

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA CIVIL**

**MARIANA NUCCITELLI SIMÕES**

**PASSIVAÇÃO DO AÇO CARBONO EM SOLUÇÃO DE  
POROS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM  
SUBSTITUIÇÃO DE PÓ DE VIDRO**

**SÃO CARLOS**

**2024**

**MARIANA NUCCITELLI SIMÕES**

**PASSIVAÇÃO DO AÇO CARBONO EM SOLUÇÃO DE  
POROS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM  
SUBSTITUIÇÃO DE PÓ DE VIDRO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos, como requisito para a obtenção do título de Mestra em Engenharia Civil.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Fernanda  
Giannotti da Silva Ferreira

Área de concentração: Construção Civil

**SÃO CARLOS**

**2024**

Simões, Mariana Nuccitelli

PASSIVAÇÃO DO AÇO CARBONO EM SOLUÇÃO DE  
POROS DE COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS COM  
SUBSTITUIÇÃO DE PÓ DE VIDRO / Mariana Nuccitelli  
Simões -- 2024.  
101f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São  
Carlos, campus São Carlos, São Carlos  
Orientador (a): Fernanda Giannotti da Silva Ferreira  
Banca Examinadora: Mariana de Almeida Motta  
Rezende, Guilherme Yuuki Koga  
Bibliografia

1. Soluções de poros de compósitos cimentícios com pó  
de vidro. 2. Passivação. 3. Técnicas eletroquímicas. I.  
Simões, Mariana Nuccitelli. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática  
(SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Ronildo Santos Prado - CRB/8 7325



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil

---

**Folha de Aprovação**

---

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Mariana Nuccitelli Simões, realizada em 22/03/2024.

**Comissão Julgadora:**

Profa. Dra. Fernanda Giannotti da Silva Ferreira (UFSCar)

Profa. Dra. Mariana de Almeida Motta Rezende (PUC/SP)

Prof. Dr. Guilherme Yuuki Koga (UFSCar)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil.

*Ao meu avô Donizete (in memoriam)  
que incentivou minha trajetória com  
amor e orgulho.*

## AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Professora Doutora Fernanda Giannotti, pelo apoio, orientação, paciência e carinho durante todo o período do mestrado, me ajudando academicamente e pessoalmente.

Em especial, ao Professor Doutor Guilherme Yuuki Koga que, além de auxiliar com a infraestrutura para a realização dos ensaios, sempre foi solícito em compartilhar o conhecimento com muita paciência.

À minha família (mãe, pai e irmã) que me apoiaram, financeiramente e emocionalmente, durante toda a minha jornada acadêmica.

Aos membros da banca, que dedicaram seu tempo e compartilharam seus conhecimentos.

Aos meus amigos do PPGECiv e da Pós-graduação em Estruturas (USP), que sempre estiveram dispostos a dividir o conhecimento e me apoiaram.

Aos técnicos do DECiv, em especial ao técnico José Roberto, que me auxiliou e acolheu sempre que precisei.

Aos professores do departamento, que de maneira indireta ou direta contribuíram para minha formação e crescimento.

À Capes, pelo apoio concedido por meio da bolsa de pesquisa.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

## RESUMO

A sociedade busca soluções para concretos e argamassas sustentáveis, com menor uso de recursos naturais e menor emissão de CO<sub>2</sub>. Assim, o uso de materiais alternativos ao cimento e/ou agregado natural vêm para resolver esse problema. Uma das adições estudadas é a incorporação de pó de vidro em substituição parcial ao cimento. Como não é um material biodegradável, a indústria vidreira busca incorporar resíduos de vidro na confecção de novos produtos, porém não consegue processar todo o material disponível. Dessa forma, a reciclagem do vidro em outras indústrias, como a da construção civil, é uma boa alternativa para seu reaproveitamento. O objetivo do trabalho foi avaliar a passivação de barras de aço carbono imersas em soluções de poros de compósitos cimentícios produzidos com o pó de vidro e/ou sílica ativa. Foram realizados ciclos dos ensaios eletroquímicos não destrutivos, de Potencial de Circuito Aberto (PCA), Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e Resistência Linear de Polarização (LP) e, ao final, realizou-se o ensaio de polarização potenciodinâmica, além das análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nas barras de aço. A solução de poros foi preparada a partir da mistura dos materiais (cimento Portland, areia, sílica ativa, pó de vidro e água) com a utilização de um agitador eletromagnético. A solução foi agitada por 3 horas e, em seguida, filtrada com o uso de uma bomba de vácuo. A partir dos ensaios eletroquímicos, verificou-se que as barras imersas na solução referência com sílica apresentaram melhor desempenho na formação do filme passivo e que as imersas nas soluções com o pó de vidro resultaram em melhores características do filme que na solução de referência. Com as análises de MEV, observou-se que as soluções simulam a microestrutura de compósitos cimentícios e que, após a remoção da solução e secagem da barra, o aço não sofreu oxidação. Sendo assim, o uso do resíduo de vidro em compósitos cimentícios é possível, tendo como foco a passivação do aço inserido neles, possibilitando um ganho ambiental na produção do material.

**Palavras-chave:** compósitos cimentícios; durabilidade; passivação; pó de vidro; técnicas eletroquímicas.

## ABSTRACT

*Society seeks solutions for sustainable concrete and mortar, with less use of natural resources and lower CO<sub>2</sub> emissions. Therefore, the use of alternative materials to cement and/or natural aggregates comes to solve this problem. One of the issues studied is the incorporation of glass powder in partial cement replacements. As it is not a biodegradable material, the glass industry seeks to incorporate glass waste in the manufacture of new products, but is unable to process all the material available. Therefore, recycling glass in other industries, such as construction, is a good alternative for its reuse. The objective of the work was to evaluate the passivation of carbon steel bars immersed in pore solutions of cementitious composites produced with glass powder and/or silica fume. Cycles of non-destructive electrochemical tests were carried out, Open Circuit Potential (PCA), Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIE) and Linear Polarization Resistance (LP) and, at the end, the potentiodynamic polarization test was carried out, in addition to the analyzes of Scanning Electron Microscopy (SEM) on steel bars. The pore solution was prepared from a mixture of materials (Portland cement, sand, silica fume, glass powder and water) using an electromagnetic stirrer. The solution was stirred for 3 hours and then filtered using a vacuum pump. From the electrochemical tests, it was shown that the bars immersed in the reference solution with silica obtained better performance in the formation of the passive film and that those immersed in the solutions with glass powder resulted in better film characteristics than in the reference solution. With SEM analyses, it was suggested that the solutions simulate the microstructure of cementitious compounds and that, after removing the solution and drying the bar, the bar did not undergo oxidation. Therefore, the use of glass destruction in cementitious composites is possible, focusing on the passivation of the steel inserted in them, enabling an environmental gain in the production of the material.*

**Key words:** *cementitious composites; durability; passivation; glass powder; electrochemical techniques.*

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação diagramática da matriz da pasta de cimento no concreto .....	22
Figura 2 – Diferentes usos do vidro reciclado no concreto.....	23
Figura 3 – Corrosão de armadura em pilar .....	28
Figura 4 – Ataque em estrutura de concreto por penetração de cloretos.....	29
Figura 5 – Ataque dos cloretos.....	30
Figura 6 - Diagrama de Pourbaix para o ferro a 25°C .....	32
Figura 7 - Requisitos mecânicos de barras e fios de aço destinados a armaduras para concreto .....	36
Figura 8 – Circuito de eletrodo de referência .....	37
Figura 9 – Circuito equivalente (a) proposto por John, <i>et al.</i> (1981) onde $R_c$ = resistência do concreto; $R_f$ e $C_f$ = resistência e capacitância do filme; $R_e$ e $C_{dl}$ resistência de transferência de carga e capacitância de dupla camada; $Z_d$ = impedância difusional. (b) simples do tipo Randles onde $R_e$ = Resistência do eletrólito; $C$ = capacitância e $R_1$ = resistência do filme. ....	39
Figura 10 - Representação esquemática de um circuito equivalente de Voigt.....	40
Figura 11 – Exemplos de gráfico de Nyquist e Bode, respectivamente. ....	40
Figura 12 – Curvas de polarização potenciodinâmica .....	41
Figura 13 – Zona linear da curva de polarização. ....	42
Figura 14 - Esquema de curva de polarização típica de aços inoxidáveis em meio ácido. $E^*$ : potencial de corrosão. $E_{pp}$ : potencial de início da passivação. $E_{trans}$ : potencial de início da região anódica transpassiva. ....	43
Figura 15 - Nuvem de palavras .....	46
Figura 16 – Centros de pesquisas sobre passivação do aço em solução de poros de concreto .....	46
Figura 17 – Fluxograma das etapas de procedimentos metodológicos .....	55
Figura 18 - Materiais utilizados.....	56
Figura 19 - Curvas de distribuição granulométrica dos aglomerantes.....	56
Figura 20 – Solução de poros de concreto simulada durante agitação eletromagnética.....	59
Figura 21 - Filtragem a vácuo da solução de poros de concreto simulada. ....	59
Figura 22 - Medição de pH e de condutividade de solução de poros simulada. ....	60
Figura 23 - Procedimento de limpeza das barras de aço. ....	61
Figura 24 - Procedimento de preparo das barras.....	62
Figura 25 – Procedimento ilustrativo de preparo das barras de aço. ....	62
Figura 26 – Eletrodos utilizados nos ensaios. ....	63
Figura 27 - Célula eletroquímica e potenciostato, respectivamente. ....	64

Figura 28 - Fluxograma do protocolo utilizado no ensaio eletroquímico, combinando as técnicas, num período superior a 37 horas para aquisição de dados. ....	64
Figura 29 - Microscópio eletrônico de varredura .....	67
Figura 30 – Células eletroquímicas ao final dos ensaios. ....	69
Figura 31 – (a) Evolução do PCA em relação ao tempo de imersão do aço nas soluções .....	70
Figura 32 - Evolução da $R_p$ em relação ao tempo do aço imerso nas soluções .....	71
Figura 33 - Evolução da $i_{corr}$ em relação ao tempo do aço imerso nas soluções.....	71
Figura 34 - Gráficos de <i>Nyquist</i> para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S .....	73
Figura 35 - Diagramas de Bode para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S .....	74
Figura 36 – Gráficos de ângulo de fase para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S .....	75
Figura 37 - Evolução do $R_p$ e $i_{corr}$ em relação ao tempo do aço imerso nas soluções de poros .....	76
Figura 38 - Evolução da capacitância efetiva em relação ao tempo .....	77
Figura 39 – Espessura estimada do filme passivo .....	78
Figura 40 - Densidade de corrente em relação ao PCA.....	79
Figura 41 – Imersão das barras de aço por 30 dias nas diferentes soluções .....	80
Figura 42 – Microscopia nas barras imersas nas soluções REF (a, b, c), VD-20 (d, e, f), REF-S (g, h, i) e VD-20-S (j, k, l), sem enxágue .....	82
Figura 43 - EDS nas barras imersas nas soluções REF, VD-20, REF-S e VD-20-S sem enxágue.....	83
Figura 44 – Microscopia nas barras imersas nas soluções REF (a, b, c), VD-20 (d, e, f), REF-S (g, h, i) e VD-20-S (j, k, l), após o enxágue .....	85
Figura 45 - EDS nas barras imersas nas soluções REF, VD-20, REF-S e VD-20-S com enxágue.....	86
Figura 46 – Barras de aço com aproximação 60x.....	87

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1 – Resumo da caracterização dos compósitos .....	24
Tabela 2 - Resumo das características de durabilidade dos compósitos .....	26
Tabela 3 – Teores máximos dos elementos.....	35
Tabela 4 – Probabilidade de ocorrer corrosão da armadura em função do potencial.....	38
Tabela 5 – Resultados das <i>strings</i> de busca.....	45
Tabela 6 – Síntese das principais características dos materiais .....	57
Tabela 7 - Consumo de material em gramas por solução .....	58
Tabela 8 – Valores de pH e condutividade das soluções .....	68
Tabela 9 – Resumo da $R_p$ para as técnicas de EIE e resistência linear à polarização.....	77

**LISTA DE QUADROS**

Quadro 1 – Relação entre a expectativa de corrosão e $i_{cor}$ medida .....	44
Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto. ....	47
Quadro 3 - Nomenclatura das soluções estudados.....	58
Quadro 4 – Compostos presentes nas barras de aço sem enxágue.....	84
Quadro 5 - Compostos presentes nas barras de aço com enxágue .....	84

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Z	Módulo da impedância
<	Menor
>	Maior
°	Graus
ABIVIDRO	Associação Brasileira das Indústrias de Vidro
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
a/c	Relação água/cimento
Ag/AgCl	Eletrodo de prata / cloreto de prata
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
C	Celsius
CA	Concreto armado
C-A-S-H	Etringita
CCDM	Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais
CCUAD	Compósito cimentício de ultra alto desempenho
CH	Hidróxido de cálcio
cm	Centímetro
C-S-H	Silicato de cálcio hidratado
Cu/CuSO <sub>4</sub>	Eletrodo de cobre / sulfato de cobre
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
ECA	Potencial de Circuito Aberto
EDS	Detector de energia dispersiva
EIE	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica
F	Farad
g	Gramma
Pa	Pascal
HCl	Ácido clorídrico
Hg/HgO	Eletrodo de mercúrio / óxido de mercúrio
Hz	Hertz
l	Litro
LP	Resistência Linear de Polarização
m	Metro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MPa	Mega Pascal
NBR	Norma Brasileira
PCA	Potencial de Circuito Aberto
E	Potencial
REF	Solução referência
REF-S	Solução referência com substituição de 0% de pó de vidro e 8% de adição de sílica ativa.
R <sub>p</sub>	Resistência à polarização
s	Segundo
S	Siemens
SNIS	Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento

V	Volts
VD20	Solução com substituição de 20% de pó de vidro (em volume).
VD20-S	Solução com substituição de 20% de pó de vidro (em volume) e 8% de adição de sílica ativa.
W	Watt
XPS	Espectroscopia de foto-emissão
$\Omega$	Ohms

## SUMÁRIO

<b>RESUMO</b>	<b>V</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>VI</b>
<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>VII</b>
<b>LISTA DE TABELAS</b>	<b>IX</b>
<b>LISTA DE QUADROS</b>	<b>X</b>
<b>SÍMBOLOS E ABREVIATURAS</b>	<b>XI</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b>	<b>15</b>
1.1 JUSTIFICATIVA	16
1.2 PROBLEMA DE PESQUISA	19
1.3 OBJETIVOS	19
1.3.1 Geral	19
1.3.2 Específicos	19
1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO	19
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b>	<b>21</b>
2.1 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS	21
2.1.1 Compósitos cimentícios com pó de vidro	23
2.1.2 Durabilidade de compósitos cimentícios com pó de vidro	25
2.2 CORROSÃO E PASSIVAÇÃO DO AÇO EM COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS	28
2.2.1 Passivação	31
2.2.2 Solução de poros	34
2.2.3 Aço	35
2.2.4 Técnicas Eletroquímicas de Avaliação da Passivação	37
2.2.5 Estado da Arte do Estudo da Passivação do Aço em Solução de Poros de Concreto	44
<b>3 MÉTODO DE PESQUISA</b>	<b>55</b>
3.1 MATERIAIS UTILIZADOS	55
3.2 SOLUÇÃO DE POROS	57
3.3 LIMPEZA E PREPARAÇÃO DAS BARRAS DE AÇO	60
3.4 ENSAIOS EXPERIMENTAIS	63
3.4.1 Potencial de Circuito Aberto	65
3.4.2 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica	65

3.4.3	Resistência Linear de Polarização .....	65
3.4.4	Polarização Potenciodinâmica .....	66
3.4.5	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Detector de Energia Dispersiva (EDS).....	66
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>68</b>
4.1	ALCALINIDADE DA SOLUÇÃO .....	68
4.2	ENSAIOS ELETROQUÍMICOS .....	69
4.2.1	Potencial de circuito aberto .....	69
4.2.2	Resistência a polarização linear (LP) .....	71
4.2.3	Espectroscopia de impedância eletroquímica .....	72
4.2.4	Polarização potenciodinâmica.....	79
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E DETECTOR DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS) .....	80
4.3.1	Barras de aço sem enxágue.....	81
4.3.2	Barras de aço com enxágue.....	84
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>88</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>90</b>
	<b>ANEXO A .....</b>	<b>96</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O concreto armado é o material estrutural mais utilizado no Brasil e no mundo. Em diversas obras, as barras de aço são inseridas no concreto para reforço estrutural, melhorando seu comportamento mecânico devido às baixas resistências do concreto aos esforços de tração, visto que o concreto apresenta apenas alta resistência à compressão (Porto; Fernandes, 2015). O concreto armado deve ser projetado, executado, monitorado e receber manutenções adequadas, de acordo com as normas técnicas, de forma que se evite a sua degradação.

A NBR 15575-1:2021 recomenda a vida útil dos elementos construtivos de habitações, estruturas de concreto devem manter sua integridade estrutural de, no mínimo 50 anos (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2021). Dessa forma, é necessário o estudo da durabilidade do concreto armado, sendo que uma das principais manifestações patológicas encontradas na estrutura de concreto armado é a corrosão do aço.

A corrosão do aço, já em processo avançado, pode ocasionar a redução da seção da barra de aço e, portanto, a perda de parte da sua capacidade de resistência aos esforços, sendo importante realizar o monitoramento da estrutura. Há duas causas para o início da corrosão: a carbonatação e o ataque de cloretos. O dióxido de carbono e os cloretos penetram no concreto sem danificá-lo e quebram a camada passiva do aço, podendo-se iniciar a corrosão da armadura se houver água e oxigênio (John, 2003).

Por outro lado, o concreto favorece a formação do filme passivo, em função do pH da solução contida nos poros ser alcalina, entre 12 e 13, que protege o aço contra o processo corrosivo. Essa formação é conhecida como passivação (Green, 2020).

Para monitoramento da formação do filme passivo e da corrosão do aço, há várias técnicas de avaliação, sendo que a mais utilizada na construção civil, por ser uma técnica de avaliação não destrutiva, é o Potencial de Circuito Aberto (PCA). A norma que padroniza o método de PCA é a ASTM C876 – 15: *Standard Test Method for Corrosion Potentials of Uncoated Reinforcing Steel in Concrete*. Entretanto, não é possível avaliar a velocidade de corrosão do aço por meio dessa técnica, sendo

utilizadas outras técnicas eletroquímicas, tais como a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e a Resistência Linear de Polarização (LP).

Atualmente, há muitas pesquisas, como as de Wilson *et al.* (2018), Moretti (2018), Gromboni *et al.* (2021) e Zidol *et al.* (2021), em que vários tipos de adições minerais foram incorporados ao concreto visando a melhoria das propriedades mecânicas e a durabilidade do material, como, por exemplo, a sílica ativa. Além disso, essas incorporações podem reduzir o consumo de cimento, uma vez que os materiais alternativos normalmente são utilizados em substituição ao cimento. O processo de produção do cimento é prejudicial ao meio ambiente, de acordo com Fernandes (2020), sendo a produção mundial de cimento responsável por 5% da emissão de gases de efeito estufa. Dessa forma, considerando que o cimento é o principal aglomerante utilizado no concreto, é necessário o estudo de materiais alternativos para sua substituição, confeccionando, assim, um concreto mais sustentável. Uma das tendências é o uso de resíduos de vidro em pó.

O Brasil produz 1,3 milhões de toneladas de vidro por ano e a indústria de produção do material incorpora o caco de vidro reciclado na produção de novos vidros em até 60% da sua composição; o restante de sua composição é a partir de novas matérias primas (Abividro, 2019). Apesar da indústria vidreira reaproveitar os resíduos, não se consegue beneficiá-los 100%, fazendo com que outros setores o incorporem em seus processos, como é o caso da construção civil. Para o setor da construção civil, o resíduo pode substituir o cimento e/ou agregados no concreto, dependendo da sua granulometria e reatividade.

Assim, essa pesquisa busca o aprofundamento do estudo da passivação do aço de compósitos cimentícios com substituições parciais de cimento por pó de vidro.s

## 1.1 JUSTIFICATIVA

O vidro não é um material biodegradável, o que dificulta o seu descarte e torna necessário o estudo da sua reciclagem total. Teoricamente um vidro pode ser reutilizado várias vezes, trazendo benefícios ambientais pela economia de matérias-primas e redução de resíduos sólidos. Contudo, as indústrias produtoras e consumidoras do vidro não conseguem reciclar 100% do vidro, devido às grandes

quantidades de fabricação e consumo do material. A coleta seletiva alcança apenas 36,3% dos municípios brasileiros, e apenas 13,8% (113,43 mil t/ano) do resíduo reciclável coletado no Brasil é vidro, segundo dados do SNIS (2023).

Quando se compara a fabricação de vidro anual no país, 1,3 milhões de toneladas, segundo a Abividro (2019), com a coleta do material, 0,11 milhões de toneladas, segundo o SNIS (2023), nota-se que se produz, aproximadamente, 11 vezes mais vidro do que se recicla no Brasil. Nesse cenário, há diversas pesquisas em torno da reciclagem do vidro. Uma dessas possibilidades é seu uso como material alternativo para substituição do cimento em compósitos cimentícios.

Wilson *et al.* (2018) e Zidol *et al.* (2021) apontam a importância de se estudar a durabilidade em compósitos cimentícios com incorporação de pó de vidro, sendo verificado o ataque de cloretos e a carbonatação em concretos e argamassas com e sem adição de resíduo de vidro. Ambos os autores estudam a substituição de 20% do cimento pelo pó de vidro e, no trabalho de Zidol *et al.* (2021) o teor de 30% de substituição também foi empregado.

Atualmente há muitos estudos da adição do resíduo de pó de vidro em concretos, mas ainda é necessário estudos das características relacionadas à durabilidade do concreto. Tariq *et al.* (2020) estudaram a porosidade, permeabilidade, resistividade elétrica, retração e migração de cloretos em concretos, fazendo comparação de concretos com pó de vidro e concretos com cinzas volantes. Tariq *et al.* (2020) concluíram que o tamanho e a quantidade das partículas de vidro influenciam significativamente nas propriedades mecânicas e de durabilidade do compósito. As partículas de vidro menores resultaram em um empacotamento melhor, resultando em uma microestrutura mais densa e menos permeável.

O estudo de Sales *et al.* (2017) expõe indicadores de durabilidade de um compósito de cimento Portland feito com a substituição de 10 e 20% de micropartículas de vidro, com diâmetro médio de 8,93  $\mu\text{m}$ , em comparação com uma argamassa de referência. Borges (2021) também estudou diferentes argamassas, com substituição de 0% a 50%, sendo o objetivo principal da pesquisa avaliar o efeito fíler e pozolânico do pó de vidro em matrizes cimentícias com resíduo. O autor concluiu que 20% é o teor ideal de substituição do cimento por resíduo, pois, a partir de análise estatística dos resultados, as propriedades estudadas se mostraram equivalentes para as argamassas de referência e com 20% de substituição.

Soares (2021) estudou o comportamento mecânico e a durabilidade de compósitos cimentícios de ultra alto desempenho com diferentes substituições de cimento por pó de vidro, focando o estudo da durabilidade frente à penetração de cloretos. A autora constatou uma redução nas características mecânicas e de durabilidade frente à ação de cloretos, com a incorporação do pó de vidro, mas que para as substituições nos teores de 10%, 20%, 30% e 50%, todos os compósitos continuaram a ser classificados como compósitos cimentícios de ultra alto desempenho.

