

## **IDENTIFICAÇÃO DE FORMAÇÃO DE ETRINGITA EM CONCRETO ATRAVÉS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA: ESTUDO DE CASO EM REATOR UASB**

VITOR LORIVAL KUDLANVEC JUNIOR<sup>1\*</sup>; RAFAEL CANALLE<sup>2</sup>; TUANE K. LAIA NUNES<sup>3</sup>;  
ELAINE C.R.C RESENDE<sup>4</sup>; MELISSA DIONE S. CORREIA SILVA<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Mestre, UNIFACEAR Centro Universitário, vlestrutural@gmail.com

<sup>2</sup>Graduando, UNIFACEAR Centro Universitário, rafa.c.cwb@gmail.com

<sup>3</sup>Graduanda, UNIFACEAR Centro Universitário, tuane.laia@hotmail.com

<sup>4</sup>Graduanda, UNIFACEAR Centro Universitário, elaine.crc@hotmail.com

<sup>5</sup>Graduanda, UNIFACEAR Centro Universitário, melissadione73@gmail.com

Apresentado no

Congresso Técnico Científico da Engenharia e da Agronomia – CONTECC'2018  
21 a 24 de agosto de 2018 – Maceió-AL, Brasil

**RESUMO:** O presente trabalho teve o objetivo de evidenciar manifestações patológicas na superfície de concreto das lajes de reatores UASB de uma Estação de Tratamento de Esgoto (ETE), no bairro de Santa Quitéria em Curitiba. O ensaio foi realizado no Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná (CME) e o método de verificação empregado foi a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) pela técnica denominada EDS (Espectometria de Energia Dispersiva de Raios-X) sendo que foi utilizado o microscópio modelo Veja 3 LMU da Tescan. Os resultados obtidos permitiram concluir que as amostras ensaiadas apresentaram alto grau de composição da etringita aparentemente inertes em todas as camadas avaliadas, o que causa expansão do concreto e conseqüente surgimento de manifestações patológicas.

**PALAVRAS-CHAVE:** Manifestações patológicas, concreto, MEV, degradação.

### ***IDENTIFICATION OF ETRINGITE GROWTH IN CONCRETE THROUGH SCANNING ELECTRON MICROSCOPY: A CASE STUDY IN AN UASB REACTOR***

**ABSTRACT:** The objective of this work was evidencing pathological manifestations on the concrete surface of the slabs of UASB reactors of a Sewage Treatment Station (ETE), in the Santa Quitéria neighborhood of Curitiba. The assay was performed at the Electronic Microscopy Center of the Federal University of Paraná (CME) and the scanning method used was the Scanning Electron Microscopy (SEM) technique using EDS (X-ray Dispersive Energy Spectrometry) and it was used the 3 Tesm LMU microscope model. The obtained results allowed to conclude that the samples tested presented high degree of composition of the ettringite apparently inert in all the evaluated layers, which causes expansion of the concrete and consequent appearance of pathological manifestations.

**KEYWORDS:** Pathological manifestations, concrete, MEV, degradation.

### **INTRODUÇÃO**

Em uma estação de tratamento de esgoto (ETE), a estrutura está exposta a agentes agressivos de forma direta e a exposição do concreto a ação de esgoto sanitário doméstico caracteriza um ambiente de agressividade muito forte, classe IV (NBR 6118: 2014).

A ETE é o local destinado para tratamento de esgoto doméstico. Constituído basicamente por um tanque de concreto armado, que na parte superior são acoplados um decantador e defletor de gases formados, (SOUZA; VIEIRA, 2000). Sua estrutura possui um reator UASB e manta de lodo, onde ocorre a formação de ácido sulfídrico (H<sub>2</sub>S) e Anidrido carbônico (CO<sub>2</sub>) a partir de compostos orgânicos contendo enxofre como cisteína, cistina e metionina, presentes no esgoto doméstico através da ação de bactérias anaeróbicas redutoras de sulfato (dessulfatação). O sulfeto de hidrogênio (H<sub>2</sub>S) ou gás sulfídrico, oriundos da reação está associado à produção de odores desagradáveis, é extremamente

tóxico além de ser o precursor para a formação de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), que corrói o concreto, (SOBRINHO; TSUTIYA, 2000).

