mortars," *Materials and Design*, vol. 36, pp. 655-662, 2012.
- [44] C.-L. Lee, R. Huang, W.-T. Lin e T.-L. Weng, "Establishment of the durability indices for cement-based composite containing supplementary cementitious materials," *Materials and Design*, vol. 37, pp. 28-39, 2012.
- [45] A. Elahi, P. Basheer, S. V. Nanukuttan e Q. Khan, "Mechanical and durability properties of high performance concretes containing

supplementary cementitious materials," *Construction and Building Materials*, vol. 24, pp. 292-299, 2010.

[46] P. K. Mehta e P. J. M. Monteiro, Concrete: Microstructure, Properties and Materials, McGraw-Hill: 3rd ed., 2006.



Figura 1 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto de Alto Desempenho para: (a) referência; (b) 0,5%; (c) esgoto



Figura 2 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto Convencional para: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto





Figura 3 – Modo de ruptura das amostras cilíndricas de Concreto Alto Desempenho para: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto



Figura 4 – Modo de ruptura dos discos de Concreto Convencional para: (a) 0,5%; (b) 1%; (c) 3%; (d) esgoto