Autores como Bouzeghaia *et al.* (2017) e Modesti (2020) estudaram a formação do filme passivo e a destruição do mesmo. Concluíram que o pH alcalino resultará em um filme de melhor qualidade e que, quanto maior a concentração de cloretos, mais suscetível a barra de aço estará sujeita à corrosão.

Gromboni *et al.* (2021) afirmaram que nas últimas, duas ou três décadas, muitos pesquisadores estudaram a passivação e corrosão do aço no concreto. Entretanto, poucos estudaram concretos com resíduos. Sendo assim, estudaram a passivação e a corrosão do aço em soluções de poros de concreto com agregado agroindustrial. Apontaram que a areia proveniente da cinza do bagaço da cana-de-açúcar pode ser usada como inibidora de corrosão, uma vez que as amostras com a presença dela resultaram em uma formação do filme passivo mais rápida quando comparada com uma amostra de referência. Outros autores que estudaram a passivação do aço no concreto com resíduos foram Rezende (2019) e Moretti (2018), sendo que Rezende (2021) estudou também a corrosão do aço em compósitos com resíduos.

Baseado nesses artigos percebeu-se que há estudos da passivação do aço com concretos convencionais e com resíduos, porém não há estudos da passivação do aço em compósitos cimentícios com a substituição parcial de cimento por resíduo pó de vidro. Além dos artigos citados, após a realização de uma revisão sistemática sobre passivação em solução de poros simuladas de concreto com pó de vidro, não se obtém resultados para a pesquisa com a *string*: “*simulated pore solution*” AND *passivation* AND “*concrete OR mortar*” AND “*glass powder*”. Sendo assim, destaca-se que há necessidade de estudos nesse tema, buscando-se reduzir do uso do cimento pela indústria da construção civil, além da reciclagem do vidro, incorporando o material em compósitos cimentícios em substituição ao cimento.

## 1.2 PROBLEMA DE PESQUISA

Há a formação do filme passivo do aço carbono imerso em solução de poros de compósitos cimentícios com substituição de 20% de cimento por pó de vidro e/ou com adição de 8% de sílica ativa?

## 1.3 OBJETIVOS

### 1.3.1 Geral

O objetivo desta pesquisa é analisar a passivação de barras de aço carbono em solução de poros de compósitos cimentícios com a incorporação de 8% de sílica ativa e a substituição do cimento por pó de vidro, em 20% do volume.

### 1.3.2 Específicos

- Confecção de solução de poros de compósitos cimentícios representativa de matrizes cimentícias contendo sílica ativa e/ou pó de vidro.
- Avaliar a formação de filme passivo para barras de aço comercial, com uso de técnicas eletroquímicas, como resistência à polarização linear (LP), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) e potencial de circuito aberto (PCA).

## 1.4 ESTRUTURA DO TRABALHO

Além da breve introdução, justificativa e objetivo apresentados no capítulo 1, o trabalho possui mais cinco capítulos, conforme apresentado a seguir.

No capítulo 2 foi elaborada uma fundamentação teórica sobre os compósitos cimentícios e a durabilidade do aço nos compósitos cimentícios, abordando a passivação e algumas técnicas eletroquímicas de avaliação.

No capítulo 3 foram apresentados os materiais e os métodos utilizados para a realização do trabalho, com descrição de todas as etapas desenvolvidas.

Após o programa experimental apresentado, no capítulo 4, foram apresentados os resultados e discussão da pesquisa.

Em seguida, no capítulo 5, foram apresentadas as conclusões da pesquisa.

Por fim, foram apresentadas as referências seguidas do anexo, que contém os dados de caracterização dos materiais utilizados no presente estudo.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nesse capítulo serão apresentados os compósitos cimentícios com pó de vidro e suas características, além de abordar o estudo da durabilidade de concretos e argamassas, em específico a formação do filme passivo do aço em contato com solução alcalina.

### 2.1 COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

Os compósitos são materiais que vem sendo cada vez mais utilizados na construção civil. São formados por combinações de dois ou mais materiais, que apresentam características e propriedades diversas. Tais características continuam a ser identificadas após a combinação dos materiais. Eles possuem essencialmente dois componentes: a matriz e o componente de reforço. Os compósitos podem ser reforçados por partículas ou fibras e, geralmente, são classificados normalmente pelo tipo de matriz e natureza e pela forma do seu reforço (Soares, 2021).

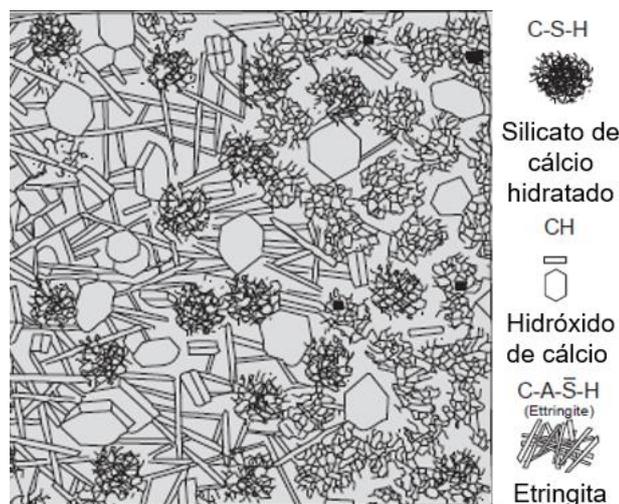
As matrizes cimentícias são as mais utilizadas para gerar argamassas e concretos. Formada a partir da hidratação do cimento, é caracterizada principalmente pela boa resistência à compressão e deficiência na resistência à tração.

Como já mencionado, um dos objetivos de várias pesquisas é substituir o cimento por materiais alternativos como forma de reduzir o efeito negativo ao meio ambiente na produção do cimento. Materiais pozolânicos, escória de alto forno e fíler são utilizados como forma de substituição do clínquer. A NBR 16697:2018 especifica o uso desses materiais em cimentos CII-Z, CII-E, CII-F, CIII e CIV (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2018). Apesar de alternativas já serem implementadas, há muitas pesquisas sobre novos materiais incorporados em substituição ao cimento, como exemplo cinza do bagaço da cana-de-açúcar, a cinza da casca de arroz e o pó de vidro, a fim de proporcionar também um destino adequado aos resíduos.

O concreto apresenta um ambiente alcalino, devido à hidratação dos compostos do cimento. Esse fenômeno ocorre em dois estágios: hidratação dos aluminatos ( $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 + \text{H}_2\text{O}$  e  $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{Fe}_2\text{O}_7 + \text{H}_2\text{O}$ ) e dos silicatos ( $\text{Ca}_3\text{SiO}_5 + \text{H}_2\text{O}$

e  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ ). Os aluminatos são responsáveis, principalmente, pelo processo de pega do concreto enquanto os silicatos, principalmente, pelo ganho de resistência do material. Os compostos, apresentados na Figura 1, oriundo da hidratação do cimento são os monossulfoaluminato de cálcio hidratado ( $\text{C}_4\text{AS}_3\text{H}_{18}$  – etringita), trissulfato de cálcio hidratado ( $\text{C}_6\text{AS}_3\text{H}_{32}$  - etringita), silicato de cálcio hidratado (C-S-H) e o hidróxido de cálcio (CH), que é o responsável pelo nível do pH dos compósitos cimentícios (Mehta; Monteiro, 2014).

Figura 1 – Representação diagramática da matriz da pasta de cimento no concreto



Fonte: Adaptado de Mehta; Monteiro (2014).

A NBR 8953:2015 classifica o concreto baseado na sua resistência à compressão, concretos com resistência que variam de 20 a 50 MPa são pertencentes ao Grupo I, concretos convencionais, e aqueles que variam de 55 a 100 MPa, estão classificados como Grupo II, concretos de alto desempenho (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2015). Atualmente pesquisadores já apresentam o termo de compósitos cimentícios de ultra alto desempenho, segundo Soares (2021, p. 38):

“O concreto de ultra alto desempenho foi recentemente definido como um compósito à base de cimento com uma resistência à compressão superior a 150 MPa, utilizando água, sílica amorfa, fíler e agregado fino, bem como superplastificante, e podendo ser reforçado com fibras”.

Os concretos de alto e ultra alto desempenho, além de apresentarem melhores características mecânicas, apresentam também melhora nas características relacionadas à durabilidade do concreto, tendo como única

desvantagem a fragilidade do material que pode ser melhorada com o uso de fibras na produção do concreto (Khan; Abbas; Fares, 2017). O material normalmente é produzido com alto consumo de cimento, baixa relação água/cimento (a/c) e com adição de sílica ativa, sendo importante o estudo de materiais cimentícios suplementares para redução do impacto ambiental causado.

### 2.1.1 Compósitos cimentícios com pó de vidro

Os compósitos cimentícios com substituições de pó de vidro incorporam os resíduos como agregados e/ou ao aglomerante, dependendo da granulometria do vidro, e também como fibras de reforço (Mansour *et al.*, 2023). Na Figura 2 são mostrados os diferentes usos que o vidro reciclado pode ter dependendo da forma e dimensão de suas partículas.

Figura 2 – Diferentes usos do vidro reciclado no concreto.



Fonte: Adaptado de Mansour *et al.* (2023).

A reciclagem do vidro para sua utilização é um processo que demanda várias etapas: limpeza, separação de vidros pelas cores (âmbar, transparente, entre outras), e trituração até a granulometria desejada. Apesar do seu beneficiamento o uso do resíduo de vidro é vantajoso uma vez que diminui a utilização de recursos naturais e ainda proporciona um destino adequado. O material pode ser utilizado no concreto de três maneiras, vidro em substituição ao agregado (graúdo ou miúdo), em

substituição ao cimento (partículas passantes na peneira 200 - 0,075 mm) e fibras de vidro como aditivo (Mansour *et al.*, 2023).

A partir dos trabalhos apontados no item 1.1, a Tabela 1 apresenta os principais resultados mecânicos obtidos nos estudos. Em todos os casos o melhor teor de substituição de cimento por pó de vidro foi de 20%, dentre a faixa de estudo dos pesquisadores, de 10% a 50% em substituição ao cimento.

Tabela 1 – Resumo da caracterização dos compósitos

Característica	Autor	Material	Teor de pó de vidro	Valores sem vidro	Valores do melhor teor	Idade
Resistência à compressão (MPa)	Sales <i>et al.</i> (2017)	Argamassa	20%	53,5	52	28 dias
				57	57,5	90 dias
	Wilson <i>et al.</i> (2018)	Argamassa	20%	62	60	91 dias
				Tariq <i>et al.</i> (2020)	Concreto	20% (20 µm)
	Soares (2021)	CCUAD	20%			
				Zidol <i>et al.</i> (2021)	Concreto (variando a/c)	20% (a/c 0,4)
	Tariq <i>et al.</i> (2020)	Concreto	20% (20 µm)			
				Borges (2021)	Argamassa	20%
	Soares (2021)	CCUAD	20%			
				Zidol <i>et al.</i> (2021)	Concreto (variando a/c)	20% (a/c 0,4)
115,58	113,57	28 dias				
Resistência à tração por compressão diametral (MPa)	Borges (2021)	Argamassa	20%	4,01	4,14	28 dias
				11,08	11,03	28 dias
Módulo de Elasticidade Estático (GPa)	Soares (2021)	CCUAD	20%	12,01	11,35	180 dias
				Borges (2021)	Argamassa	20%
Soares (2021)	CCUAD	20%	43,09			
			Absorção de Água por capilaridade (g/cm <sup>2</sup> )	Borges (2021)	Argamassa	20%
0,099	0,121	7 dias				
Soares (2021)	CCUAD	20%				
			0,126	0,143	180 dias	
Porosidade (%)	Tariq <i>et al.</i> (2020)	Concreto	20% (20 µm)	10,50	8,90	50 dias
				10,40	8,50	91 dias
				8,80	6,80	550 dias
	Soares (2021)	CCUAD	20%	1,91	2,72	7 dias
				2,30	2,64	28 dias
				3,46	4,06	91 dias
4,71	5,16	180 dias				

Fonte: Autora, 2022.

Percebe-se que de todos os estudos realizados, os compósitos cimentícios desenvolvidos por Soares (2021) apresentaram melhores características, comportamento já esperado por ser um compósito de ultra alto desempenho. Comparando com os demais trabalhos as resistências foram maiores e a porosidade e absorção de água, inferiores, o que dificulta a entrada de agentes agressivos como o CO<sub>2</sub>, que, quando comparado aos demais estudos, a profundidade de carbonatação foi inexistente no tempo de estudo. Entretanto, as argamassas estudadas por Sales *et al.* (2017) e Wilson *et al.* (2018) apresentaram ótimos valores de resistência à compressão e Tariq *et al.* (2020) desenvolveram concreto de alto desempenho com a substituição do cimento pelo pó de vidro. A densidade do resíduo nas pesquisas variou de 2,52 a 2,55 g/cm<sup>3</sup> e a superfície específica, obtida pelo método de Blaine, de 366,3 a 615 m<sup>2</sup>/kg.

A resistência mecânica dos compósitos com o pó de vidro tende a sofrer redução com o aumento do teor de substituição, Soares (2021) aponta que em diversos estudos essa característica é justificada pelo efeito de diluição, onde com a redução do teor de cimento, devido a substituição pelo pó de vidro, haverá aumento da relação água/cimento efetiva, interferindo na hidratação dos compostos do cimento e, conseqüentemente, reduzindo a resistência mecânica do compósito estudado.

Uma característica não estudada pelos autores citados é a reação álcali-agregado, pois como sugere Freitas (2019), as partículas de pó de vidro substituídas pelo cimento apresentam um comportamento pozolânico, entretanto tal característica deve ser considerada no caso de as substituições serem em relação ao agregado, ou seja, partículas de maior granulometria.

### **2.1.2 Durabilidade de compósitos cimentícios com pó de vidro**

De acordo com a NBR 15575-1:2021, a durabilidade é a vida útil do compósito, ou seja, o tempo que o concreto mantém sua forma, qualidade e facilidade de manutenção, quando exposto ao ambiente de uso. O material atinge o final da sua vida útil quando seu uso é considerado inseguro ou recuperar a estrutura é antieconômico, de forma que haja deterioração das suas propriedades (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2021). Dessa forma, é importante o

estudo da durabilidade dos compósitos para estender o tempo de reparos e/ou trocas.

Os autores anteriormente citados estudaram algumas características relacionadas à durabilidade, principalmente a resistividade elétrica e a difusão de cloretos. Os resultados estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Resumo das características de durabilidade dos compósitos

Característica Autor	Material	Valores REF	Valores da melhor substituição	Idade	
Frente de penetração de cloretos (mm) Soares (2021)	CCUAD	2,29	2,57	365 dias	
		2,89	3,45	545 dias	
		2,91	3,48	720 dias	
Teor total de cloretos (%) Soares (2021)	CCUAD	0,75 a 5mm	1,15 a 5mm	311 dias	
		0,15 a 10mm	0,15 a 10mm	311 dias	
Difusão de cloretos ( $10^{-12}m^2/s$ )	Tariq <i>et al.</i> (2020)	Concreto	30	4	50 dias
			10	1,5	91 dias
			9	0,5	550 dias
	Soares (2021)	CCUAD	0,196	0,141	28 dias
	Zidol <i>et al.</i> (2021)	Concreto (variando a/c)	6,500	4,500	28 dias
Resistividade elétrica ( $K\Omega \cdot cm$ )	Sales <i>et al.</i> (2017)	Argamassa	35	61	28 dias
	Wilson <i>et al.</i> (2018)	Argamassa	5	28	91 dias
			7,5	50	365 dias
	Tariq <i>et al.</i> (2020)	Concreto	18,75	21,75	50 dias
			19	24	91 dias
			22	29	550 dias
	Soares (2021)	CCUAD	22,8	18,8	7 dias
			163,65	173,51	28 dias
			257,43	288,24	91 dias
385,65			254,91	180 dias	
Soares (2021)	CCUAD	331,03	306,67	230 dias	
		257,43	288,24	91 dias	
		385,65	254,91	180 dias	
Frente de carbonatação (mm)	Sales <i>et al.</i> (2017)	Argamassa	2,50	3,70	60 dias
	Soares (2021)	CCUAD	0		2 anos
			1,50 a 1,70		3 anos
Zidol <i>et al.</i> (2021)	Concreto (variando a/c)	7,50	14,00	91 dias	
Conductividade elétrica das soluções de águas de poros ( $mS/cm$ ) Soares (2021)	CCUAD	8,14	6,85	365 dias	
pH das soluções de águas de poros Soares (2021)	CCUAD	12,40	12,37	365 dias	

Fonte: Autora, 2022.

A resistividade elétrica é a dificuldade de passagem da corrente elétrica pelo material, ou seja, quanto menor mais fácil será a passagem da corrente elétrica. O estudo de Soares (2021) apresentou valores mais elevados do que os demais estudos, fazendo com que seus compósitos tenham maior resistência à passagem de corrente elétrica que os demais. No estudo de Sales *et al.* (2017) foram obtidos valores variando de 35 a 61 k $\Omega$ .cm com 28 dias de idade. Soares (2021), em sua pesquisa, obteve valores de 163,65 a 173,51 k $\Omega$ .cm, também para a idade de 28 dias. Os demais autores avaliaram a resistividade elétrica com 91 dias, sendo que o menor desempenho apresentado para o material com substituição de pó de vidro foi de Tariq *et al.* (2020) que apresentou 24 k $\Omega$ .cm, seguido por Wilson *et al.* (2018) com 28 k $\Omega$ .cm e Soares (2021) cujo maior valor de resistividade alcançado foi de 288,24 k $\Omega$ .cm para o compósito com 20% de substituição de cimento por pó de vidro.

Observa-se que na difusão de cloretos, o compósito com pó de vidro estudado por Soares (2021) apresentou uma difusão de  $0,141 \cdot 10^{-12}$  m<sup>2</sup>/s, o de Zidol *et al.* (2021) aos 28 dias e o de Tariq *et al.* (2020)  $4,0 \cdot 10^{-12}$  m<sup>2</sup>/s aos 50 dias.

Assim, Soares (2021) chegou à conclusão de que compósitos cimentícios com a substituição de cimento por pó de vidro tendem a ter uma vida útil menor se comparado com o de referência. Enquanto o compósito cimentício com 50% de incorporação do pó de vidro em substituição ao cimento apresentou estimativa de vida útil de 142 anos, o compósito cimentício sem pó de vidro apresentou a estimativa em 275 anos. Entretanto, observa-se que mesmo com a diminuição considerável da estimativa de vida útil, para um alto teor de substituição, ela se apresenta alta se for considerada que as estruturas de concreto devem apresentar uma vida útil de 50 anos de acordo com a NBR 15575-1:2021.

O pH da solução obtida a partir dos compósitos cimentícios também foi analisada no estudo de Soares (2021), sendo observada que a característica alcalina se mantém no concreto com o resíduo de vidro e que não há grande variação entre os compósitos (referência pH de 12,40 e com substituição do vidro em 20%: 12,37), parâmetro importante para formação e estabilidade do filme passivo na barra de aço.

O estudo da durabilidade de materiais cimentícios é importante e os autores citados neste tópico tratam o tema de forma abrangente. Entretanto, ainda é

escasso o estudo da durabilidade do aço quando inserido nesses compósitos cimentícios e como a composição dos compósitos pode influenciar na passivação e corrosão do aço. O assunto será mais explorado no item 2.2, apresentado a seguir.

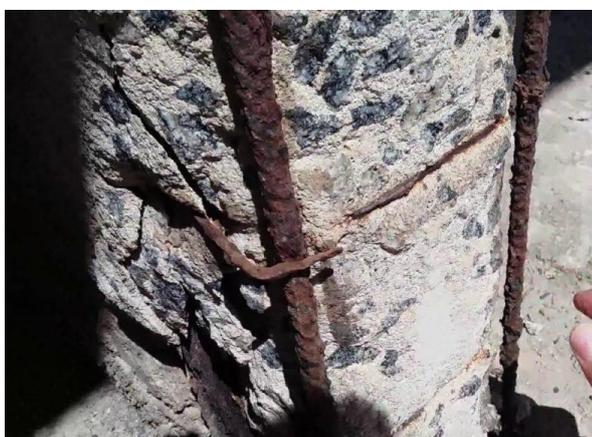
## 2.2 CORROSÃO E PASSIVAÇÃO DO AÇO EM COMPÓSITOS CIMENTÍCIOS

A avaliação da durabilidade de compósitos cimentícios é indispensável quando se estuda a viabilidade do uso do compósito cimentício, principalmente expostos a ambientes agressivos. Uma das principais causas de deterioração das estruturas de concreto é a corrosão do aço. Sendo assim, o seu estudo é importante, bem como as formas de proteção do aço.

A corrosão é um processo natural e deve ser considerada a fim de garantir a vida útil da estrutura, evitando-se problemas futuros como a paralisação de um serviço, como, por exemplo, a interdição de um viaduto. Os metais reagem aos líquidos e gases que existem no meio em que está inserido, podendo ocorrer a sua corrosão. Como exemplo, tem-se a oxidação do ferro que ocorre quando o ferro entra em contato com o ar e a água (Lattmann; Alves, 2020).

Bertolini (2010) afirma que existem 2 tipos de corrosão, a seca e úmida; a corrosão seca ocorre em altas temperaturas e a corrosão úmida, quando o metal entra em contato com soluções aquosas, soluções ácidas ou alcalinas e também em ambientes que contenham água. Para a construção civil, sob condições normais de uso das edificações, em estruturas de concreto armado não há ocorrência da corrosão seca. A Figura 3 mostra a armadura corroída de um pilar.

Figura 3 – Corrosão de armadura em pilar



Fonte: Tecnosil, 20--.

A corrosão é dividida em corrosão uniforme e corrosão localizada (Bertolini, 2010). Onde:

- *Corrosão uniforme:* é aquela que ocorre de forma e velocidade semelhante em toda a extensão da barra. Por ocorrer de forma igual no aço, é menos perigosa e mais fácil de tomar medidas preventivas para a sua ocorrência, por exemplo, a aplicação de materiais de revestimentos.
- *Corrosão localizada:* algumas partes da superfície do metal corroam em velocidades mais elevadas que outras, normalmente pelo metal não estar em contato com um ambiente uniforme, como exemplo uma fundação de ponte onde há diferença no nível do rio durante o ano.

Como mencionado anteriormente, a corrosão das armaduras pode ocorrer principalmente pelo ataque de cloretos e carbonatação.

John (2003) e Bertolini *et al.* (2004) mencionam que os cloretos podem penetrar no concreto por meio do uso de água do mar na mistura e/ ou de agregados contaminados (muitas vezes com lavagem deficiente ou sem lavagem). Podem também penetrar no concreto, por pulverização de sal marinho e umedecimento direto da água do mar (Figura 4), sais de degelo e/ou quando as estruturas são utilizadas para armazenamento de produtos químicos (aquários, silos de armazenamento de sais, tanques de salmoura).