Os sulfatos podem ter origem nos materiais que compõem o concreto ou no contato do concreto com os solos ou águas ricas com este agente. O ataque produzido por sulfatos é devido a sua ação expansiva, que pode gerar tensões capazes de fissurá-lo. Estes agentes podem penetrar desde o exterior por difusão iônica ou por sucção capilar, (SILVA, 1998). Todos os sulfatos são potencialmente danosos ao concreto, reagindo com a pasta de cimento hidratado. No ataque, os íons sulfatos reagem principalmente com o hidróxido de cálcio  $Ca(OH)_2$  e o aluminato tricálcico  $C_3A$ , originando a etringita e o gesso. Esta formação expande-se, exercendo pressão e desintegrando a pasta de cimento, (LAPA, 2008). Este trabalho sugere evidenciar a formação de etringita causada pelo ataque químico através do ensaio por Microscopia Eletrônica de Varredura em diferentes camadas de concreto.

## MATERIAL E MÉTODOS

A Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV é um instrumento utilizado para observação e análise de características da microestrutura de objetos sólidos que apresenta alta resolução, ou seja, partículas na ordem de 2 a 5 nanômetros. Apresenta resultado por imagens tridimensionais das amostras com pequenos aumentos e com grande profundidade de foco, pois, a imagem eletrônica complementa a informação da imagem ótica. Fornece informações sobre a morfologia e identificação de elementos químicos de uma amostra sólida em curto espaço de tempo, (DEDAVID; et al, 2007). Este método teve por finalidade analisar e identificar a presença de compostos oriundos da degradação da estrutura do concreto, bem como da massa cimentícia, por ação do ataque químico por sulfeto, sulfato e carbonatação.

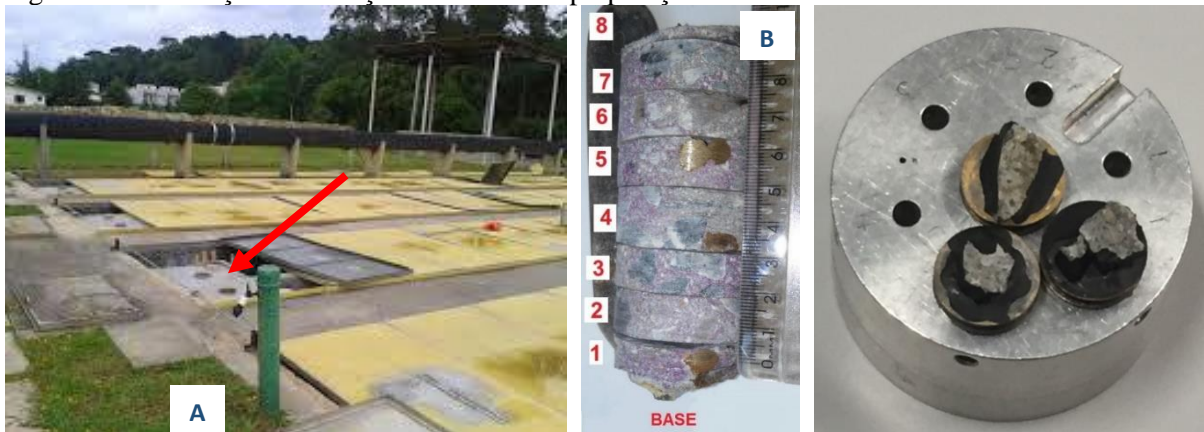
Goodhew et al. (2001), diz que é necessário que a amostra seja eletricamente condutora para que as imagens geradas no MEV se apresentem mais nítidas em função da produção de elétrons. Para tanto, é realizado um processo de revestimento conhecido como pulverização catódica onde é feita a aplicação de uma camada fina (condutora de ouro ou carbono) sobre a superfície da amostra.

A avaliação do material através das imagens dos compostos e a identificação dos elementos químicos presentes nas amostras são possíveis através do ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura e com Dispersão de Raios-X (MEV/EDS), por permitir maiores detalhes de microestrutura das amostras ao emitir feixes de elétrons para captura das imagens e ampliações maiores que 4 mil vezes o tamanho real do material analisado.

Foi extraído um testemunho da laje do reator 2, conforme figura 1 (A) o qual foi cortado em 8 camadas de aproximadamente 1,5 cm. Posteriormente, cada camada foi fragmentada em pedaços e imersos em álcool etílico por 24 horas. Após esse período, as amostras foram colocadas em estufa a  $40^\circ C$  (temperatura máxima que não altera a estrutura do concreto) por 24 horas. Ao término da secagem, as amostras foram armazenadas em um dessecador contendo sílica gel até a realização do ensaio.