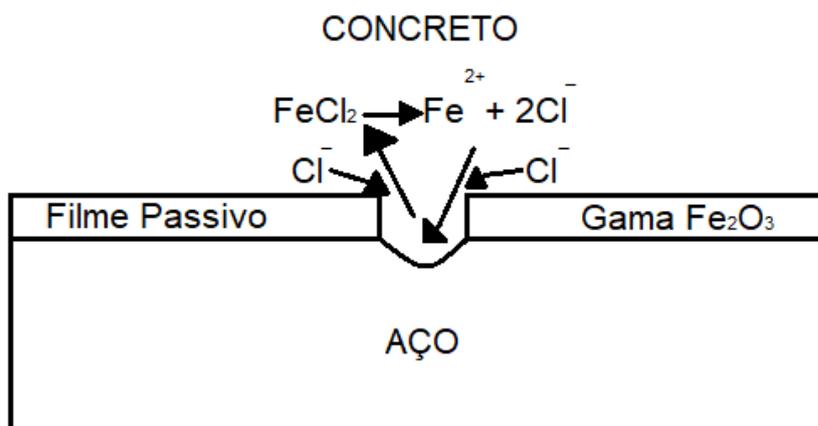
Figura 4 – Ataque em estrutura de concreto por penetração de cloretos



Fonte: Tecnosil, 20--.

Os cloretos podem quebrar a camada de proteção do aço, atuando como catalisadores da corrosão se houver concentração suficiente na superfície da barra de aço para quebrar a camada passiva. São responsáveis pela corrosão localizada, onde uma vez iniciada, pode ser de difícil recuperação. Na Figura 5 ilustra-se o processo de quebra do filme passivo pelo ataque de cloretos (John, 2003).

Figura 5 – Ataque dos cloretos



Fonte: Adaptada John, 2003.

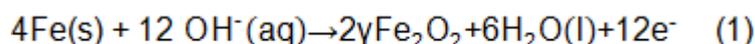
Segundo John (2003), a corrosão por carbonatação inicia-se pela interação do dióxido de carbono presente na atmosfera com os hidróxidos alcalinos ( $Ca(OH)_2$ ) do concreto. O dióxido de carbono, quando dissolvido na água, produz ácido carbônico que neutraliza os álcalis na água dos poros do concreto, formando o carbonato de cálcio. O hidróxido de cálcio está presente nos poros de concreto em quantidade maior do que poderia ser dissolvido para formar o carbonato de cálcio, mantendo o pH estável em 12 e 13. Porém, quando todo o hidróxido de cálcio reage, o carbonato de cálcio precipita e ocorre a redução do pH da solução contida nos poros do concreto em um nível que o aço pode corroer. Pelo Diagrama de Pourbaix, para um potencial de  $-0,6\text{ V}$ , o aço encontra-se na zona de corrosão, com o pH em torno de 9.

O processo de passivação do aço é uma proteção natural contra a corrosão, por isso a importância de se estudar a formação do filme passivo nas barras de aço em compósitos cimentícios com diferentes composições.

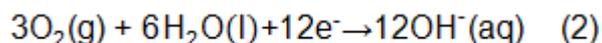
### 2.2.1 Passivação

O filme passivo é formado quando inicia o processo de corrosão, ou seja, o aço sem revestimento é exposto à água e ao oxigênio iniciando o processo de oxidação e formando uma camada fina e densa de óxidos e hidróxidos de ferro com algum conteúdo mineral. A camada é tão densa, após sua estabilização, que protege o aço, impedindo que a água e o oxigênio o atinjam e continue o processo de corrosão (John, 2003).

De acordo com Green (2020), o filme passivo é formado pela hidratação dos compostos de cimento, em que a água presente nos poros do concreto ao redor do aço é altamente alcalino, com um pH 12 a 13, fazendo, assim, com que o aço seja completamente coberto com um denso óxido de férrico gama ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), ou seja, o filme passivo, formado pela reação anódica (1):



Após a formação do filme, a reação continua na interface metal/óxido. Como resultado, os íons de hidroxila se difundem através do filme de óxido de ferro. Esse processo catódico é atribuído a reação (2):



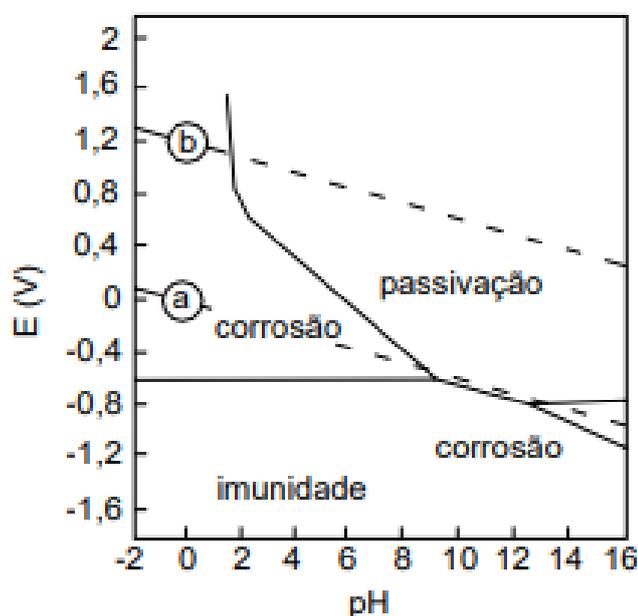
Esta reação catódica ocorre na superfície do filme passivo e requer que as moléculas de oxigênio penetrem no concreto para a superfície do filme, onde são reduzidos a íons hidroxila. O transporte iônico dos íons de hidroxila, resultantes da reação catódica, através do filme passivo para a interface filme/metal, juntamente com o transporte eletrônico até a interface filme/eletrólito, permite que se forme um circuito elétrico completo; nesse estado a corrosão ocorre, onde há a conversão de ferro em óxido de ferro (Green, 2020).

O Diagrama de Pourbaix, apresentado na Figura 6, indica as zonas prováveis de passivação, corrosão e imunidade do sistema ferro-água a 25°C. O diagrama fornece dados termodinâmicos em que a barra de aço pode estar passiva

ou não. As linhas “a” e “b” representam as reações eletroquímicas em equilíbrio, entre as linhas a água está estável, abaixo da linha “a” há hidrogênio e acima da linha “b”, oxigênio.

O aço geralmente se encontra em um potencial de 550 mV, em referência ao eletrodo de calomelano saturado e, pelo diagrama, em pH igual a 12, alcalinidade esperada para o concreto, estará presente na superfície da armadura um filme passivo. Com a diminuição do pH, o filme passivo deixa de ser estável, tornando a corrosão possível (Sousa, 2018).

Figura 6 - Diagrama de Pourbaix para o ferro a 25°C



Fonte: Adaptada Pourbaix (1974).

Koga *et al.* (2019) compararam a formação do filme passivo em solução de concreto com cimento belítico-sulfoaluminoso (pH = 12,9) e cimento Portland (pH = 13,2). Constataram uma passivação eficaz do aço, em ambas as soluções, em menos de 24 h de imersão, com evolução semelhante da interface aço/solução.

Mundra *et al.* (2017) identificam a formação do filme passivo em solução de concretos ativados por álcalis, por meio do potencial de circuito aberto vs. Ag/AgCl em torno de 0,30 V ( $\pm 15$ mV). A técnica de EIE foi realizada, baseando-se em um circuito equivalente de *Randles* e verificaram a formação de semicírculos no gráfico de Nyquist, indicando a passivação do aço. Obtiveram uma resistência a polarização ( $R_p$ ), pela EIE, entre 9,51 a 12,80 k $\Omega$ .cm<sup>2</sup>, que reduzia à medida que a alcalinidade

da solução aumentava. Os valores de capacitância variaram entre 76 e 80  $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ . Com a técnica de resistência à polarização linear, os valores de resistência à polarização apresentaram a mesma tendência que os obtidos pela EIE, porém com variação de 45,5 a 88,2  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ .

Yu *et al.* (2017) estudaram a passivação e corrosão do aço em solução de concretos com escória e afirmaram que a resistência à polarização ( $R_p$ ), obtida por meio da EIE, é um indicativo da velocidade de corrosão, no qual, quanto maior a  $R_p$ , mais lentamente o fenômeno irá ocorrer. A resistência à polarização variou de 192,8 a 413,2  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ .

Rezende (2019) avaliou a passivação do aço imerso em solução de poros de compósitos cimentícios com resíduos, em que o pH das soluções eram de, aproximadamente, 11.3. A autora obteve valores de potencial entre -225 mV a -625 mV, utilizando a técnica de potencial de circuito aberto vs. Hg/HgO. A autora também observou, por meio do gráfico de Nyquist, que os semicírculos ficavam menos fechados com o passar do tempo, aumentando, assim, a resistência à polarização e diminuindo a taxa de corrosão do aço. Com dois dias, de ensaio, foi obtida uma resistência à polarização ( $R_p$ ) de 58,3  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  para a solução referência e 72,7  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ , para a amostra com resíduo.

Vieira (2017) avaliou a passivação e despassivação do aço CA-50 em solução de poros de concreto com escória de aciaria modificada. O autor realizou ensaios de polarização, EIE e análises microestruturais, comprovando a formação da camada passiva em pH alcalino, entre 12 e 13. O aço estudado permaneceu passivo durante o ensaio de EIE (120 horas) com valores de impedância altos (40 a 75  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ ) e, quando adicionou 1,0% de NaCl nas soluções, o módulo de impedância diminuiu (45 a 15  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ ) com o decorrer do tempo de ensaio, característica esperada devido a agressividade do meio em que o aço estava inserido. O autor verificou que soluções somente de cimento possuem um processo de corrosão mais acelerado do que as soluções contendo escória de aciaria.

O estudo da passivação e da corrosão do aço pode ser realizado em compósitos cimentícios moldados, onde irá simular o meio em que se quer observar o comportamento do aço (meio alcalino para verificar a passivação e meio com ataques de cloretos, por exemplo, para verificar a corrosão do aço); outra forma de

se estudar o aço é em solução de poros de concreto que foi tratada no tópico a seguir.

### 2.2.2 Solução de poros

A solução de poros é uma forma mais rápida de obter dados de passivação e corrosão do aço do que quando inserido em compósitos cimentícios. É importante destacar que diferentes autores usam meios distintos para produção da solução.

Rezende (2022) observou, por meio de revisão bibliográfica, que os pesquisadores têm dificuldades para reproduzir fielmente a solução presente nos poros de concreto por meio da mistura de soluções e, por isso, ela utiliza o método de mistura dos materiais constituintes do concreto, que é uma das formas de obter a solução de poros de concreto. Apesar do segundo método ser eficiente na questão de simular o meio do concreto, não se obtém uma quantidade significativa de solução se utilizar o teor usual de água/aglomerante de concretos, então a autora utilizou uma relação de 3:10 (material seco: água).

Outra forma de se obter solução de poros simulada de concreto consiste na mistura de compostos químicos, presentes no concreto, em água deionizada, como faz Gunay *et al.* (2013) que misturando  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$  e  $\text{Ca}(\text{SO}_4)$  em água deionizada.

Em algumas pesquisas, também são realizadas misturas do pó do concreto em água deionizada, como fazem Wang *et al.* (2019). Os autores moldaram corpos de provas (CP) prismáticos e, na data de ensaio, o CP foi moído e misturado em água deionizada na proporção de 1:1; o material permaneceu em agitação por 5 minutos, para que pudesse ser feita a filtração e preparo da solução.

Jin *et al.* (2022) afirmam que o comportamento de passivação e corrosão da barra de aço imersa em solução dos poros é diferente do comportamento dela exposta ao concreto real. No entanto, a influência dos materiais e do ambiente na passivação e despassivação do aço, informações de tempo de passivação, espessura do filme passivo e despassivação podem ser obtidas rapidamente, usando a solução de poros simuladas.

### 2.2.3 Aço

O aço utilizado em estruturas de concreto é especificado pela NBR 7480:2022. Essa norma apresenta os requisitos mínimos para o aço usado e determina como inspecionar o material e seus critérios para definir o aço como adequado ou não para uso em estruturas de concreto armado (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2022). A NBR 6215:2011 define o aço como “liga ferrosa que apresenta teor de carbono igual ou inferior a 2 % em peso na sua forma combinada ou dissolvida e que pode conter elementos de liga adicionados ou residuais”. Dessa forma podemos classificá-lo como aço baixo teor de carbono (teor nominal de carbono entre 0,02% e 0,25%), aço médio carbono (teor nominal de carbono variando maior ou igual a 0,25% e menor que 0,60%) e aço alto teor de carbono (teor nominal de carbono maior ou igual a 0,60%). Os aços carbonos possuem níveis máximos de elementos de liga em sua composição e também de silício e manganês, os quais são apresentados na Tabela 3 (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2011).

Tabela 3 – Teores máximos dos elementos

<b>Elemento</b>	<b>Teor máximo (%)</b>
<b>Silício</b>	0,60
<b>Manganês</b>	1,65
<b>Cromo</b>	0,20
<b>Níquel</b>	0,25
<b>Molibdênio</b>	0,06
<b>Alumínio</b>	0,10
<b>Boro</b>	0,0007
<b>Cobre</b>	0,35

Fonte: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2011.

A NBR 7480:2022 classifica como barra de aço o material com diâmetro nominal de 6,3 mm ou superior e que obtidos somente por laminação a quente e sem deformação mecânica posterior e fios são classificados como o material com diâmetro nominal igual ou inferior a 10 mm obtidos por laminação a frio ou fio-máquina por trefilação. As barras de aço e os fios podem ser classificados de acordo com o valor característico da resistência de escoamento, como o CA-25 e CA-50, para barras, e o CA-60, para fios (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2022).

A Figura 7 apresenta os requisitos mecânicos de barras e fios de aço de acordo com a normativa.

Figura 7 - Requisitos mecânicos de barras e fios de aço destinados a armaduras para concreto

Categoria do aço	Valores mínimos de tração				Ensaio de dobramento <sup>g</sup>		Ensaio de aderência	
	Resistência característica de escoamento <sup>a</sup> $f_{yk}$ MPa <sup>e</sup>	Limite de resistência <sup>b</sup> $f_{st}$ MPa <sup>e</sup>	Alongamento após ruptura em 10 $\phi$ <sup>c</sup> A %	Alongamento total na força máxima <sup>d</sup> $A_{gt}$ %	Diâmetro do pino ou cutelo mm		Coeficiente de conformação superficial mínimo $\eta$	
					$\phi < 20$	$\phi \geq 20$	$\phi < 10$ mm	$\phi \geq 10$ mm
CA-25	250	1,20 $f_y$	18	-	2 $\phi$	4 $\phi$	1,0	1,0
CA-50	500	1,10 $f_y$	8	5	3 $\phi$	6 $\phi$	1,0	1,5
CA-60	600	1,05 $f_y^f$	5	-	5 $\phi$	-	1,0	1,5

<sup>a</sup> Valor característico do limite superior de escoamento  $f_{yk}$  obtido a partir do LE ou  $\delta_e$  da ABNT NBR ISSO 6892-1.  
<sup>b</sup> O mesmo que resistência convencional à ruptura ou resistência convencional à tração (LR ou  $\delta_t$  da ABNT NBR ISO 6892-1).  
<sup>c</sup>  $\phi$  é o diâmetro nominal, conforme 3.5.  
<sup>d</sup> O alongamento deve ser verificado por meio do critério de alongamento após ruptura (A) ou alongamento total na força máxima ( $A_{gt}$ ).  
<sup>e</sup> Para efeitos práticos de aplicação desta Norma, pode-se admitir 1 MPa = 0,1 kgf/mm<sup>2</sup>.  
<sup>f</sup>  $f_{st}$  mínimo de 660 MPa.  
<sup>g</sup> O ensaio de dobramento deve ser feito a 180° conforme a ABNT NBR 17005.

Fonte: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2022

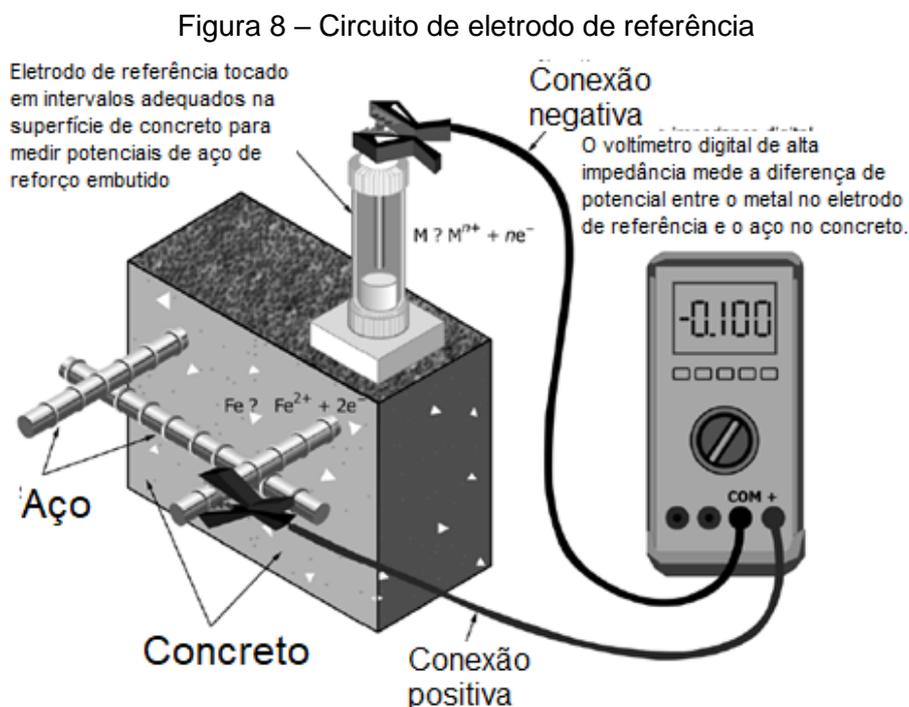
Os fios de aço, CA-60, são utilizados nos estribos da armadura e são os aços que estarão expostos inicialmente aos ataques de corrosão. O aço usado no concreto irá reagir com o meio químico do concreto se dará início ao processo de passivação e, quando despассивado, inicia a corrosão do aço, sendo necessário monitoramento desses fenômenos nas estruturas de concreto armado.

## 2.2.4 Técnicas Eletroquímicas de Avaliação da Passivação

Há várias técnicas eletroquímicas para avaliação da passivação. Uma das mais usadas na construção civil é a do Potencial de Circuito Aberto (PCA), por ser uma técnica simples e não destrutiva. Porém, é uma técnica qualitativa e pode ser complementada com outras, como por exemplo, a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE), Resistência de Polarização Linear (LP), espectroscopia de Mott-Schottky, Polarização Potenciostática.

### 2.2.4.1 Potencial de Circuito Aberto

O potencial de circuito aberto é um método de avaliação da estimativa de tensão elétrica do potencial de corrosão do aço em concreto. Para a sua verificação no concreto deve existir circuito elétrico, pois, a técnica é avaliação da corrente elétrica (em volts - V) em armaduras que se comportem como uma espécie de pilha eletroquímica. O circuito de eletrodo de referência para o ensaio está apresentado na Figura 8.



Fonte: Adaptado de *American Society for Testing and Materials*, 2015a.

A norma ainda recomenda que podem ser necessários outros dados, como, por exemplo, a profundidade de carbonatação e condições de exposições ambientais, para avaliar a atividade corrosiva do aço embutido no concreto e o seu efeito sobre a vida útil de uma estrutura.

A técnica de potencial de circuito aberto fornece o potencial de corrosão do aço e a possibilidade de ocorrer a corrosão, correlacionando o potencial (E) com eletrodos de referência (*American Society for Testing and Materials*, 2015a). A Tabela 4 apresenta a probabilidade de corrosão da armadura, tendo diversos eletrodos de referência.

Tabela 4 – Probabilidade de ocorrer corrosão da armadura em função do potencial.

Tipo de Eletrodo	Probabilidade de corrosão		
	< 10%	10 a 90%	> 90%
Eletrodo padrão (hidrogênio)	>0,118 V	0,118 V a -0,032 V	<-0,032 V
Cu/CuSO <sub>4</sub> , saturado (ASTM C876)	>-0,200 V	-0,200 V a -0,350 V	<-0,350 V
Calomelano saturado	>-0,124 V	-0,124 V a -0,274 V	<-0,274 V
Ag/AgCl/KCl (1 M)	>-0,104 V	-0,104 V a -0,254 V	<-0,254 V

Fonte: Ribeiro e Cunha (2018).

A simplicidade de execução da técnica a torna amplamente utilizada, tanto em laboratório quanto em campo, porém, como não apresenta dados quantitativos, outras técnicas são utilizadas, como as descritas a seguir.

#### 2.2.4.2 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica

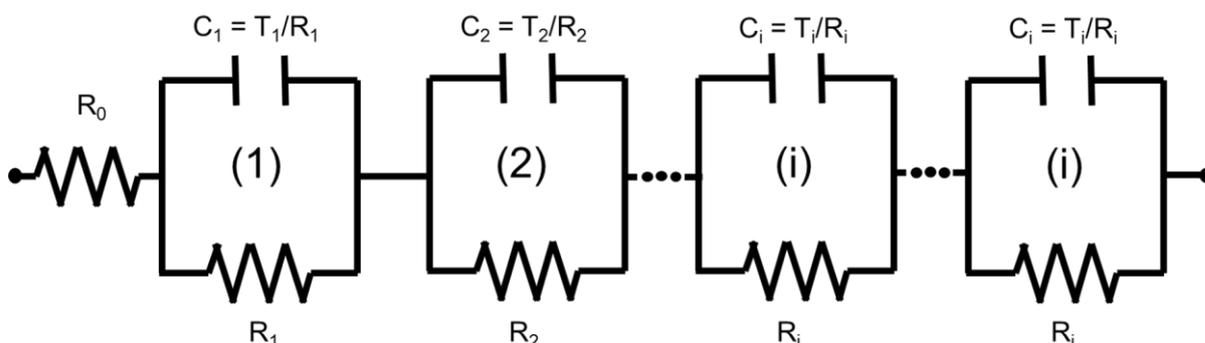
A Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) permite verificar a presença de filmes de superfície, corrosão interfacial e fenômenos de transferência de massa. É aplicada uma perturbação inicial no sistema eletroquímico e pode ser medida em função da frequência. Seu conceito básico é a combinação de elementos de circuitos elétricos passivos (resistência, capacitância e indutância) (Ribeiro; Souza; Abrantes, 2015).

A interpretação das medidas dessa técnica, normalmente, é feita pela correlação dos dados com um circuito elétrico equivalente. Para o desenvolvimento



$T_i$  – é a constante de tempo do  $i$ -ésimo elemento de Voigt (equivalente a  $R_i C_i$ ).

Figura 10 - Representação esquemática de um circuito equivalente de Voigt

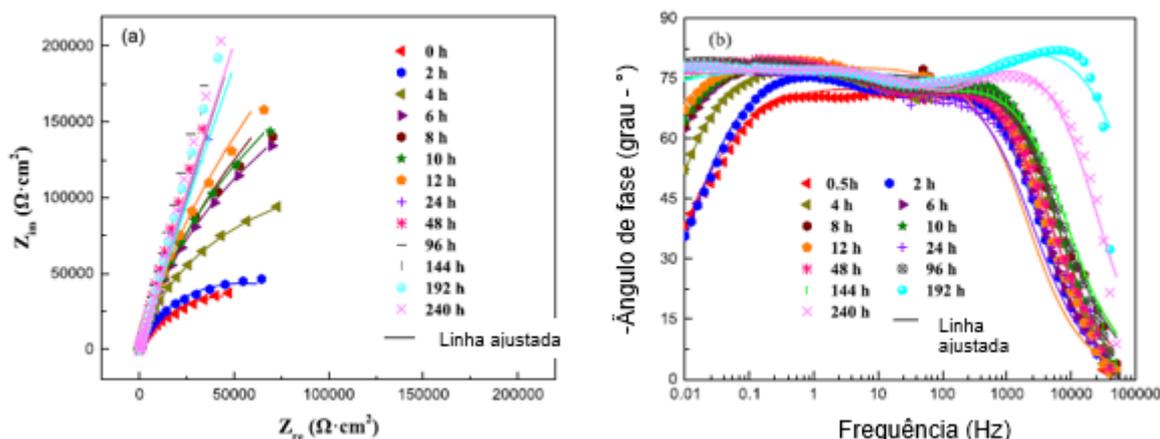


Fonte: Autora, 2024.

A vantagem de se utilizar o método de regressão, em vez de circuitos equivalentes, é que a capacitância efetiva será mais precisa para análise de filmes nanométricos, como o caso do filme passivo.

Segundo Ribeiro e Cunha (2018), os resultados obtidos por esta técnica podem ser apresentados em dois tipos de gráficos, Nyquist que relaciona a parte real (eixo X) com a imaginária (eixo Y), e o Diagrama de Bode que relaciona o módulo da impedância,  $|Z|$ , e o deslocamento de fase com a frequência, em escala logarítmica, Figura 11.

Figura 11 – Exemplos de gráfico de Nyquist e Bode, respectivamente.



Fonte: Adaptado de Jin *et al.*, (2022).

O gráfico de Nyquist apresenta um aumento gradual do arco com o passar do tempo, indicando que a barra de aço foi gradualmente passivada com o tempo; e

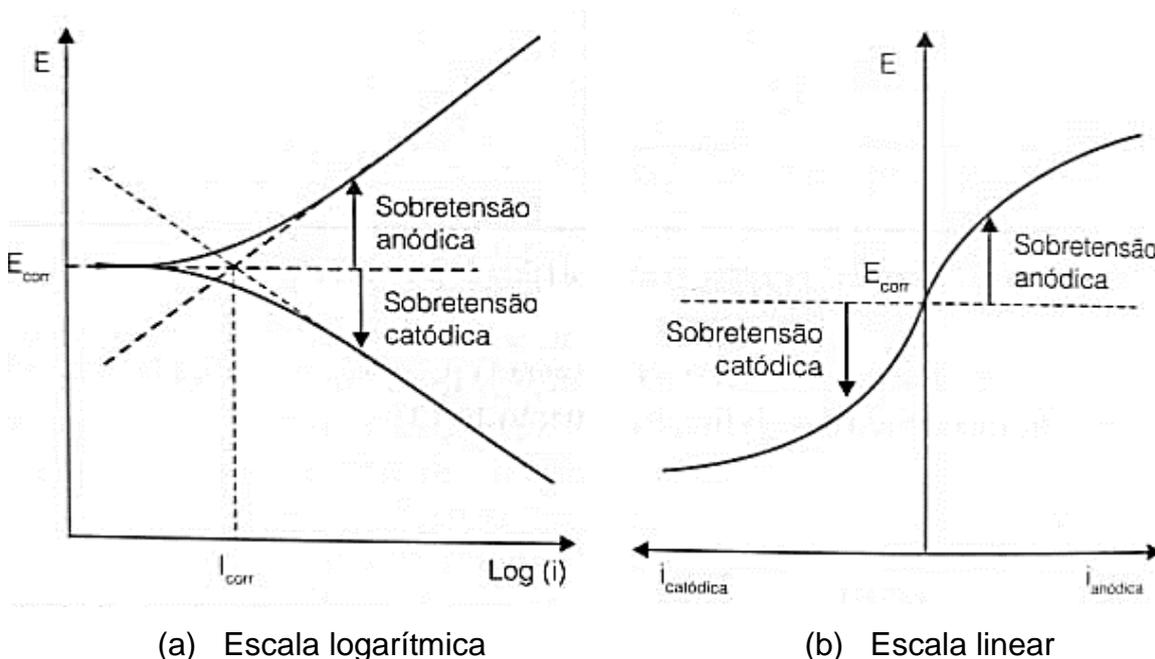
o Diagrama de Bode, em relação ao ângulo de fase, os ângulos maiores estão relacionados com arcos com maiores aberturas.

### 2.2.4.3 Resistência à polarização linear

A técnica de resistência à polarização linear permite avaliar a perda de massa da armadura em um determinado período, tornando-a a técnica mais usada para medir a velocidade de corrosão. À medida que se aplica um sobrepotencial em torno do potencial de equilíbrio a corrente elétrica do sistema é registrada. O método determina o potencial elétrico de corrosão do aço ( $E_{corr}$ ) em um instante e então, com esse valor, o aço é polarizado anódica e catodicamente a uma velocidade de polarização muito baixa, utilizando um eletrodo auxiliar (Ribeiro e Cunha, 2018).

A curva (Figura 12) é traçada em relação aos eixos de sobrepotencial (sobretensão) e corrente e apresenta um desenvolvimento linear, que é marcado pelas retas de Tafel anódica e catódica. O sobrepotencial ( $\eta$ ) é obtido pela diferença de potencial, potencial medido e PCA ( $E_{corr}$ ).

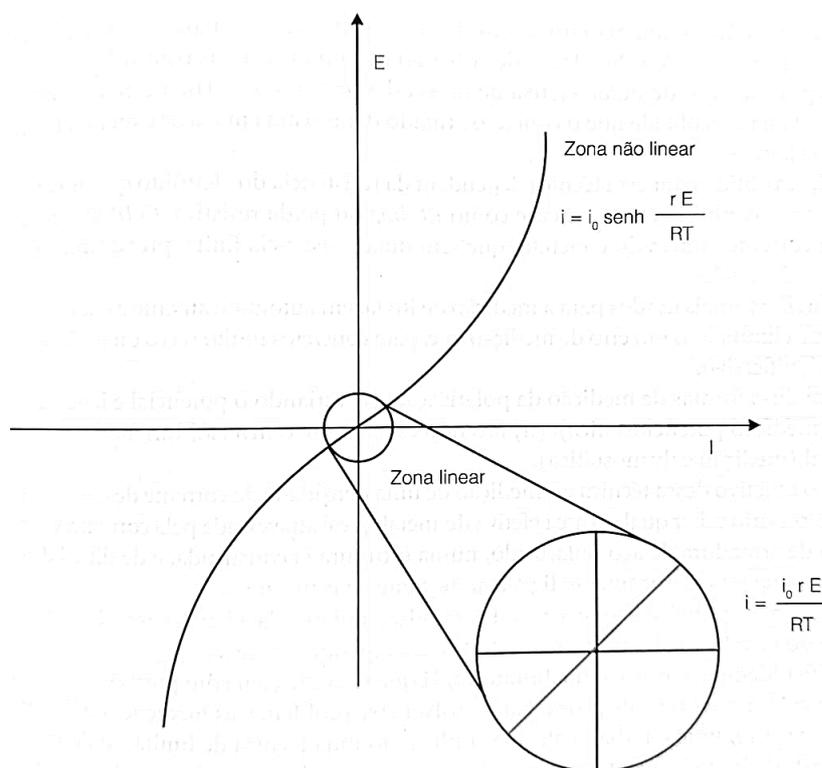
Figura 12 – Curvas de polarização potenciodinâmica



Fonte :Ribeiro e Cunha (2018).

A corrente de corrosão é obtida pela interseção das duas retas de Tafel (anódica e catódica), essa corrente instantânea pela área de aço polarizado resulta na densidade de corrente, que definirá a taxa de corrosão da armadura. Ribeiro e Cunha (2018) afirmam que na prática a variação de polarização é de  $\pm 10$  e  $\pm 20$  mV, sobre o potencial de circuito aberto, para a aferição da resistência linear de polarização em armadura inserida em concreto.

Figura 13 – Zona linear da curva de polarização.



Fonte :Ribeiro e Cunha (2018).

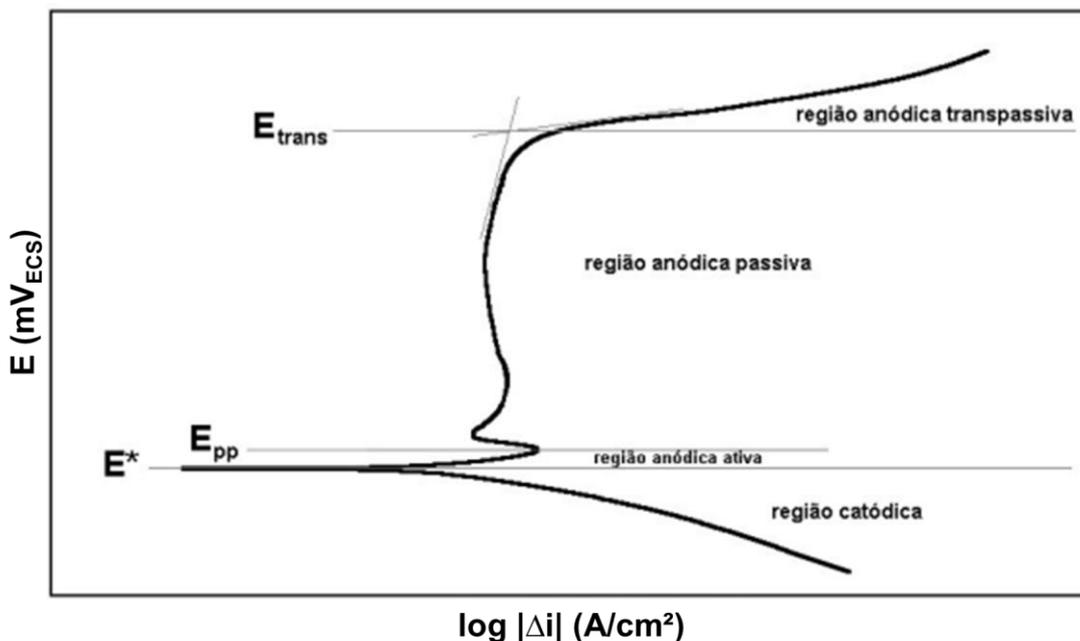
A resistência a polarização ( $R_p$ ) é dada pela zona linear da curva de polarização, apresentada na Figura 13, sendo verificada pela variação de potencial da zona linear sobre a corrente.

#### 2.2.4.4 Polarização Potenciodinâmica

Segundo Magnabosco (2001), a polarização potenciodinâmica é uma técnica de polarização onde o potencial do eletrodo possui uma alta variação, que pode iniciar a partir do potencial de circuito aberto ou em um potencial inferior, elevando a uma taxa de varredura constante. O autor demonstra um esquema de uma curva de

polarização de aço inoxidável (Figura 14), onde indica as regiões catódica (potenciais abaixo do potencial de corrosão) e anódica do metal e subdivide a anódica em ativa, passiva e transpassiva. O trecho anódico da curva inicia com a reversão da corrente no potencial de corrosão.

Figura 14 - Esquema de curva de polarização típica de aços inoxidáveis em meio ácido.  $E^*$ : potencial de corrosão.  $E_{pp}$ : potencial de início da passivação.  $E_{trans}$ : potencial de início da região anódica transpassiva.



Fonte: Magnabosco (2001).

Pode ocorrer corrosão em todo o trecho anódico da curva de polarização, na região ativa a densidade de corrente irá crescer com o aumento de potencial, o que caracteriza a corrosão do metal. Quando se atinge um valor de corrente máximo, haverá a formação de películas aderentes, reduzindo assim a densidade de corrente e dando início a região anódica passiva ( $E_{pp}$ ), que ocorre pela formação de película passiva (Magnabosco, 2001).

Segundo Ribeiro e Cunha (2018) a densidade de corrente, obtida por ensaios de polarização, pode ser relacionada com a expectativa de corrosão (Quadro 1).

Quadro 1 – Relação entre a expectativa de corrosão e  $i_{\text{cor}}$  medida

$i_{\text{corr}}$ ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )	Previsão de corrosão
< 0,2	Não é esperada corrosão
0,2 a < 1,0	Corrosão possível dentro de 10 a 15 anos
1,0 < a < 10,0	Corrosão expectável dentro de 2 a 10 anos
>10,0	Corrosão expectável dentro de 2 anos ou menos

Fonte: Ribeiro e Cunha (2018)

Pela relação apresentada no Quadro 1 e gráfico da Figura 14, nota-se que a região anódica passiva (onde o aço possui o filme passivo formado e estável) apresentaria densidade de corrente menor de  $0,2 \mu\text{A}/\text{cm}^2$  para aço carbono, utilizados na construção civil.

### 2.2.5 Estado da Arte do Estudo da Passivação do Aço em Solução de Poros de Concreto

Foi elaborada uma revisão bibliográfica sistemática a fim de conhecer o que já foi estudado sobre a passivação em solução de poros de concreto.

Como parte da revisão sistemática, foram escolhidas as bases de dados *Scopus* (A) e *Web of Science* (B). A busca nos bancos de dados abrangeu os anos de 2013 a 2024. Foram consideradas as publicações disponíveis até o momento da pesquisa (07/02/2024).

Para basear as buscas, foram definidas as seguintes *strings*: “*simulated pore solution*”; “*simulated pore solution*” AND *passivation*; “*simulated pore solution*” AND “*concrete OR mortar*”; “*simulated pore solution*” AND *passivation* AND “*concrete OR mortar*”; “*simulated pore solution*” AND *passivation* AND “*concrete OR mortar*” AND “*glass powder*”. O objetivo inicial da revisão era encontrar artigos que estudassem a passivação em solução de poros com o resíduo de vidro em sua composição, porém, após a busca, não se obteve nenhum resultado. Dessa forma, buscou-se as demais *strings*. Ao todo foram encontrados 448 artigos, sendo que após remoção de duplicados (306 artigos) e rejeitados (121 artigos), por não abordarem a passivação, foram selecionados 21 artigos. Os artigos rejeitados citavam a passivação no decorrer do trabalho, mas o estudo era somente sobre a corrosão do aço em soluções não alcalinas, sendo, assim, excluídos.

A Tabela 5 apresenta os resultados da busca por base de dados e *strings* utilizadas.

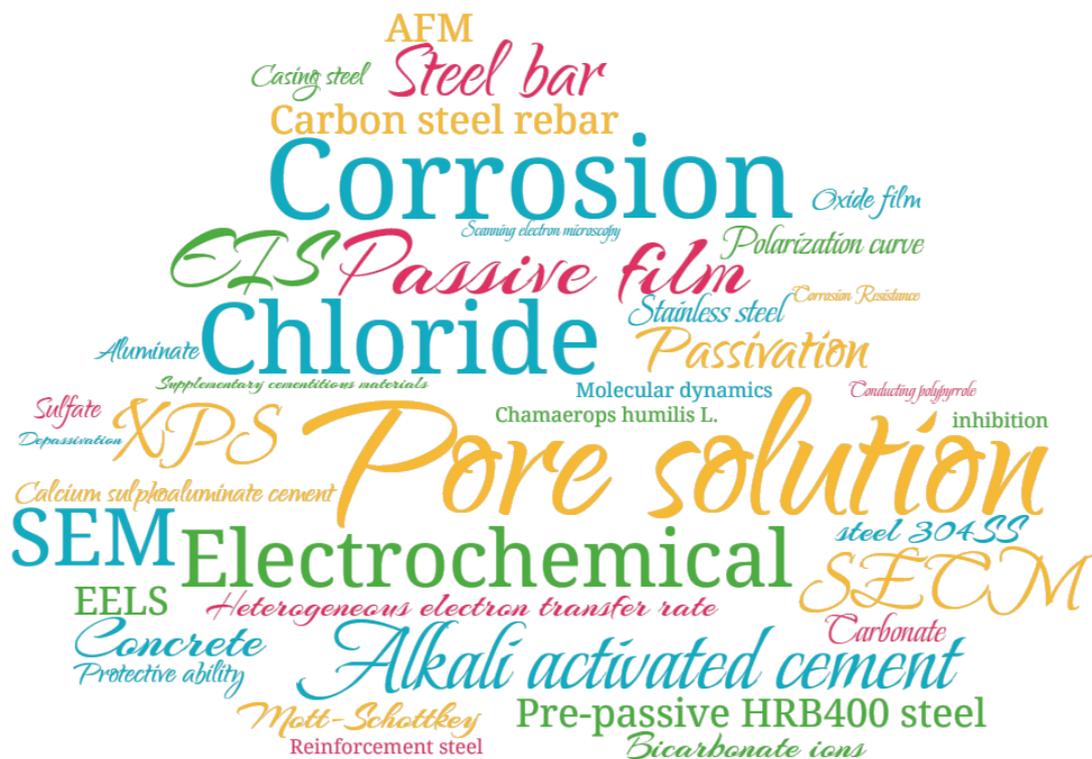
Tabela 5 – Resultados das *strings* de busca

<b>Strings</b>	A	B	Qtd.
<i>“simulated pore solution”</i>	139	79	218
<i>“simulated pore solution” AND passivation</i>	19	12	31
<i>“simulated pore solution” AND “concrete OR mortar”</i>	107	70	177
<i>“simulated pore solution” AND passivation AND “concrete OR mortar”</i>	13	9	22
<i>“simulated pore solution” AND passivation AND “concrete OR mortar” AND “glass powder”</i>	0	0	0
<b>TOTAL</b>	278	170	448

Fonte: Autora, 2023.

A nuvem de palavras da Figura 15 mostra que os principais temas dos trabalhos são corrosão, passivação, técnicas eletroquímicas utilizadas para estudá-las e o meio (solução de poros) em que se estuda tais características.

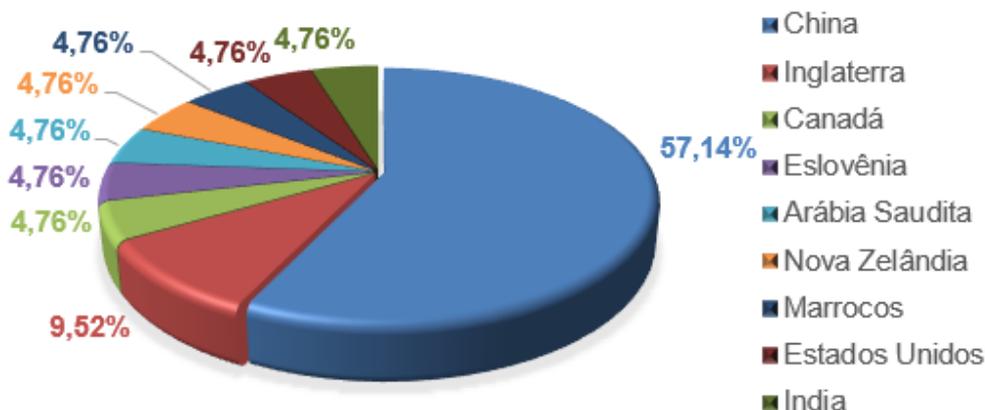
Figura 15 - Nuvem de palavras



Fonte: Autora, 2023.

Na Figura 16 pode-se observar quais os países que estudam sobre mais sobre o assunto. A China é o principal centro de estudo, com 12 dos 21 artigos elegíveis, apresentando 57,14% do todo, características esperadas pelo país ser um pólo de pesquisa sobre aço.

Figura 16 – Centros de pesquisas sobre passivação do aço em solução de poros de concreto



Fonte: Autora, 2023.

No Quadro 2 está apresentada uma sinopse com os artigos selecionados na revisão bibliográfica.

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto.

TÍTULO	AUTORES	Solução	Eletrodo	Ensaio realizado	Principais resultados
<i>*Analysis of Passive Film Formation on Surface of Ductile Cast Iron in Simulated Pore Solution of Cement Mortar</i>	Zuo, X.; Feng, Y.; Tang, Y.; Yin, G.	-	-	Espectroscopia de impedância eletroquímica e resistência de polarização	O limiar de despassivação do íon cloreto é linear com o valor de pH da solução, diminuindo com a diminuição do valor de pH.
<i>*Analysis on depassivation process and chloride ion threshold of passive film on surface of ductile iron in simulated pore solution</i>	Zuo, X.; Jiang, K.; Feng, Y.; Tang, Y.; Sun, X.	-	-	Espectroscopia de impedância eletroquímica, resistência à transferência de carga	A alcalinidade da solução é um fator principal que influencia a formação do filme de passivo, quando o valor de pH da solução é maior que 12,5, o filme passivo formado é estável e a formação tempo de filme passivo diminui com o aumento da alcalinidade da solução de poros; mas quando o valor de pH da solução é 11,5, o filme passivo não pode ser formado na superfície do ferro fundido dúctil.
<i>Characterization of atomic structure of oxide films on carbon steel in simulated concrete pore solutions using EELS</i>	Gunay, H. B.; Ghods, P.; Isgor, O. B.; Carpenter, G; J. C.; Wu, X.	Soluções obtidas a partir da mistura de compostos químicos. 2 soluções foram preparadas CH que consiste na mistura de $\text{Ca(OH)}_2$ em água deionizada e CP (pH 13,3) que é a mistura de $\text{Ca(OH)}_2$ , NaOH, KOH e $\text{Ca(SO}_4\text{)}$ em água deionizada	-	Espectroscopia de Perda de Energia Eletrônica (EELS); Microscopia eletrônica de transmissão de varredura de campo escuro anular (ADF-STEM)	A presença de cloretos na solução afeta principalmente a estrutura atômica do filme de óxido interno, que é considerado responsável pela passividade dos aços.

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto (*continuação*).

<i>Chloride-induced corrosion of steel rebars in simulated pore solutions of alkali-activated concretes</i>	Mundra, S.; Criado, M.; Bernal, S. A.; Provis, J. L.	Soluções obtidas a partir da mistura de compostos químicos. Adição de NaCl para avaliar o efeito de cloretos nas barras de aço	Ag/AgCl	Voltametria cíclica, potencial de circuito aberto, espectroscopia de impedância eletroquímica, resistência de polarização linear e polarização anódica.	O filme passivo é composto por uma camada densa interna rica em espécies de ferro (II) e a camada externa é rica em espécies de ferro (III), menos densas. As quantidades de espécies passivantes formadas na superfície da amostra de aço são diretamente proporcionais à alcalinidade da solução.
<i>Comprehensive properties of passive film formed in simulated pore solution of alkali-activated concrete</i>	Jin, Z.; Zhao, X.; Du, Y.; Yang, S.; Wang, D.; Zhao, T.; Bai, Y.	Soluções obtidas a partir da mistura de elementos químicos.	Calomelano	Espectroscopia de impedância eletroquímica, XPS	O tempo de formação, composição e espessura do filme passivo foram afetados pelos tipos de soluções de poros simulados.
<i>Corrosion behavior of 304SS in simulated pore solution of concrete for use in marine environment</i>	Miao, W.; Hu, W.; Gao, Z.; Kong, X.; Zhao, R.; Tang, J.	Mistura de compostos químicos	Calomelano	curvas de polarização, EIS, tecnologia de teste MS (Mott-Schottky)	A resistência à corrosão do filme passivo formado diminuirá com a diminuição do valor do pH e aumento da concentração de íons cloreto.
<i>Corrosion behaviour of AISI 204Cu and AISI 304 stainless steels in simulated pore solution</i>	Kocijan, A.	Composição das soluções: 9,17 gL <sup>-1</sup> NaOH, 31,4 gL <sup>-1</sup> KOH, 4,2g L <sup>-1</sup> Ca(OH) <sub>2</sub> e 0,96 gL <sup>-1</sup> CaSO <sub>4</sub> · 2H <sub>2</sub> O em temperatura ambiente e pH de 12,5 sem NaCl e com 3,5% em peso de NaCl.	Calomelano	Voltametria cíclica e potencial de circuito aberto; microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo e XPS	Os filmes passivos dos aços inoxidáveis AISI 204Cu e AISI 304 continham predominantemente óxidos de Cr, enquanto as espécies de Fe estavam marcadamente empobrecidas.
<i>*Deactivation and corrosion resistance of rebar in simulated pore solutions of alkali activated slag</i>	Yu, X.; Jiang, L.; Goa, H.; Yu, X.; Zhang, X.	-	-	Potencial de corrosão livre e gráficos de Mott-Schottky	A resistência à corrosão de filmes passivos é melhorada com o aumento da dosagem de NaOH.