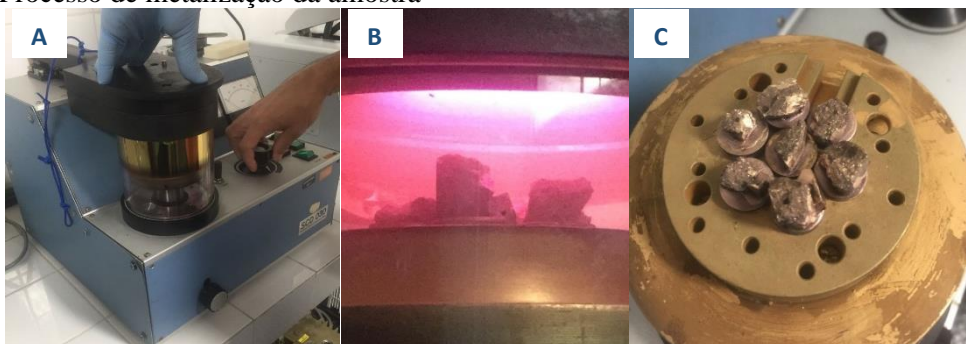
Primeiramente, as amostras foram acopladas em um *stub* metálico com esmalte contendo grafite (figura 18) para tornar as amostras condutoras e permitir o fluxo de elétrons em seu interior, (interação do feixe eletrônico com a amostra). A figura 1 apresenta o corte da amostra (B) e as amostras acopladas em um *stub* metálico (C).

Figura 1- Localização de extração e detalhes da preparação da amostra



Para a metalização dos corpos de prova utilizou-se também o processo de evaporação ou deposição de íons (*sputtering* - recobrimento por deposição de íons metálicos de ouro) com a finalidade de tornar as amostras mais condutoras e melhorar a construção da imagem. Este método consistiu em fixar as amostras no *stub* e colocar em uma câmara com pressão em torno de 13 milibar em que o alvo metálico (ouro) foi bombardeado com átomos de gás inerte (argônio) por aproximadamente 40 segundos para que o ouro pudesse se depositar sobre a amostra por evaporação. O equipamento utilizado para este fim foi uma metalizadora SCD 030 da Balzers Union F.L. A figura 2 apresenta a câmara com pressão (A), o processo de metalização (B) e a amostra metalizada com ouro (C).

Figura 2: Processo de metalização da amostra

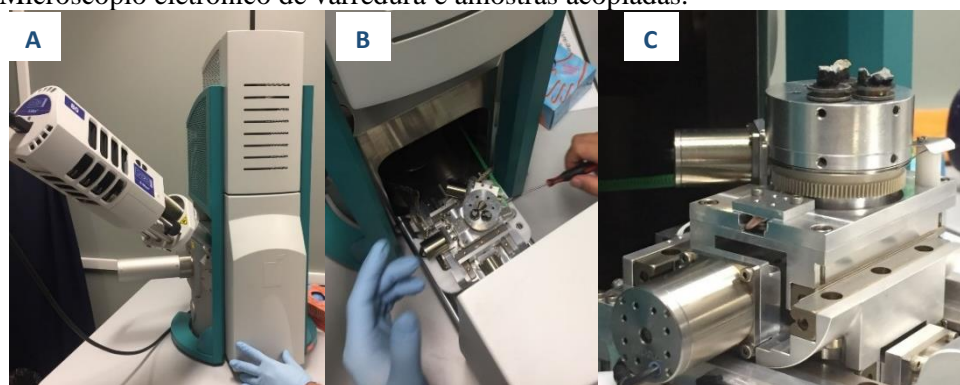


Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura modelo Veja 3 LMU da Tescan, para obtenção das imagens. Este equipamento tem capacidade de resolução de até 3 nm e permite magnificações de até 300 mil vezes e análise de aspectos tridimensionais através de elétrons secundários aplicativo MeX da Alicona.

Os *stub*, com as amostras previamente acopladas, foram incubados na câmara do microscópio à vácuo com pressão controlada entre 3 à 500 Pa para assim permitir a captura das imagens.