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto (*continuação*).

<i>Effect of methanol extract of chamaerops humilis l. leaves (MECHLL) on the protection performance of oxide film formed on reinforcement steel surface in concrete simulated pore solution</i>	Left, D B Zertoubi, M Khoudali, S Benaissa, M Irhzo, A Azzi, M	As medidas foram realizadas em solução de NaOH 0,1M + KOH 0,5M, preparada com reagentes químicos e água destilada.	Ag/AgCl	Potencial de circuito aberto, medições Cronoamperometria, EIE, absorção isotérmica	Os autores utilizaram extrato de Chamaerops humilis L. como inibidor de corrosão e indicaram que há aumento da resistência a polarização, e as curvas de EIE mostram uma tendência a passivação com o passar do tempo
<i>Effect of Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> content on passivation and corrosion behaviour of steel in a simulated pore solution of Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>-activated slag</i>	Yu, X.; Jiang, L.; Goa, H.; Yu, X.; Zhang, X.	Mistura de escória (1 kg) em água deionizada (2 litros) contendo 2%, 4%, 6%, 8% ou 10% de Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> (Na em 20% de massa de escória), solução foi agitada por 15 minutos e armazenada por 28 dias em solução ambiente. Após 28 dias o conteúdo armazenado virou uma parte sólida e uma líquida, sólido foi triturado e adicionado ao líquido que ficou no recipiente e agitado por 15 minutos. Após esse procedimento a solução foi filtrada.	Calomelano	Espectroscopia de Impedância Eletroquímica	Quando a alcalinidade da solução de poros simulada é alta (pH > 13), o filme passivo torna-se instável devido à geração de ferrato solúvel (FeO <sub>2</sub> <sup>4-</sup> ).
<i>Effect of simulated pore solution on passivation characteristic of P110 steel</i>	Peng, Y.; Liu, L.; Wang, S.; Lin, Y.; Sun, Y.; Xia, R.	Foram usadas duas soluções, uma era composto de 0,19 M de NaOH e 0,02 M de Ca(OH) <sub>2</sub> e a outra era o filtrado de cimento (CF), onde se tinha uma pasta com relação água/cimento de 0,44 ela era colocada no espessador para pré-fabricação por 20 min e com um aparato de perda de fluido se obtinha a solução.	Ag/AgCl	Polarização potenciodinâmica, Testes de Mott-Schottky, Espectroscopia de Impedância Eletroquímica, XPS e MEV	Comparando o filme passivo em estado estacionário nas duas soluções, o filme passivo na solução CF teve uma resistência de filme maior e a camada de filme foi mais estável, ao mesmo tempo o filme passivo demorou mais tempo para se estabilizar nessa solução.

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto (*continuação*).

<i>Effect of supplementary cementitious materials (binder type) on the pore solution chemistry and the corrosion of steel in alkaline environments</i>	Scott, A.; Alexander, M. G.	Cimento Portland, escória granulada moída de alto-forno em taxas de substituição de 25%, 50% e 70%, cinza volante com até 30% de sílica ativa condensada a 7% e uma mistura ternária foram fundidas em garrafas plásticas seláveis de 145 ml e giradas por 24 h para evitar a separação da água e do aglutinante. Uma relação a/c constante de 0,58 foi usada para todas as amostras de pasta.	Calomelano	Potencial de circuito aberto	Uma concentração suficientemente alta de íons hidroxila é essencial para estabelecer a camada passiva ao redor do aço de reforço e manter sua proteção na presença de íons cloreto.
<i>Electrochemical Investigation of Chloride Ion-Induced Breakdown of Passive Film on P110 Casing Steel Surface in Simulated Pore Solution: Behavior and Critical Value Determination</i>	Peng, Ye Lin, Yuanhua Xia, Ruochen Dai, Zhixiang Zhang, Wenyan Liu, Wanying	Misturando reagentes de grau analítico com água destilada para obter uma solução contendo 0,19 M de NaOH e 0,02 M de Ca(OH) <sub>2</sub>	Ag/AgCl	EIE, Mott-Schottky, XPS	Houve a formação do filme passivo no aço, e com a inserção de 0,16 mol/L de íons cloreto na solução houve a destruição do filme.
<i>Electrochemical Investigations on Semi-conducting Properties of a Passive Film on Conducting Polypyrrole Coated Low Carbon Steel in a Simulated Concrete Pore Solution</i>	Munot, H.; Deshpande, P.; Modhera, C.	Solução obtida através da mistura de compostos químicos (NaOH, KOH, Ca(OH) <sub>2</sub> , e CaSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O)	Calomelano	Teste Mott-Schottky	A inclinação M-S indica que o filme passivo em aço de baixo carbono não revestido exibiu um comportamento semicondutor do tipo n e que o revestimento de polipirrol exibiu um comportamento do tipo p-n.
<i>Electrochemical performance of low-alloy steel and low-carbon steel immersed in the simulated pore solutions of alkali-activated slag/steel slag pastes in the presence of chlorides</i>	You, N.; Shi, J.; Zhang, Y.	As soluções simuladas dos poros foram preparadas com base na análise química das soluções extraídas dos poros após 14 dias de cura. Foram usados os compostos químicos: NaOH, NaAlO <sub>2</sub> , Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> , Na <sub>2</sub> S, KOH e Ca(OH) <sub>2</sub>	Calomelano	Potencial de circuito aberto, Resistência a polarização, Espectroscopia de Impedância Eletroquímica e XPS	Alta dosagem de GGBS em pastas de escória/escória de aço com ativação alcalina aumenta o teor de HS. A adsorção competitiva de [OH] e [HS] é benéfica para a formação de FeO,877S e FeS <sub>2</sub> que inibem a passivação de reforços de aço.

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto (*continuação*).

<p><i>*Influence of sulfide on the onset of chloride-induced corrosion of steel reinforcement in alkali-activated slags</i></p>	<p>Criado, M.; Mundra, S.; Bernal, S. A.; Provis, J. L.</p>	<p>-</p>	<p>-</p>	<p>XPS e espectroscopia Raman</p>	<p>-</p>
<p><i>Pore solution chemistry of calcium sulfoaluminate cement and its effects on steel passivation</i></p>	<p>Wang, L.; Zhan, S.; Tang, X.; Xu, Q.; Qian, K.</p>	<p>Para determinar a solução dos poros no estágio inicial, a fase líquida de pastas frescas foi obtida diretamente pela centrifugação da pasta após 5 minutos de mistura. E para demais idades foram moldados CP's prismáticos de (4x4x16)cm com relação água/cimento de 0,5 e armazenados até o dia do ensaio em ambiente controlado. Na data de ensaio o CP's é moído e misturado com água deionizada na proporção em massa de 1:1. Após agitação por 5 min, a solução foi processada usando uma máquina centrífuga para adquirir a solução de lixiviação.</p>	<p>Calomelano</p>	<p>Potencial de corrosão e espectroscopia Raman</p>	<p>Os resultados da evolução do potencial de corrosão destacam a importância da alcalinidade na passivação. O SO 42- pode causar despassivação quando não há hidroxila suficiente, mas o Al(OH) 4- é capaz de manter a alcalinidade do sistema, aumentando a estabilidade do filme passivo.</p>
<p><i>Role of scoria natural pozzolan in the passive film development for steel rebars in chloride-contaminated concrete environment</i></p>	<p>Rizwan Hussain, R.; Alhozaimy, A. M.; Al-Negheimish, A.</p>	<p>A solução de poros foi preparada pela dissolução de 0,55 M KOH b.16 M NaOH e 0,017 M Ca(OH), em água destilada. A solução foi então agitada por 2 h usando um agitador magnético.</p>	<p>-</p>	<p>Espectroscopia Raman e XRD</p>	<p>A adição de escória e cinzas volantes as soluções apresentam um filme passivo mais forte em relação a solução controle. O filme passivo é deteriorado com a adição de cloretos nas soluções.</p>

Quadro 2 - Sinopse das pesquisas relacionadas a passivação em solução de poros de concreto (*continuação*).

<i>'Study of the passivation of carbon steel in simulated concrete pore solution using scanning electrochemical microscope (SECM)</i>	Torbati-Sarraf, H.; Poursaee, A.	Mistura de compostos químicos: NaOH, KOH, Ca(OH) <sub>2</sub> , CaSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O, KCl e K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>	Ag/AgCl	Microscopia Eletroquímica de Varredura (SECM)	Valores decrescentes da taxa de transferência de elétrons ao longo do período de passivação indicam formação e aumento da resistência da camada passiva formada na superfície do aço em meio alcalino na solução dos poros do concreto.
<i>The influence of plastic deformation on the structure of passive films on carbon steel in simulated pore solution</i>	Feng, X.; Lu, X., Zuo, Y.; Chen, D.	Para obter a solução misturou-se 500g de cimento Portland a 1 l de água deionizada e misturou-se por 15 minutos, após manteu a solução em repouso por mais 15 minutos e finalizou com a filtragem da mesma.	Calomelano	Polarização anódica, potencial de circuito aberto, análises de Mott-Schottky	A estabilidade dos filmes passivos nas amostras deformadas diminui com o aumento da deformação plástica.
<i>The roles carbonate and bicarbonate ions play on pre-passive HRB400 rebars in simulated pore solutions of deteriorating concrete</i>	Shang, B.; Ma, Y.; Meng, M.; Li, Y.	Mistura de compostos químicos saturados	Calomelano	Potencial de circuito aberto, Curvas de Polarização, Espectroscopia de Impedância Eletroquímica, Teste de Mott-Schottky e XPS	Com concentrações mais altas de íons carbonato e bicarbonato, bem como um valor de pH mais alto nas soluções dos poros do concreto, a despassivação dos vergalhões HRB400 causada pela entrada de cloreto pode ser retardada. Antes da despassivação dos vergalhões HRB400, o cloreto não tem efeito significativo nas propriedades do filme passivo, mas os íons de carbonato e bicarbonato podem reduzir a resistência do filme passivo, resultando em um filme passivo mais espesso

\*Artigos completos não disponíveis através da plataforma CAPES, informações retiradas do resumo.

Fonte: Autora, 2023.

O preparo das soluções foi realizado de várias formas, sendo basicamente a mistura de compostos químicos como fazem os pesquisadores: Gunay *et al.* (2013), Kocijan (2013), Left *et al.* (2013), Miao *et al.* (2016), Mundra *et al.* (2017), Peng *et al.* (2018), Shang *et al.* (2018), Torbati-Sarraf e Poursaee (2018), Munot; Deshpandea; Deligeorgiev (2019), Jin *et al.* (2022), Rizwan Hussain; Alhozaimy; Al-Negheimish (2022), You; Shi; Zhang (2022) e Peng *et al.* (2024); a mistura dos materiais e a filtragem logo após o preparo, como fazem Feng *et al.* (2014), Scott e Alexander (2016) e Peng *et al.* (2018) ou ainda moendo o material endurecido e misturando o pó com água deionizada, assim como relatam Yu *et al.* (2017) e Wang *et al.* (2019).

Como se pode observar, a maioria dos trabalhos utilizam o eletrodo de calomelano para realizar os ensaios eletroquímicos e as pesquisas de Peng *et al.* (2024) Peng *et al.* (2018), Torbati-Sarraf e Poursaee (2018), Mundra *et al.* (2017) e Left *et al.* (2013) utilizaram o eletrodo de Prata/Cloreto de Prata (Ag/AgCl). Ambos os eletrodos utilizados apresentam cloreto na sua composição química, sendo necessário acompanhamento da solução para não ocorrer alteração do meio pelo contato com o eletrodo de referência.

O principal contra eletrodo utilizado foi o de platina, em 11 pesquisas, Rizwan Hussain; Alhozaimy; Al-Negheimish (2022) e Kocijan (2013) utilizaram contra eletrodo de grafite e Mundra *et al.* (2017) utilizaram o de aço inoxidável.

O potencial de circuito aberto foi estudado por Left *et al.* (2013), Mundra *et al.* (2017), Kocijan (2013), Scott e Alexander (2016), You; Shi; Zhang (2022), Feng *et al.* (2014) e Shang *et al.* (2018). Em geral, os autores obtiveram potenciais em torno de -0,15 V a -0,45 V, com exceção de You; Shi; Zhang (2022) que aferiram potencial de -0,80 a -0,55 V e após 10 dias inseriram cloretos na solução, diminuindo assim o potencial.

A espectroscopia de impedância eletroquímica foi estudada por Shang *et al.* (2018), You; Shi; Zhang (2022), Peng *et al.* (2018), Yu *et al.* (2017), Mundra *et al.* (2017) e Zuo, *et al.* (2017). Nos trabalhos foi utilizado o circuito equivalente de Randles para estudo da técnica de EIE, em geral observou-se a tendência de formação do semicírculo e que com o tempo o filme passivo tende a ficar mais estável (característica devido ao aumento de  $R_p$ ).

Uma técnica muito utilizada foi a dos testes de Mott-Schottky, em trabalhos de Miao *et al.* (2016), Peng *et al.* (2018) e Munot; Deshpandea; Deligeorgiev (2019),

no estudo da passivação. Os autores obtiveram curvas de inclinação positivas, e relacionaram com um semicondutor do tipo n, concluindo que a formação do filme passivo é óxido de ferro e hidrato de ferro.

A técnica de espectrômetro de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS) também é muito utilizada, pois ela permite que os autores caracterizem o filme passivo. Nos trabalhos que utilizaram a técnica, constatou-se a formação de  $\text{Fe(OH)}_2$ ,  $\text{FeOOH}$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Mesmos com os diferentes métodos de preparos para os ensaios, os trabalhos constatam, de maneira geral, que a alcalinidade do meio é um fator decisivo para a formação e estabilidade do filme passivo. Dessa maneira, no capítulo seguinte serão apresentados todos os métodos de preparo das soluções e as técnicas eletroquímicas utilizadas nesse trabalho.

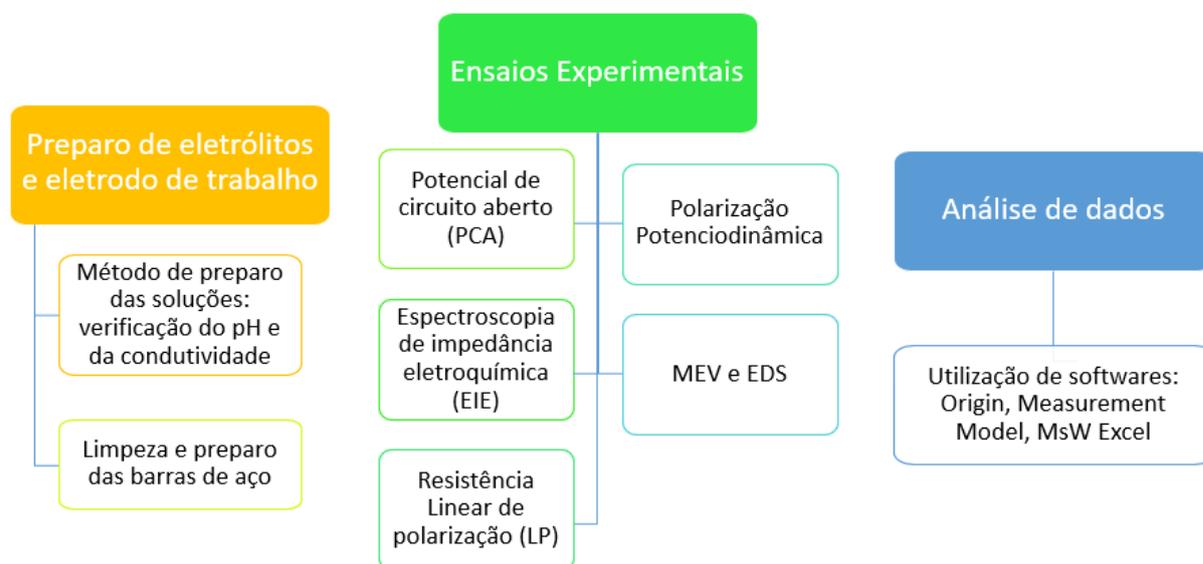
### 3 MÉTODO DE PESQUISA

Neste capítulo será descrito o desenvolvimento da pesquisa, com o intuito de analisar a passivação de aço em solução de poros simuladas de compósitos de ultra alto desempenho com incorporação do pó de vidro.

A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Materiais e Componentes da UFSCar, com auxílio do Laboratório de Eletroquímica Aplicada no CCDM do Departamento de Engenharia de Materiais da instituição.

Para atingir os objetivos propostos, o delineamento da pesquisa é composto pelas seguintes etapas, apresentadas no fluxograma da Figura 17.

Figura 17 – Fluxograma das etapas de procedimentos metodológicos

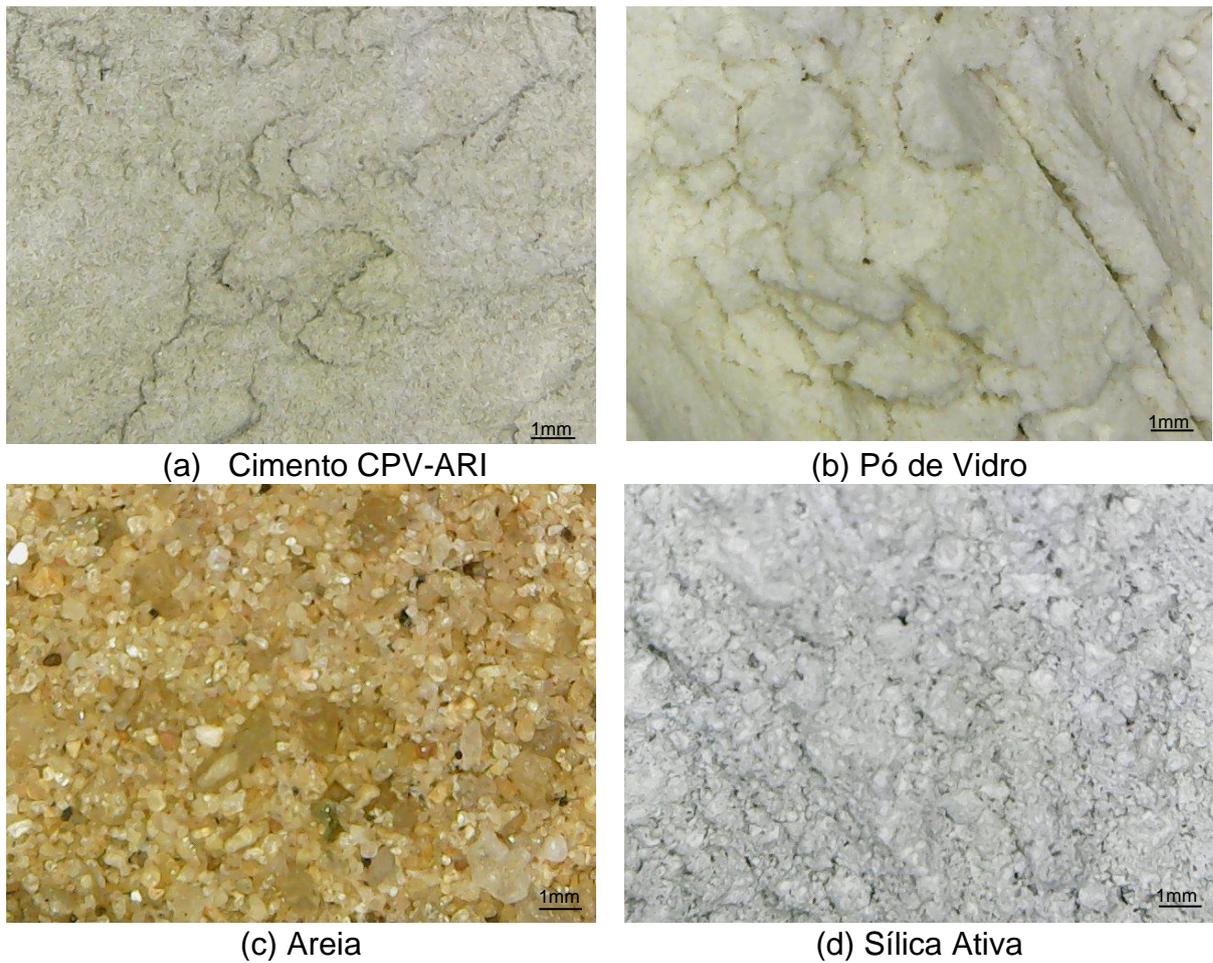


Fonte: Autora, 2024.

#### 3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Os materiais utilizados na pesquisa foram caracterizados por Soares (2021), sendo eles: CPV-ARI (Figura 18.a), sílica ativa (Figura 18.d), areia (Figura 18.c), pó de vidro (Figura 18.b) passante na peneira #200, água e barra de aço CA-60 ( $\varnothing = 5$  mm).

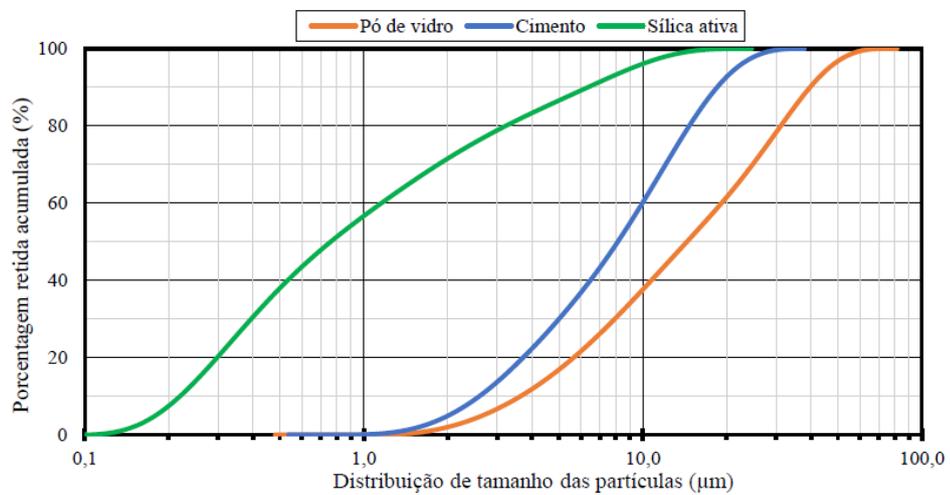
Figura 18 - Materiais utilizados.



Fonte: Autora, 2023.

A Figura 19 apresenta as curvas de distribuição granulométrica dos aglomerantes utilizados na pesquisa (cimento, pó de vidro e sílica ativa).

Figura 19 - Curvas de distribuição granulométrica dos aglomerantes.



Fonte: Soares, 2021.

A Tabela 6 apresenta um resumo das principais características dos materiais constituintes na solução de poros e, no Anexo A, mais detalhes dos materiais e a composição química do aço utilizado são apresentados. Todos os ensaios de caracterização foram realizados outros pesquisadores do grupo de pesquisa.

Tabela 6 – Síntese das principais características dos materiais

	<b>Cimento</b>	<b>Pó de vidro</b>	<b>Sílica Ativa</b>	<b>Areia</b>
d <sub>50</sub> (mediana) µm	8	14	0,8	-
Massa específica g/cm <sup>3</sup>	3,16	2,55	2,25	2,56

Fonte: Soares, 2021.