A técnica de EDS - Espectrometria de energia dispersiva de raios-X tem como princípio detectar e captar raios- X e assim, identificar os elementos químicos presentes no material. O equipamento utilizado para a análise foi o modelo X-Max 50 de 80mm<sup>2</sup> da marca Oxford com sistema de detecção por deriva de silício (SDD - *silicone drift detection*), acoplado ao microscópio eletrônico, e interpretado por um dispositivo computadorizado - AZ Tech (advanced). A figura 3 apresenta o Microscópio eletrônico (A), e as amostras acopladas ao equipamento (B e C).

Figura 3: Microscópio eletrônico de varredura e amostras acopladas.



## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através da análise dos picos obtidos no espectro, pôde-se determinar e identificar os elementos químicos presentes na amostra por dispersão de energia onde a zona analisada foi percorrida pelo feixe no modo de varredura com formação de uma imagem de toda a superfície da amostra, por ponto (*spot*) e por linha selecionada na imagem.

Figura 4: Resultado fotográfico obtido pelo ensaio de microscopia: fatia 1 (A e B), fatia 4 (C), fatia 8 (D e E)

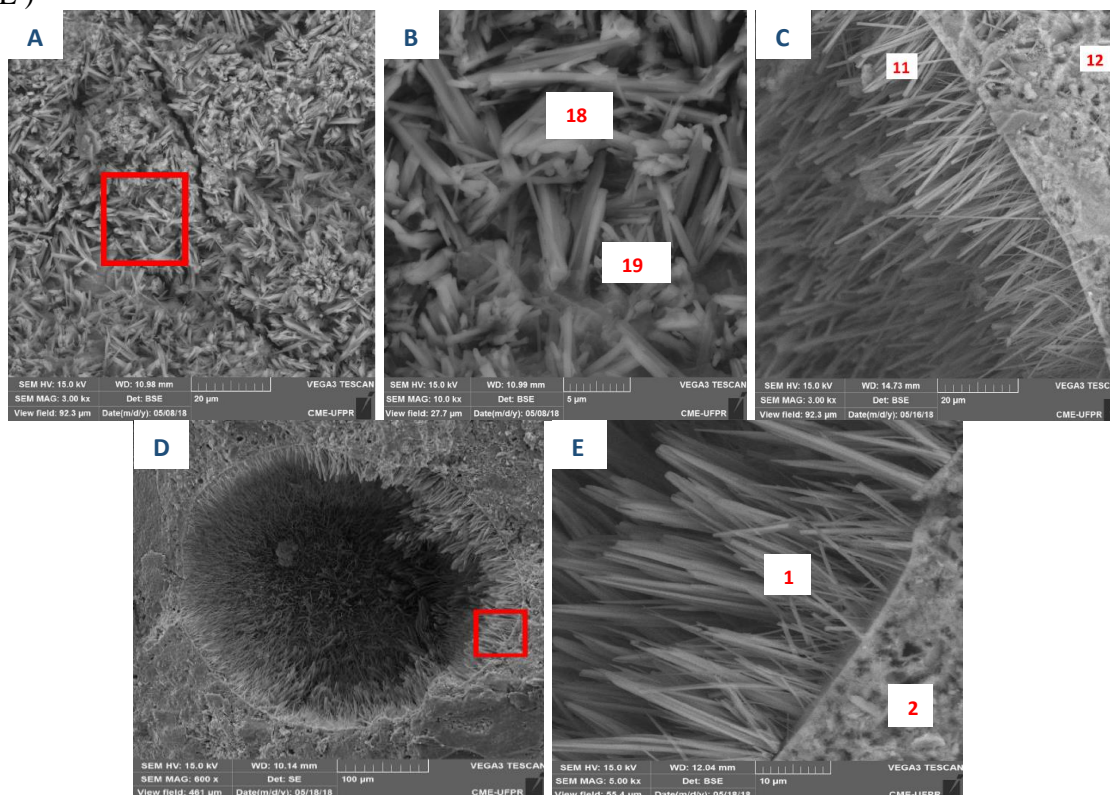


Tabela 1. Espectros químicos obtidos no ensaio

Espectro 18	Wt%	% do número atômico	Espectro 19	Wt%	% do número atômico	Espectro 11	Wt%	% do número atômico
O	57.11	66.81	O	58.11	68.93	O	53.15	66.99
Ca	21.09	9.85	Ca	19.85	9.40	Ca	23.98	12.07
C	10.35	16.12	C	8.07	12.76	S	6.56	4.12
S	4.27	2.50	S	5.53	3.27	C	5.37	9.01
Si	3.22	2.14	Al	4.00	2.81	Al	4.80	3.59
Al	3.15	2.18	Si	3.54	2.39	Si	4.75	3.41
K	0.43	0.21	K	0.42	0.21	K	0.70	0.36
Fe	0.26	0.09	Fe	0.33	0.11	Fe	0.29	0.10
Mg	0.13	0.10	Mg	0.14	0.11	Na	0.20	0.18
Total	100.00	100.00	Total	100.00	100.00	Mg	0.20	0.17

Espectro 1	Wt%	% do número atômico	Espectro 2	Wt%	% do número atômico
O	58.86	75.68	O	52.11	69.92
Ca	24.08	12.36	Ca	27.54	14.75
S	7.37	4.73	Si	11.92	9.11
Al	6.09	4.64	Al	4.12	3.28
Si	3.37	2.47	S	3.13	2.10
K	0.24	0.12	K	0.59	0.32
Total	100.00	100.00	Mg	0.58	0.51
			Total	100.00	100.00

## CONCLUSÃO

Nota-se, a partir do observado no ensaio, a elevada presença de etringita na microestrutura do concreto, independentemente da profundidade da camada. Através das imagens obtidas, percebe-se a formação de etringita de forma mais densa nas camadas mais baixas da estrutura, que está diretamente em contato com o microambiente rico em enxofre, o que configura a coerência com a teoria. Além disso, nota-se que há o surgimento dos elementos também na face externa do reator, onde a concentração do gás é menor, bem como nas fatias intermediárias, onde o concreto é mais protegido.

A alta incidência de cálcio nos espectros químicos pode ser um segundo indicativo da presença de etringita na microestrutura, corroborando o observado nas imagens.

Este resultado mostra que, apesar de a estrutura estar mais exposta na região interna do reator, é necessária a tomada de medidas de manutenção em ambas as faces da laje, pois a exposição ao ambiente externo ainda é significativa na formação de etringita. O surgimento deste elemento nas camadas internas tem como consequência a deficiência na resistência mecânica do concreto e a microfissuração por expansão.

## AGRADECIMENTOS

Ao Centro de Microscopia Eletrônica UFPR, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil da UFPR e ao Centro Universitário Facear.

## REFERÊNCIAS

- Araújo, A. E. de; Amorim Neto, M. da S.; Beltrão, N. E. de M. Municípios aptos e épocas de plantio para o cultivo da mamoneira no estado da Paraíba. *Revista de Oleaginosas e Fibrosas*, v.4, n.2, p.103-110, 2000.
- ABNT. Associação Brasileira De Normas Técnicas – NBR. 6118: Projeto de estrutura de concreto: procedimento. Rio de Janeiro, 2007.
- Dedavid, B. A. et al. *Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores* Porto Alegre, ISBN 978-85-7430-702-2. EDIPUCRS. 2007.
- Duart, M. A. Estudo da microestrutura do concreto com adição de cinza volante de casca de arroz residual sem beneficiamento. Dissertação apresentada à Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria, 2008.
- Goodhew, P.J.; Humphreys, F.J.; Beanland, R. *Electron microscopy and analysis*. 3. Ed. New York: Taylor & Francis, 2001.
- Lapa, J. S. *Patologia, Recuperação e Reparo das Estruturas de Concreto*. Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.
- Silva, T. J. *Predicción de la vida útil de forjados unidireccionales de hormigón mediante modelos matemáticos de deterioro*. 1998. 290f. Tese (Doutorado em Engenharia Civil) – Escola técnica superior d'enginyers de Camins, Universidade Politècnica da Catalunya, Barcelona, 1998
- Sobrinho, P.A.; TSUTIYA, M.T. *Coleta e transporte de esgoto sanitário*. 2ª ed. São Paulo, Departº de Engenharia Hidráulica e Sanitária da Escola Politècnica da Universidade de São Paulo, ISBN, 8590082318, 9788590082316. 547p. 2000.
- Souza, M.E.; Vieira, S.M.M. Reator Uasb para tratamento de esgoto sanitário. *Revista DAE*. v.46, n.145. São Paulo, 1986. <[http://www.revistadae.com.br/artigos/artigo\\_edicao\\_145\\_n\\_180.pdf](http://www.revistadae.com.br/artigos/artigo_edicao_145_n_180.pdf)> Acesso em: 22 fev. 2018.