Soares (2021) estudou substituições de 10%, 20%, 30% e 50% de cimento por pó de vidro, os compósitos com 30% e 50% de substituição apresentaram diferenças significativas com o traço referência, já os compósitos com 10% e 20% se mostraram equivalentes à referência. O teor de substituição de 20% foi considerado como ótimo, em relação às características mecânicas e ensaios de durabilidade, por conter o maior teor de substituição e apresentar características similares, estatisticamente, à referência, produzindo, assim, um compósito mais sustentável. Sendo assim, o teor de 20% de substituição do cimento pelo pó de vidro foi adotado nesta pesquisa.

### 3.2 SOLUÇÃO DE POROS

Foram estudadas as soluções com substituição de cimento por pó de vidro na sua composição em teores de 0% e 20%. Os traços estudados por Soares (2021) possuem na sua composição a adição de sílica ativa, material necessário para a confecção de um compósito de ultra alto desempenho, e, a fim de estudar o comportamento exclusivo do pó de vidro, foram estudadas também soluções com e sem a adição de sílica ativa. O Quadro 3 descreve a nomenclatura das soluções.

Quadro 3 - Nomenclatura das soluções estudadas

NOMENCLATURA	CONSTITUINTES
REF	Solução referência com substituição de 0% de pó de vidro.
REF-S	Solução referência com substituição de 0% de pó de vidro e adição de 8% de sílica ativa.
VD20	Solução com substituição de 20% de pó de vidro (em volume).
VD20-S	Solução com substituição de 20% de pó de vidro (em volume) e adição de 8% de sílica ativa.

Fonte: Autora, 2023.

As soluções de poros foram preparadas por meio da mistura dos materiais sólidos em água, com auxílio de um agitador eletromagnético. Esse método de preparo da solução proporciona que ela seja mais fidedigna ao compósito com pouca idade (sem ataques de agentes agressivos). Pacewska *et al.* (2002) apontam que uma proporção ideal de sólidos/água na solução é de 3/10, sendo essa a proporção adotada no trabalho. Rezende (2022) aponta que preparar mais que 250 ml de solução dificulta o seu preparo. Após o uso do agitador, observou-se que quando se mistura quantidades superiores a 250 ml de água com material seco, há um acúmulo do material no fundo do béquer e a barra de agitação não possui força suficiente para colocar as partículas em dispersão.

Dessa forma, todas as soluções foram preparadas com 250 ml de água, sendo a composição das soluções apresentadas na Tabela 7.

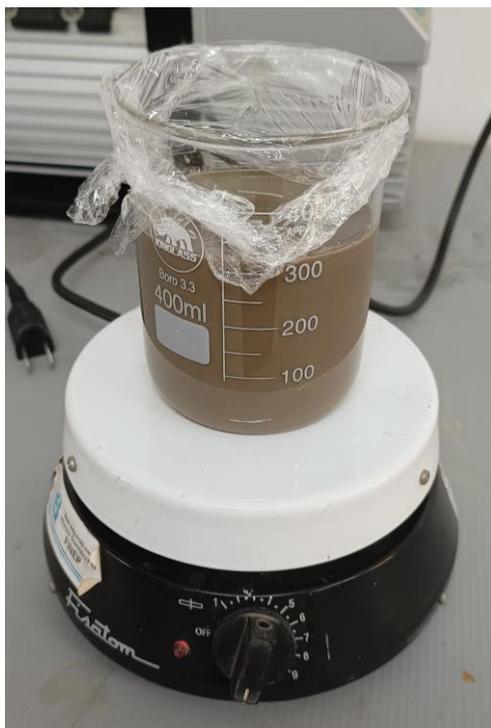
Tabela 7 - Consumo de material em gramas por solução

Solução	Cimento	Sílica Ativa	Pó de vidro	Areia
REF	36,16	0	0	38,84
REF-S	36,16	2,89	0	38,84
VD20	28,93	0	1,45	38,84
VD20-S	28,93	2,89	1,45	38,84

Fonte: Autora, 2023.

As soluções foram misturadas com um agitador eletromagnético da Fisatom (Figura 20) de 30W por 3 horas. Esse tempo foi definido após testes, onde foi observado que o pH das soluções não apresentavam mudanças significativas.

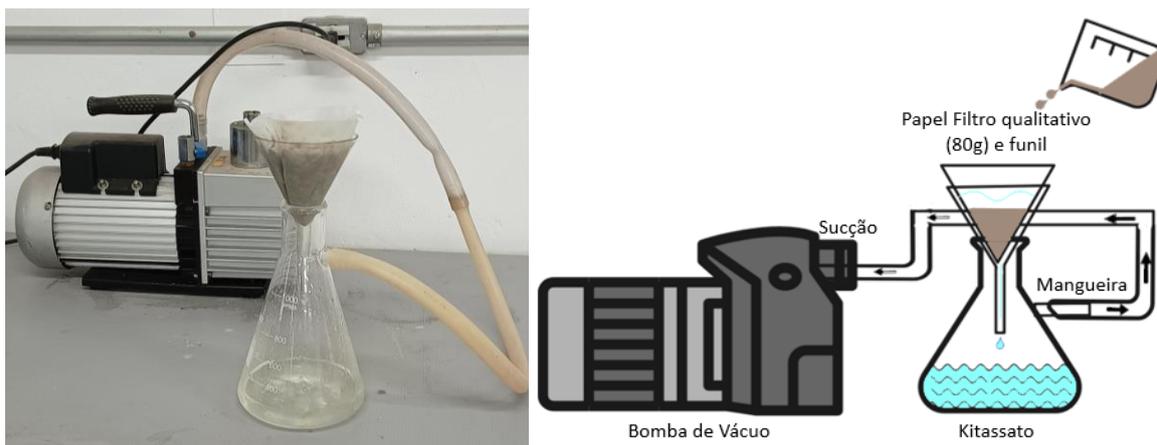
Figura 20 – Solução de poros de concreto simulada durante agitação eletromagnética.



Fonte: Autora, 2023.

Em seguida a solução foi filtrada a vácuo (Figura 21) e foi medido o seu pH e condutividade, além de se medir o pH da solução antes e após o uso da solução para confirmar se houve mudanças no pH.

Figura 21 - Filtragem a vácuo da solução de poros de concreto simulada.



Fonte: Autora, 2023.

Figura 22 - Medição de pH e de condutividade de solução de poros simulada.



(a) pH



(b) condutividade

Fonte: Autora, 2023.

O pH das soluções foi medido com o pHmetro digital da Gehaka modelo PG1800 e a condutividade com o condutímetro digital portátil tipo caneta da Instrutherm modelo CD-880.

### 3.3 LIMPEZA E PREPARAÇÃO DAS BARRAS DE AÇO

As barras de aço foram previamente preparadas de acordo com a norma norte americana G1-03 (*American Society for Testing And Materials*, 2017). Para realização dos ensaios foram preparadas duas soluções para cada variação (REF, REF-S, VD20, VD20-S) com 1 barra de aço em cada.

As barras de aço utilizadas são as comumente usadas em estribos (CA-60 de 5 mm) com 100 mm de comprimento. Após o corte das barras, foi feita a limpeza (Figura 23), onde se inicia esfregando-as com uma bucha, em seguida imergindo-as em acetona por 5 minutos. Após esse tempo, a secagem foi realizada e as barras imersas em solução de 1:1 de ácido clorídrico (HCl) com 3,5 g/L de hexametilenotetramina (inibidor de corrosão) durante 10 minutos. A cada 2 minutos agitou-se a solução. Por fim, foi feita a retirada das barras dessa solução e a imersão em acetona por mais 2 minutos, realizando-se a secagem das mesmas.

Figura 23 - Procedimento de limpeza das barras de aço.



Limpeza com bucha

Imersão em acetona  
por 5 minutos.

Secagem da barra.

Imersão em solução  
de HCL (1:1) e  
hexametilenotetramin  
a (1% em volume  
total).Agitação a cada 2  
minutos durante 10  
minutos.Imersão em  
acetona por 2  
minutos.Secagem da  
barra.

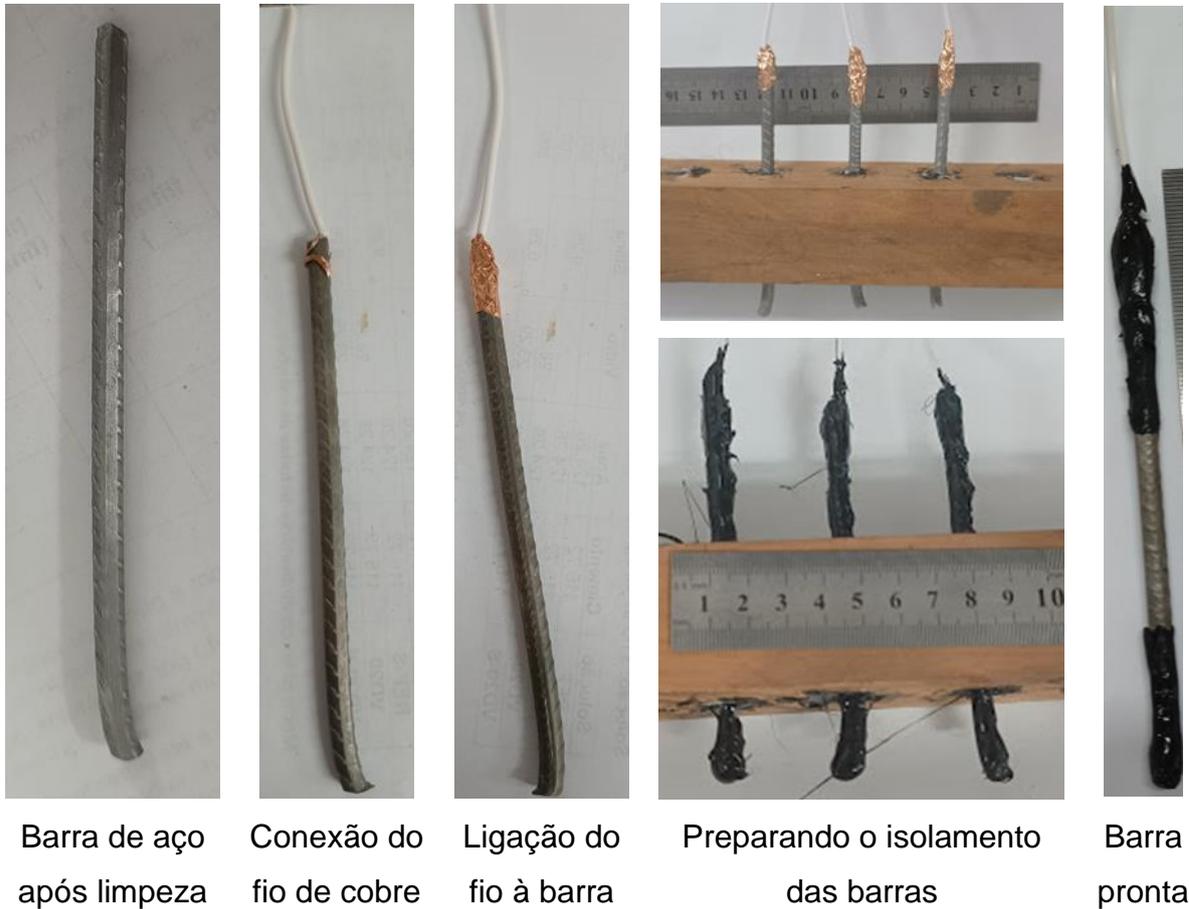
Fonte: Autora, 2023.

A barra de aço é o eletrodo de trabalho para realização das leituras eletroquímicas, em que seu preparo deve conter a conexão de um fio de cobre, possibilitando a aplicação das técnicas eletroquímicas. O isolamento das extremidades deve ser realizado, para que a passivação ocorra em uma área controlada, de forma que apenas 40 mm da barra fiquem expostos à solução. A área de exposição foi de 6,28 cm<sup>2</sup>.

Inicialmente retirou-se o revestimento de proteção do fio de cobre e posicionou-o na barra, simplesmente enrolando os fios nela; em seguida, para garantir o contato dos metais, foi utilizada uma fita adesiva de cobre para envolver os fios e a barra de aço. Após o contato garantido, revestiu-se 50 mm da barra com

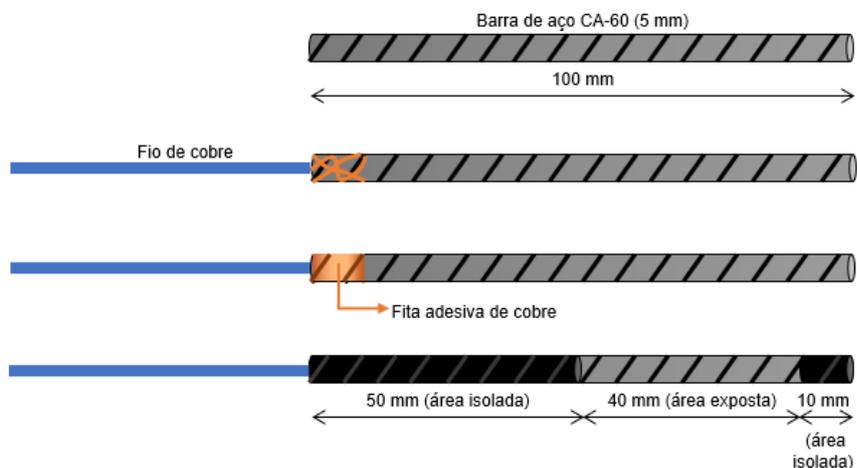
fita isolante líquida em uma extremidade e 10 mm em outra, com o intuito de manter o processo eletroquímico de passivação na região exposta da barra. Esse procedimento é observado nas Figura 24 e Figura 25.

Figura 24 - Procedimento de preparo das barras.



Fonte: Autora, 2023.

Figura 25 – Procedimento ilustrativo de preparo das barras de aço.



Fonte: Autora, 2023.

Com as barras de aço preparadas e a solução pronta, iniciou-se a realização dos ensaios eletroquímicos.

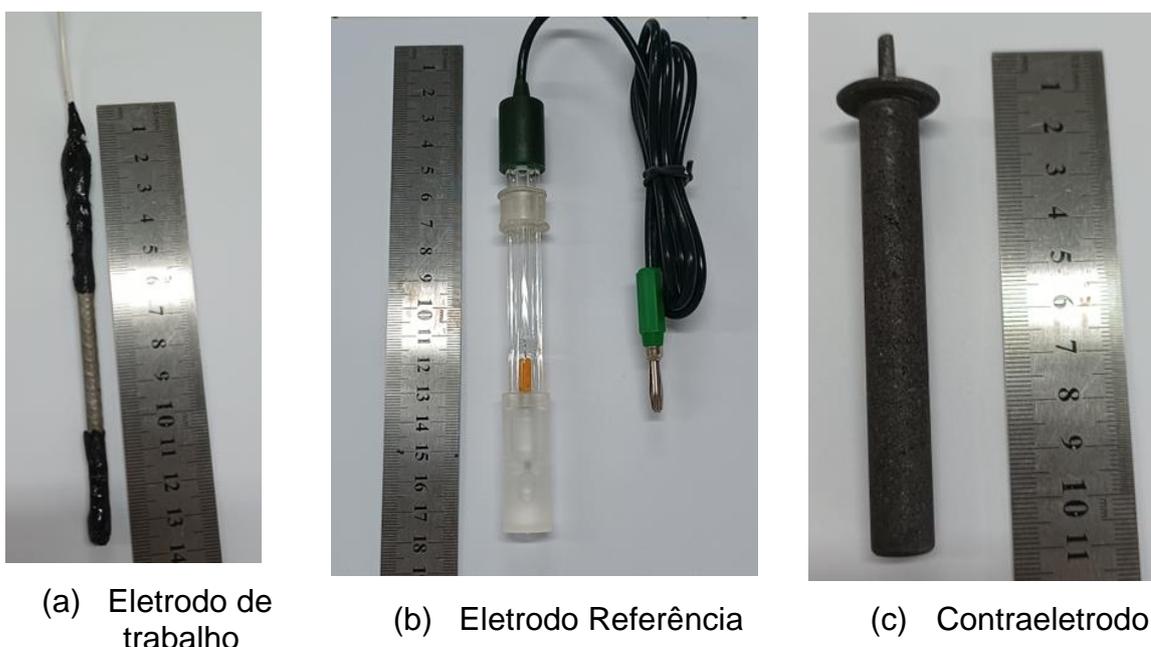
### 3.4 ENSAIOS EXPERIMENTAIS

O ensaio foi realizado no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da UFSCar.

Foi montada uma célula eletroquímica (Figura 27) onde o eletrólito é a solução de poros simulada do compósito cimentício; o eletrodo de trabalho (Figura 26.a) é a barra de aço e o eletrodo referência (Figura 26.b) utilizado é o de mercúrio/óxido de mercúrio (Hg/HgO) preenchido com solução de KOH a 1 M. O contraeletrodo utilizado foi o de grafite (Figura 26.c).

Fez-se um teste com um protocolo de 72 horas de leituras com o potenciostato, porém, após o final do ensaio, observou-se que apenas 9 ciclos de leituras eram representativos, pois os demais ciclos apresentaram muitos ruídos, não podendo ser utilizados. Portanto, optou-se por realizar ensaios que durassem 37 horas (suficientes para se ter as 9 leituras iniciais).

Figura 26 – Eletrodos utilizados nos ensaios.



Fonte: Autora, 2023.

Figura 27 - Célula eletroquímica e potenciostato, respectivamente.



(a) Célula eletroquímica

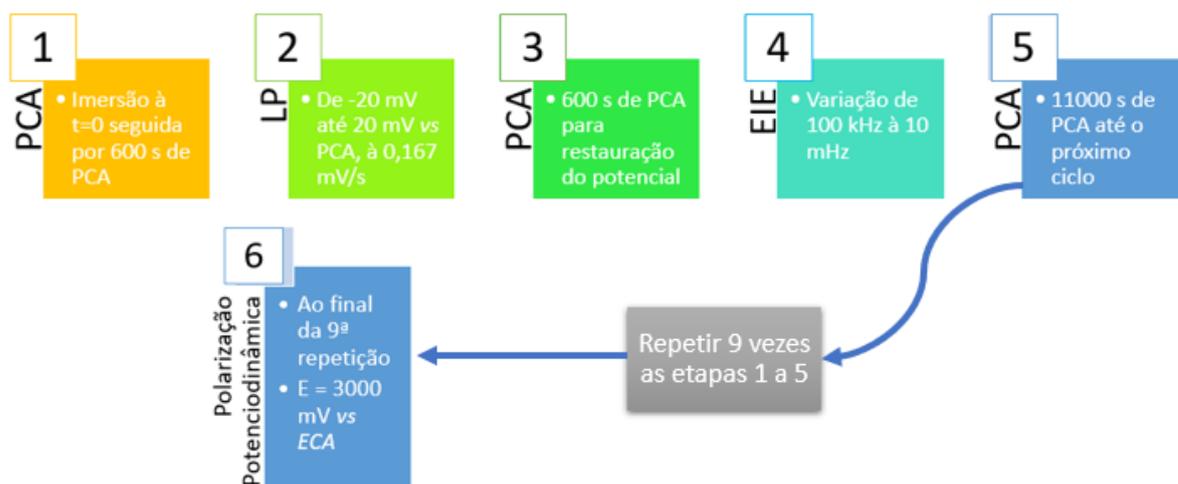


(b) Potenciostato

Fonte: Autora, 2023.

A célula foi conectada a um potenciostato da Gamry (Figura 27) e as técnicas de Potencial de Circuito Aberto (PCA), Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) e Resistência Linear de Polarização (LP) foram utilizadas. O ensaio teve duração de 37 horas em cada solução para avaliar a formação do filme passivo e, ao final, foi aplicada a técnica de Polarização Potenciodinâmica, para avaliar a resistência do filme passivo. A sequência de aplicação das técnicas é apresentada na Figura 28.

Figura 28 - Fluxograma do protocolo utilizado no ensaio eletroquímico, combinando as técnicas, num período superior a 37 horas para aquisição de dados.



Fonte: Autora, 2024.

### 3.4.1 Potencial de Circuito Aberto

O ensaio de potencial de circuito aberto (PCA) foi realizado de acordo com a norma C876 (*American Society For Testing And Materials*, 2015), realizando medições periódicas, como descrita no item 3.4., para identificar a formação do filme passivo.

Como o potencial de circuito aberto é uma técnica simples e não destrutiva, é muito utilizada para monitorar o potencial de corrosão do aço; valores baixos de potencial indicam que o aço encontra-se passivo e, conseqüentemente, com baixa possibilidade de corrosão.

O PCA é uma técnica de monitoramento do potencial do aço e pode ser auxiliada por outros ensaios. Visando um melhor controle, foram definidos os ensaios de EIE, LP e Polarização Potenciodinâmica.

### 3.4.2 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica

O ensaio de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) aplica um potencial ou corrente alternada na célula eletroquímica, com controle da variável aplicada, possibilitando a medida da intensidade e diferença de fase da outra variável. É um ensaio medido em faixas de frequências, possibilitando que processos químicos e/ou físicos sejam separados pelas constantes de tempo. O ensaio foi realizado periodicamente, assim como o ensaio PCA, variando a sua frequência de 100 Hz a 10 mHz e a norma seguida é a G106-89 (*American Society for Testing and Materials*, 2015b).

Para o tratamento dos dados de EIE foi utilizado o *software Measurement Model*, que relaciona o modelo de *Voigt* para extração de dados de capacitância, resistência ôhmica e resistência à polarização.

### 3.4.3 Resistência Linear de Polarização

A técnica consiste na aplicação de pequenas variações de potencial para que se obtenha resposta em corrente o mais linear possível, sendo possível determinar a resistência à polarização linear e as curvas de polarização. A resistência linear de polarização foi realizada de acordo com a norma norte

americana G59-97 (American Society For Testing And Materials, 2020) e o potencial variou de -20 mV a 20 mV.

A densidade de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ) pode ser calculada a partir da resistência à polarização ( $R_p$ ), com a equação de Stern-Geary (Equação 2):

$$i_{\text{corr}} = \frac{B}{A \times R_p} \quad (2)$$

Onde,

$i_{\text{corr}}$  é a densidade de corrente de corrosão, em  $\mu\text{A} \cdot \text{cm}^{-2}$ ;

$R_p$  é a resistência a polarização, em  $\text{k}\Omega$ ;

B é igual a 52 mV, constante para aços passivos embutidos em matrizes de cimento Portland, de acordo com Andrade *et al.* (2004).

A é a área de exposição do eletrodo de trabalho, em  $\text{cm}^2$ . caso a resistência a polarização já estiver normalizada pela área, é dispensável a variável.

#### 3.4.4 Polarização Potenciodinâmica

A polarização potenciodinâmica foi realizada de acordo com a ASTM G59-97 (*American Society for Testing And Materials, 2020*), aplicando-se um potencial elevado, em que a corrente elétrica gerada ao longo do tempo é monitorada. Com isso, pode-se avaliar a resistência do filme passivo. O potencial aplicado durante o ensaio foi de 3000 mV.

Os dados dos ensaios eletroquímicos foram tratados, utilizando os softwares *Origin, Measurement Model* e *MsW Excel*, em seguida analisados.

#### 3.4.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Detector de Energia Dispersiva (EDS)

A partir do MEV, imagens das barras de aço possibilitaram a análise da superfície. No preparo das barras a serem analisadas, realizou-se a imersão de três barras de aço em cada solução por 30 dias e, após esse período, retirou-se duas barras das soluções: uma foi seca naturalmente e na outra, realizou-se a lavagem com água deionizada e secagem com papel toalha. Após esse preparo, ambas as

barras foram levadas ao microscópio (FEI Quanta 400 da Oxford Instruments), apresentado na Figura 29. As imagens foram obtidas com a aproximação em 2.000, 4.000 e 8.000 vezes, podendo observar a estrutura superficial das barras de aço.

Em seguida, por meio de detector de energia dispersiva (EDS), obteve-se a composição química elementar qualitativa das barras de aço.

Figura 29 - Microscópio eletrônico de varredura



Fonte: Autora, 2024.

Os resultados obtidos por meio dos ensaios eletroquímicos realizados e as imagens capturadas no MEV serão apresentados no capítulo a seguir.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos nas análises experimentais realizadas.

### 4.1 ALCALINIDADE DA SOLUÇÃO

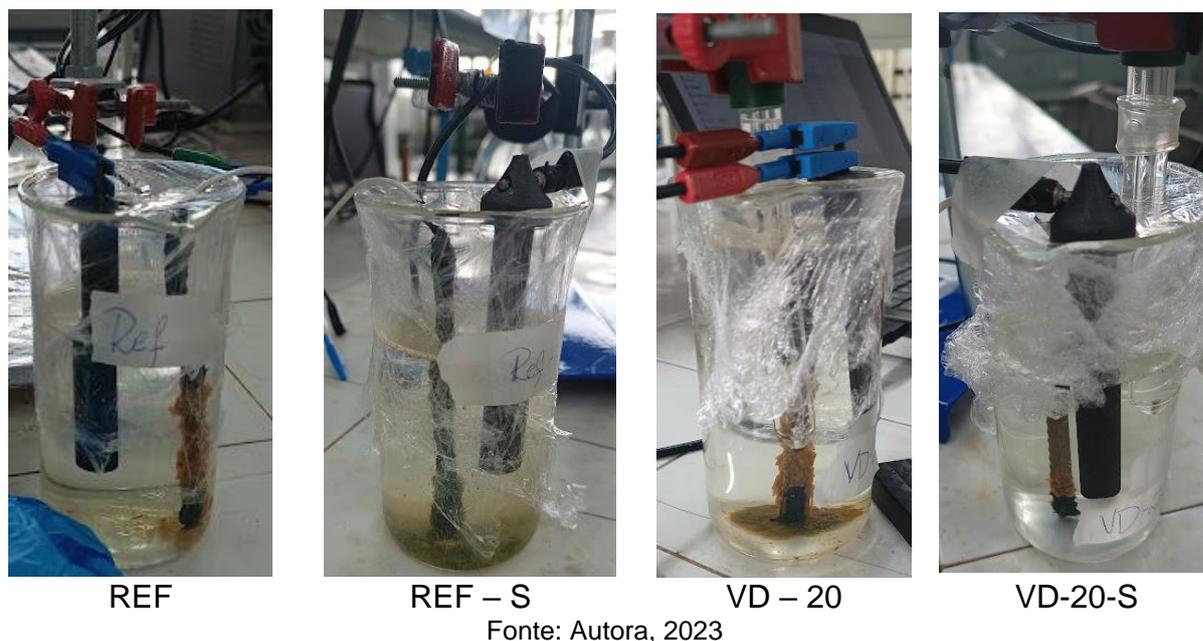
Para verificação da solução alcalina durante todo o processo de ensaio, conferiu-se o pH antes de iniciar os ensaios eletroquímicos, logo após sua confecção e ao final dos ensaios. A determinação do pH também foi uma forma de garantir que a solução fosse representativa dos compósitos cimentícios de origem, confeccionados por Soares (2021). Outra propriedade verificada foi a condutividade elétrica das soluções. Os resultados são apresentados na Tabela 8.

A Figura 30 mostra as células eletroquímicas após o final dos ensaios, as quais foram desmontadas e, em seguida, verificou-se o pH das soluções.

Tabela 8 – Valores de pH e condutividade das soluções

<b>Solução</b>	<b>REF</b>	<b>REF-S</b>	<b>VD-20</b>	<b>VD-20-S</b>
<b>pH inicial</b>	12,91	12,74	12,71	12,58
<b>Condutividade inicial (mS/cm)</b>	9,00	5,76	5,25	8,82
<b>pH final</b>	12,68	12,52	12,57	12,63

Fonte: Autora, 2023.

Figura 30 – Células eletroquímicas ao final dos ensaios.

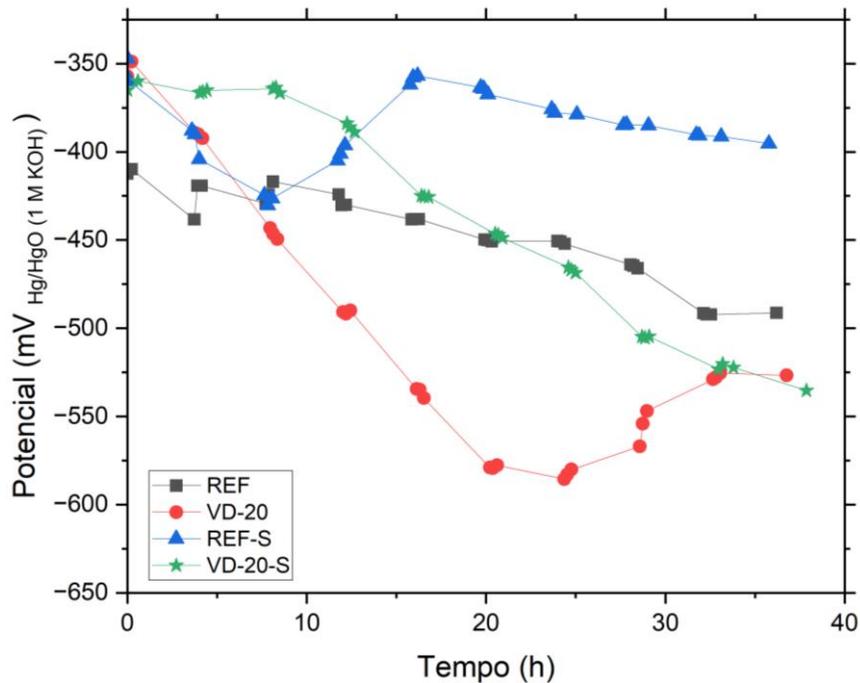
Foi verificado que todas as soluções estudadas apresentam pH acima de 12, mantendo-se um ambiente alcalino similar ao dos compósitos cimentícios, mesmo após os ensaios eletroquímicos. Os valores foram próximos aos obtidos por Soares (2021) de 12,40 e 8,14 mS/cm para a referência, e 12,37 e 6,85 mS/cm para o compósito com 20% de pó de vidro, valores de pH e condutividade elétrica, respectivamente.

## 4.2 ENSAIOS ELETROQUÍMICOS

### 4.2.1 Potencial de circuito aberto

O potencial de circuito aberto (PCA) foi apresentado na Figura 31. Para referenciar os potenciais obtidos, usou-se Hg/HgO (1 M KOH). Os valores não serão associados com os apresentados na Tabela 4, pois não se possui o eletrodo de mercúrio/óxido de mercúrio na literatura. Além disso, o ensaio proposto na norma pertinente (ASTM C876) é realizado em matriz cimentícia, o que não corresponde ao meio utilizado neste trabalho.

Figura 31 – (a) Evolução do PCA em relação ao tempo de imersão do aço nas soluções



Fonte: Autora, 2023

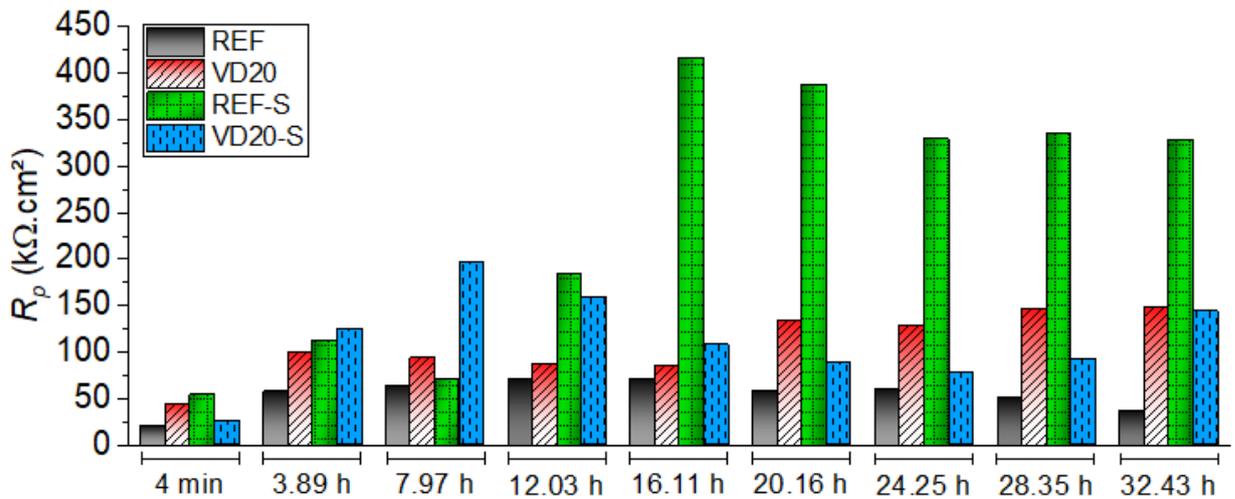
Com a evolução do tempo, observa-se a queda de potencial nas amostras REF, VD-20 e VD-20-S. A solução REF-S apresenta um aumento no potencial com, aproximadamente, 16 horas e depois o potencial apresenta uma queda. A solução REF apresentou-se mais estável e a solução REF-S, potenciais menos negativos, o que favorece a formação da camada passiva.

Apesar das soluções apresentarem grandes variações de potencial, é algo visto por pesquisadores como You; Shi; Zhang (2022) que estudaram a técnica com eletrodo de calomelano e obtiveram potenciais entre -550 V e -800 V. Rezende (2022) verificou o potencial de corrosão de barras de aço em uma solução referência de concreto, com o mesmo eletrodo utilizado neste trabalho (Hg / HgO) e aferiu um valor de  $-610 \pm 60$  V, resultado próximo ao obtido pela barra de aço imersa na solução VD-20 e VD-20-S, que estariam apresentando maior probabilidade de corrosão entre as barras de aços imersas nas soluções estudadas, por conta dos potenciais mais negativos obtidos durante o ensaio.

#### 4.2.2 Resistência à polarização linear (LP)

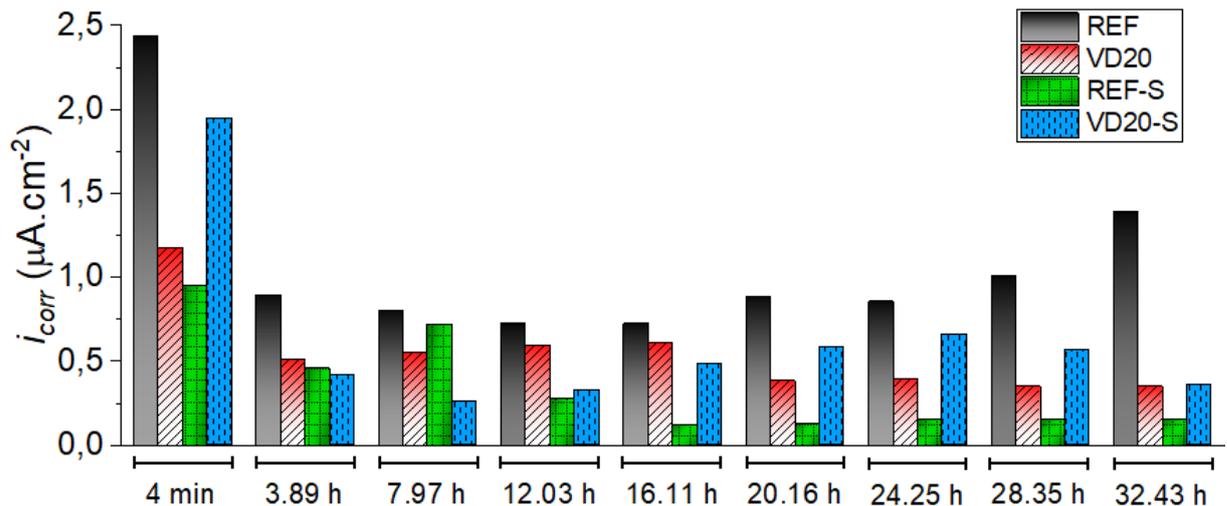
Na Figura 32 e a Figura 33 são mostradas a evolução da resistência à polarização e a densidade de corrente de corrosão calculadas, respectivamente, em relação ao tempo para as soluções sem sílica (REF e VD-20) e com sílica (REF-S e VD-20-S).

Figura 32 - Evolução da  $R_p$  em relação ao tempo do aço imerso nas soluções



Fonte: Autora, 2023

Figura 33 - Evolução da  $i_{corr}$  em relação ao tempo do aço imerso nas soluções



Fonte: Autora, 2023

Nota-se que os valores de  $i_{corr}$  diminuem com o passar do tempo, entretanto, de acordo com Koga *et al.* (2019), os valores de densidade de corrente de corrosão se tornam desprezíveis quando menores que  $0,1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ , o que ocorre apenas no

aço imerso na solução REF-S. É importante analisar a  $i_{\text{corr}}$ , pois é um indicativo de possibilidade de desenvolvimento da corrosão no aço: quanto menor o resultado obtido, menor a probabilidade do aço corroer.

Em relação aos valores de  $R_p$ , nota-se o aumento dos valores com o passar do tempo, o que indica uma estabilidade do filme passivo formado. You; Shi; Zhang (2022), estudando o aço carbono, obtiveram valores entre 95 a 125  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  até a despassivação do aço e, em seguida, houve queda da  $R_p$ , chegando a valores próximos aos obtidos para os ensaios em soluções contendo sílica ativa e pó de vidro ( $150 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ ).

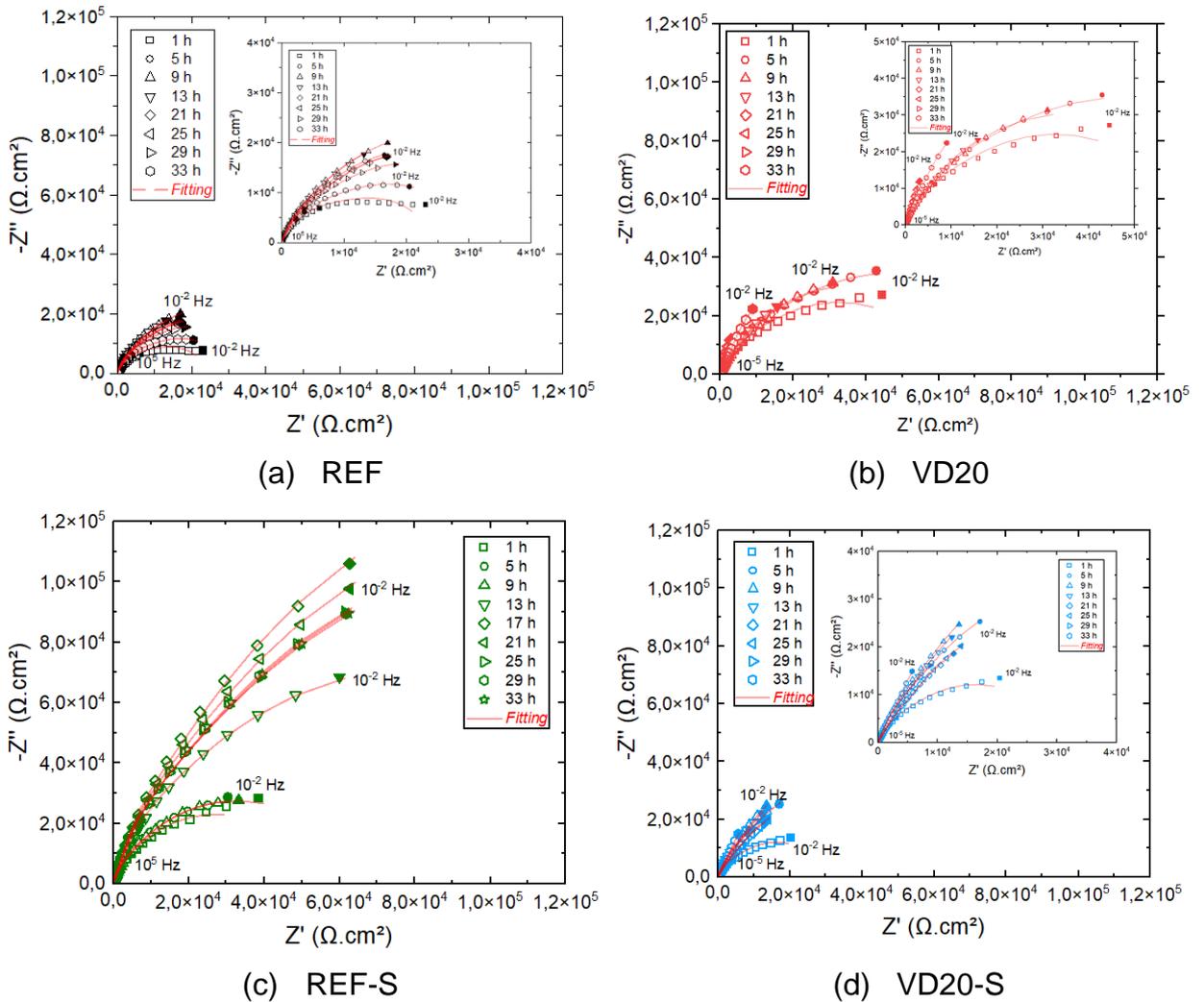
O aço exposto à solução REF, que apresentou menores valores de  $R_p$  (35  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ , resultado do ensaio), está próximo a valores obtidos por Mundra *et al.* (2017), que aferiram valores de 42,5  $\text{k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ . Os autores ainda verificaram o  $i_{\text{corr}}$  na região passiva, chegando a 2  $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

Observa-se, pelo Quadro 1, que valores acima de densidade de corrente de corrosão acima de 1  $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  é esperado que ocorra a corrosão entre 2 e 10 anos da construção da estrutura, em relação a corrosão expectável nos primeiros anos da edificação, 2 anos ou menos, os valores de  $i_{\text{corr}}$  devem ser maiores que 10  $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

#### 4.2.3 Espectroscopia de impedância eletroquímica

Na Figura 34 são mostrados os gráficos de Nyquist. Nota-se que a tendência da formação de um semicírculo é maior na amostra REF, indicando maior probabilidade de corrosão do aço na amostra. Entretanto, em todas as situações há um aumento contínuo do diâmetro extrapolado do circuito capacitivo, sugerindo que o tempo de imersão aumenta a resistência à corrosão do aço, comportamento observado nos trabalhos que utilizaram a técnica, tais como: Shang *et al.* (2018), Koga *et al.* (2019), Peng *et al.* (2018), Mundra *et al.* (2017), entre outros autores.

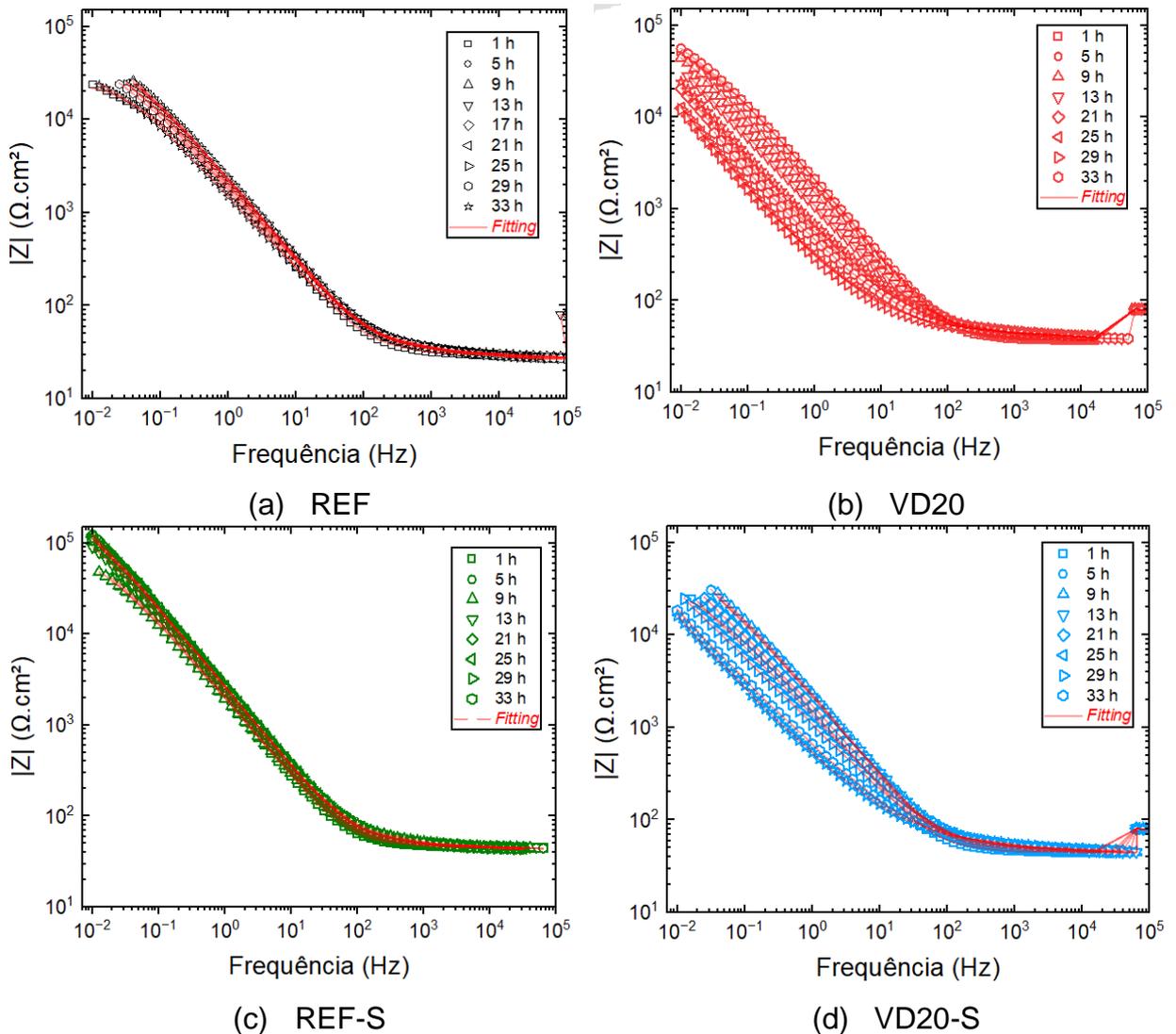
Figura 34 - Gráficos de Nyquist para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S



Fonte: Autora, 2023

Segundo Ribeiro e Cunha (2018), nos gráficos de Bode são observadas três regiões distintas: a primeira é a região de baixas frequências ( $10^{-3}$  a  $10^1$  Hz), onde os valores do módulo de impedância,  $|Z|$ , aumentam ao seu máximo com a diminuição da frequência, característica relacionada à resistência à transferência de carga durante o processo de corrosão. A segunda região, de média frequência ( $10^1$  a  $10^3$  Hz), está relacionada com a transferência de elétrons na interface aço / filme passivo e resultam nos máximos ângulos de fases. Na última região, de alta frequência ( $10^3$  a  $10^4$  Hz), o ângulo de fase se aproximará de zero graus, indicando a resistência do eletrólito (solução).

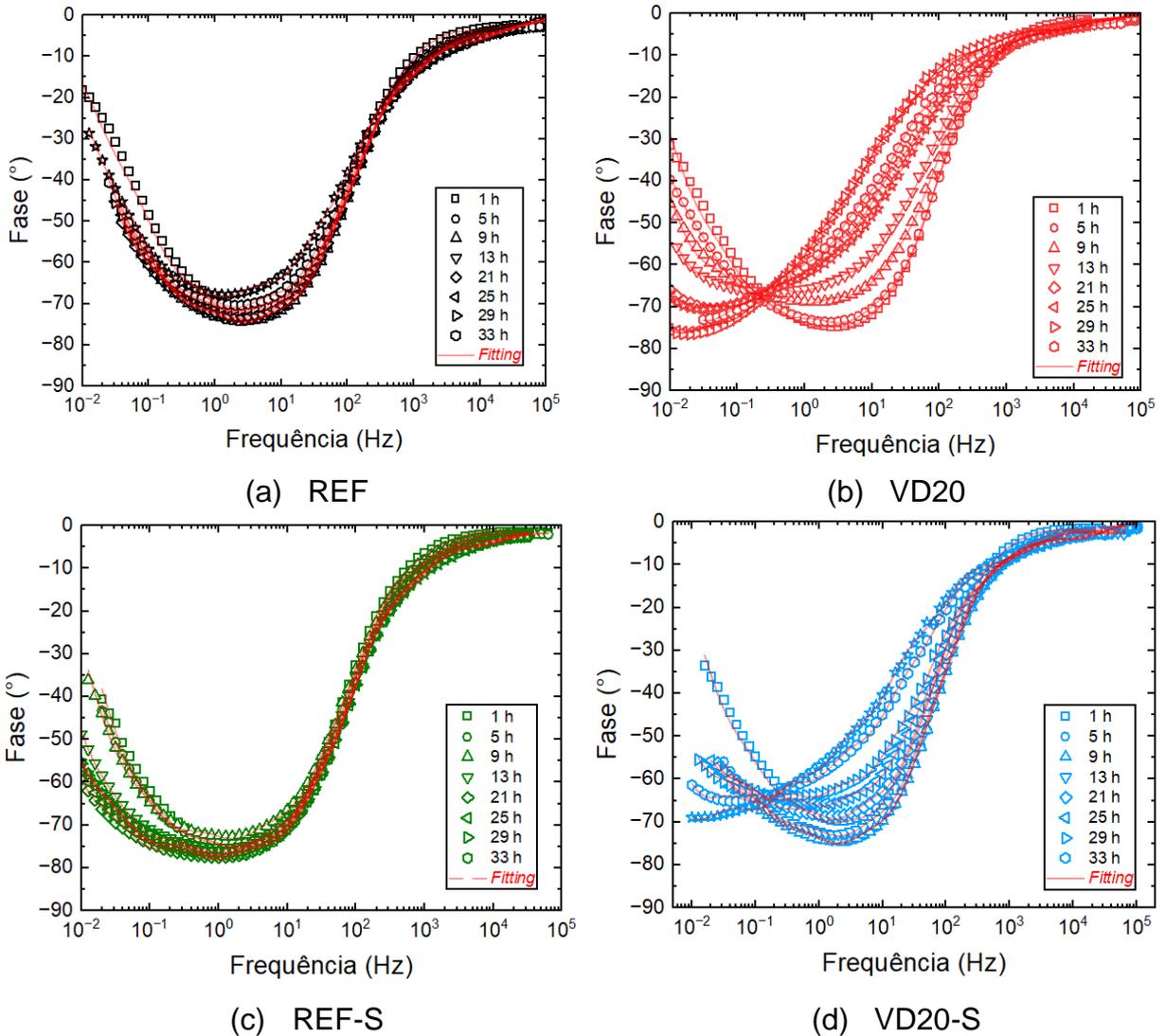
Figura 35 - Diagramas de Bode para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S



Fonte: Autora, 2023

Pode-se observar na Figura 35, diagramas de Bode, que todas as soluções apresentam um comportamento similar. O módulo de impedância,  $|Z|$ , é maior para as soluções REF-S e VD-20, indicando maior resistência à corrosão, ou seja, filmes passivos mais estáveis. As soluções REF e REF-S apresentam maior estabilidade durante o tempo de ensaio.

Figura 36 – Gráficos de ângulo de fase para solução a) REF, b) VD-20, c) REF-S e d) VD-20-S



Fonte: Autora, 2023

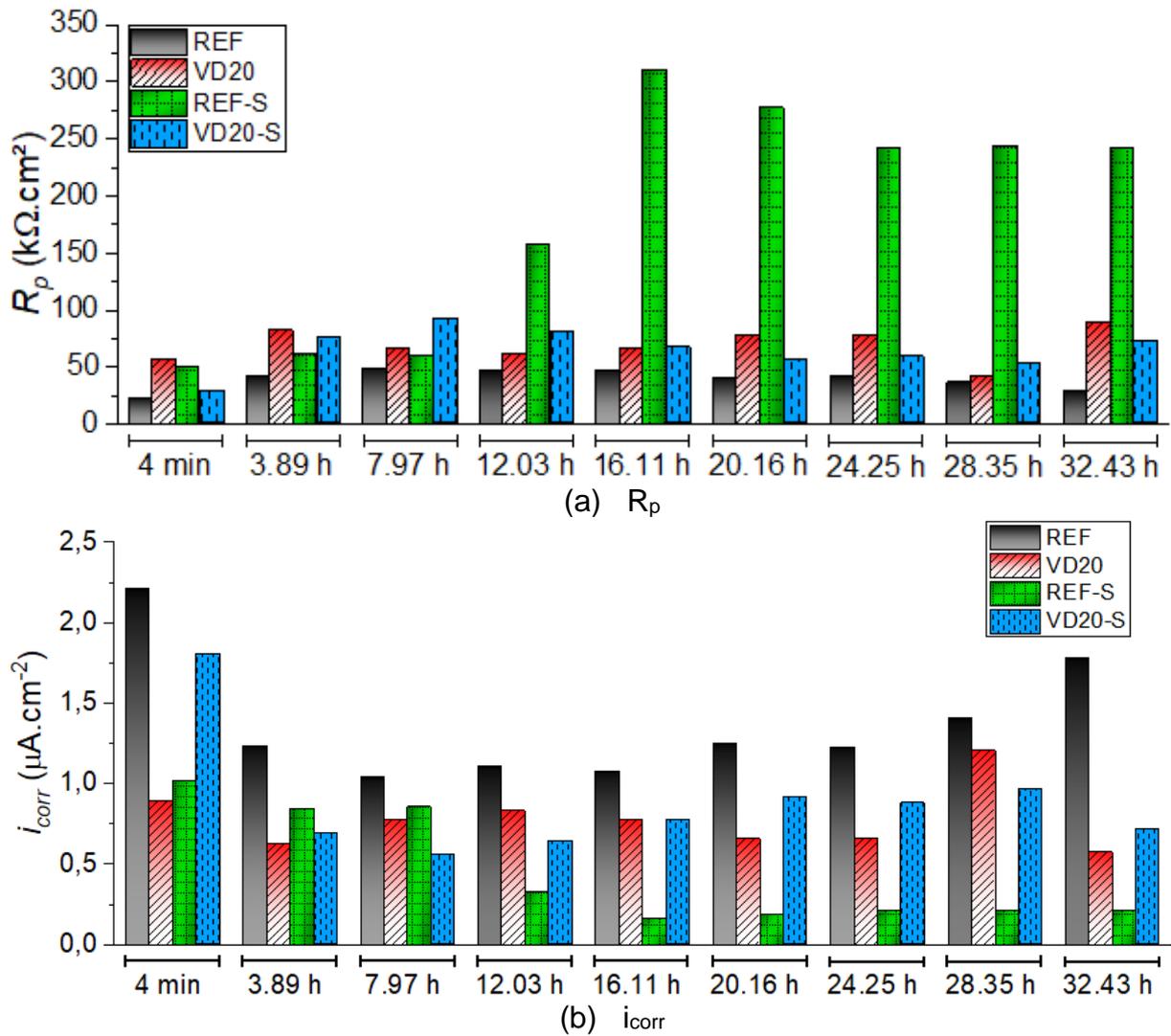
Assim como nos diagramas de Bode, os ângulos de fases (Figura 36) apresentaram comportamentos semelhantes para as soluções, chegando a  $-80^\circ$ , aproximadamente. Autores como You; Shi; Zhang (2022) e Shang *et al.* (2018) obtiveram comportamentos e valores similares,  $-40^\circ$  a  $-80^\circ$  e  $-60^\circ$  a  $-80^\circ$ , respectivamente, indicando a transferência de elétrons entre o aço e o filme passivo.

Os resultados obtidos por meio da EIE mostram que as soluções tendem a formar um filme e possuem comportamentos similares para todas as soluções estudadas, pois, como observado nos gráficos de Nyquist, há um aumento contínuo do diâmetro extrapolado do circuito capacitivo, o que indica a passivação do aço.

Os dados de resistência a polarização ( $R_p$ ) obtidos pelas análises de *Measurement Model* de EIE e densidade de corrente de corrosão ( $i_{corr}$ ) calculada são apresentados na Figura 37.

O comportamento das barras de aços para  $R_p$  e  $i_{corr}$  estão similares ao obtido por meio da técnica de resistência à polarização linear, apesar de apresentarem valores menores para de  $R_p$  (20 a 90  $k\Omega.cm^2$ ) e maiores para  $i_{corr}$ .

Figura 37 - Evolução do  $R_p$  e  $i_{corr}$  em relação ao tempo do aço imerso nas soluções de poros



Fonte: Autora, 2023

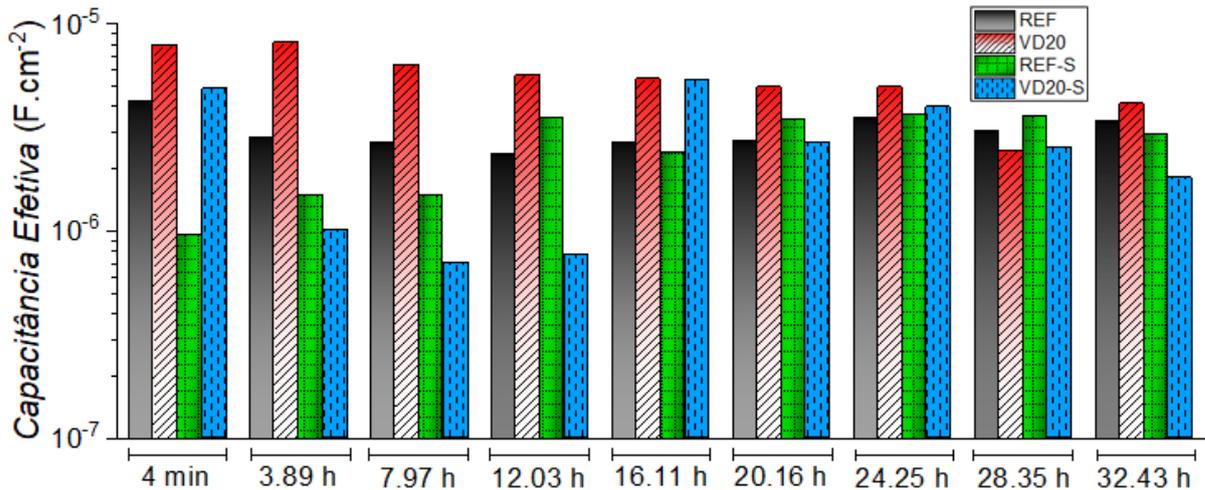
A Tabela 9 apresenta os valores da  $R_p$  para as técnicas de EIE e resistência linear à polarização.

Tabela 9 – Resumo da  $R_p$  para as técnicas de EIE e resistência linear à polarização

Tempo (h)	REF ( $k\Omega.cm^2$ )		VD20 ( $k\Omega.cm^2$ )		REF-S ( $k\Omega.cm^2$ )		VD20-S ( $k\Omega.cm^2$ )	
	$R_p$	$R_p$ (EIE)	$R_p$	$R_p$ (EIE)	$R_p$	$R_p$ (EIE)	$R_p$	$R_p$ (EIE)
1	21,31	23,53	44,13	57,88	54,53	50,83	26,68	28,73
5	58,03	42,07	100,53	82,86	112,34	61,52	125,66	74,87
9	64,84	49,90	94,37	66,52	71,88	60,58	197,42	92,39
13	71,69	46,97	87,52	62,36	184,16	157,74	158,65	80,42
17	71,50	48,20	85,01	66,91	416,32	311,07	108,01	66,91
21	58,55	41,48	134,33	78,82	387,92	277,61	88,59	56,46
25	60,51	42,33	129,50	78,82	329,62	242,21	78,54	58,88
29	51,40	36,97	146,78	43,03	336,03	244,62	92,17	53,52
33	37,33	29,15	147,84	90,26	328,30	242,22	144,20	72,47

Fonte: Autora, 2023

Figura 38 - Evolução da capacitância efetiva em relação ao tempo



Fonte: Autora, 2023

Os resultados de capacitância (C) obtidos pelas análises de *Measurement Model* de EIE estão apresentados na Figura 38. Nota-se, com a capacitância efetiva, uma maior estabilidade nas barras imersas nas soluções sem sílica e variação entre todas as soluções de 8,22  $\mu F/cm^2$  a 0,71  $\mu F/cm^2$ .

Koga *et al.* (2019) sugerem a Equação 3 para calcular a espessura do filme passivo para modelos de capacitor de placas paralelas de óxido homogênea, associando a capacitância efetiva com a capacitância da camada passiva. Para tal comportamento ocorrer, deve-se supor que a capacitância efetiva terá a contribuição da capacitância da camada de óxidos e da capacitância de dupla camada em um circuito em série. Se ocorrer o que é esperado, a capacitância do filme será pequena

quando comparada com a capacitância da dupla camada. Dessa forma, os valores de capacitância efetiva obtidos a partir dos dados de EIE serão dominados pela resposta do filme passivo.

$$e_{ox} = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r}{C} \quad (3)$$

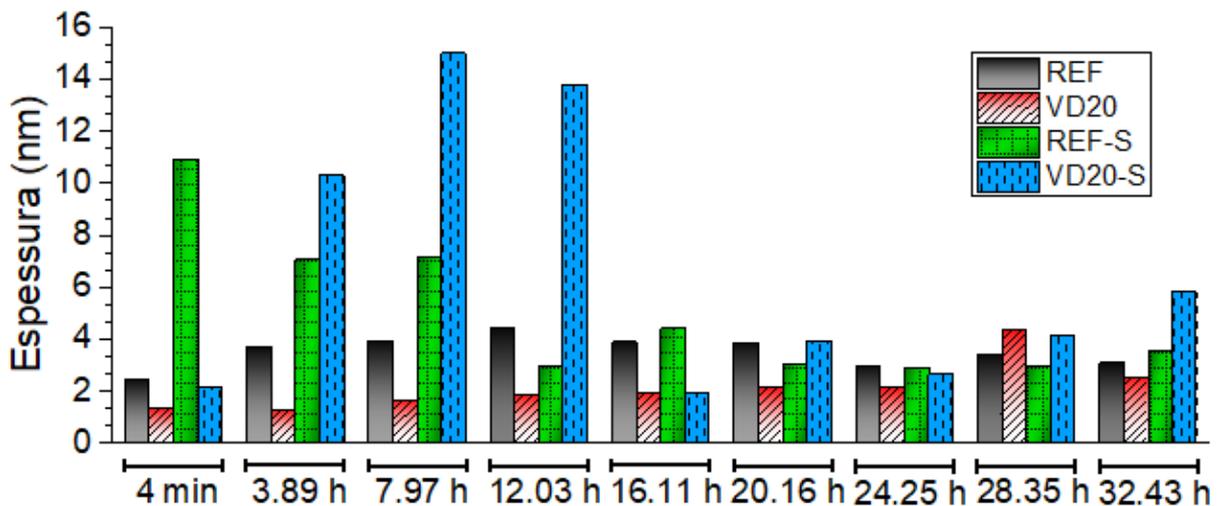
Onde,

$e_{ox}$  é a espessura do filme passivo

$\epsilon_0$  é a permissividade do vácuo ( $8,85 \times 10^{-12}$  F/m)

$\epsilon_r$  é a constante dielétrica relativa - 12 para  $Fe_2O_3$ , segundo Lide (1995 *apud* Koga *et al.*, 2019).

Figura 39 – Espessura estimada do filme passivo



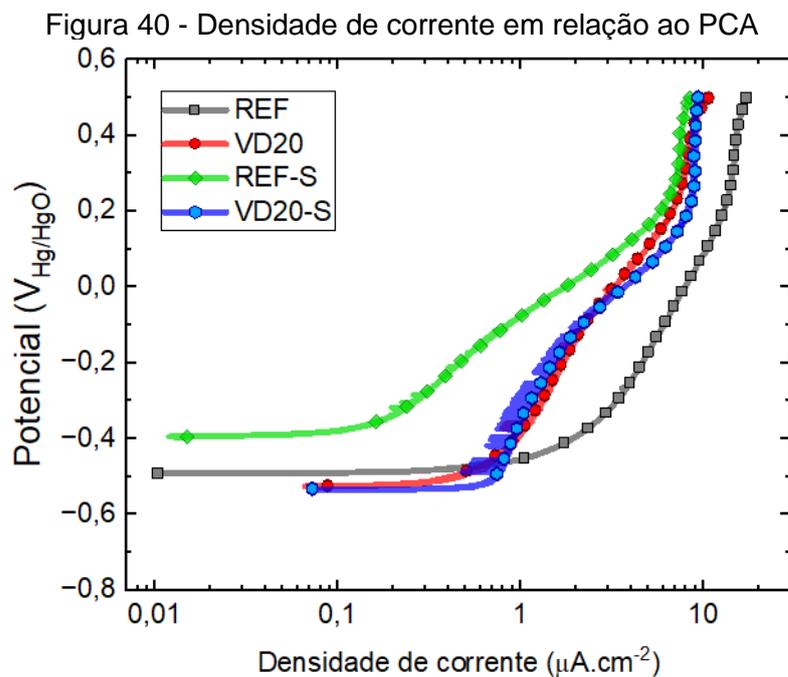
Fonte: Autora, 2023

A Figura 39 apresenta a espessura calculada do filme passivo para as barras imersas em diferentes soluções. Observa-se que a espessura é mais estável para os aços nas soluções REF e VD-20. Ghods *et al.* (2011 e 2012) estudaram o filme passivo por meio da técnica de XPS e obtiveram filmes com espessuras de 2,1 a 8,3 nm, podendo verificar comparativamente o cálculo da espessura do filme passivo pela técnica de EIE.

Apesar da barra imersa na solução VD20-S apresentar valores mais altos que as demais, ela possui valores instáveis. Nota-se que as barras em soluções sem sílica, VD20 e REF possuem uma maior estabilidade do filme passivo e, em geral, as soluções referências apresentaram um melhor desempenho.

#### 4.2.4 Polarização potenciodinâmica

Após, aproximadamente, 37 horas de imersão, foram obtidos dados de densidade de corrente pelo potencial ao longo do tempo para as barras de aços imersas nas soluções. Os valores são apresentados na Figura 40.



É possível observar que o comportamento do aço em todas as soluções foisimilar, porém na solução REF possui maior densidade de corrente que as demais, indicando que o aço imerso na solução terá menor capacidade passiva que as demais, como sugerem Chakri *et al.* (2015) em seu trabalho. Os autores estudaram diferentes soluções, referências e com íons sulfato e observaram que as soluções com o agente agressivo apresentaram maior densidade de corrente que as demais. A partir de XPS observaram ainda menor quantidade de óxidos no filme passivo.

Os dados obtidos a partir das técnicas eletroquímicas indicam que as soluções com sílica e/ou pó de vidro apresentam um melhor desempenho do aço à passivação. Ortolan; Mancio; Tutikian (2016) estudam a resistência à corrosão do aço em soluções de poros de concreto com e sem sílica ativa em substituição ao cimento, os autores chegaram à conclusão que o uso sílica é benéfico ao aço. Tais

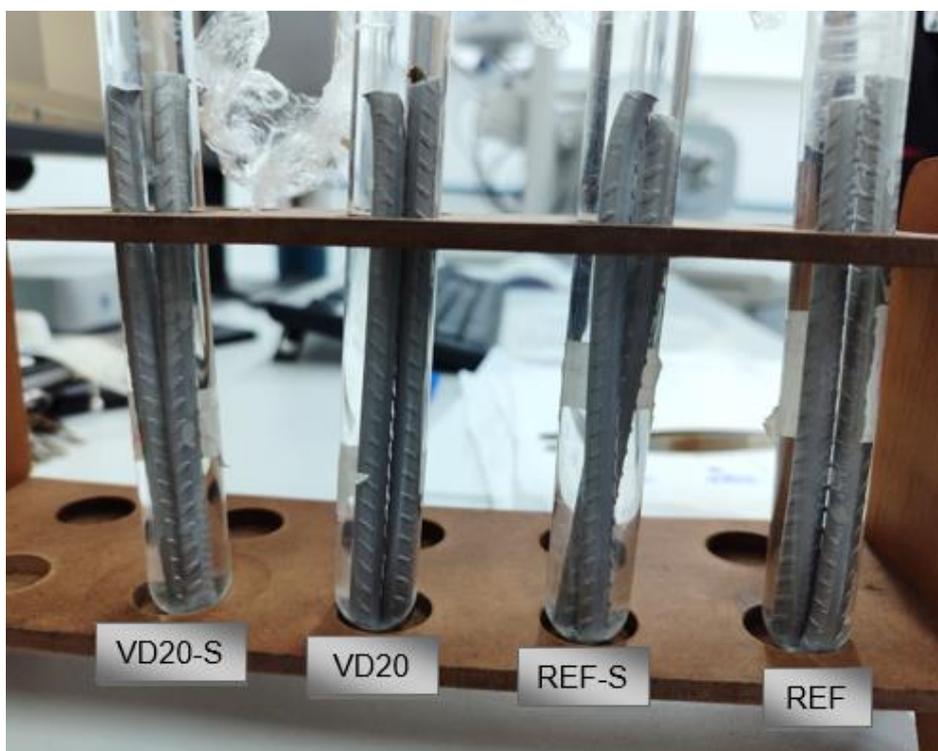
adições minerais causam reduções nas concentrações de  $\text{OH}^-$  (e força iônica), fazendo com que o pH das soluções seja reduzido de 13,64, solução referência, para 12,62, solução contendo 10% de substituição de sílica ativa. Apesar da redução no pH, os autores constataram uma melhor passivação da barra de aço e um aumento da resistividade (a partir de 3 dias de imersão), contribuindo, assim, para uma melhor resistência à corrosão.

Para verificar a capacidade de proteção das soluções, foram obtidas imagens de microscopia eletrônica de varredura das barras de aços após imersão nas soluções, que serão apresentadas a seguir.

#### 4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E DETECTOR DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A Figura 41 mostra o preparo das barras de aço para realização da microscopia eletrônica de varredura. Destaca-se que as barras ficaram imersas nas soluções por 30 dias.

Figura 41 – Imersão das barras de aço por 30 dias nas diferentes soluções



Fonte: Autora, 2024

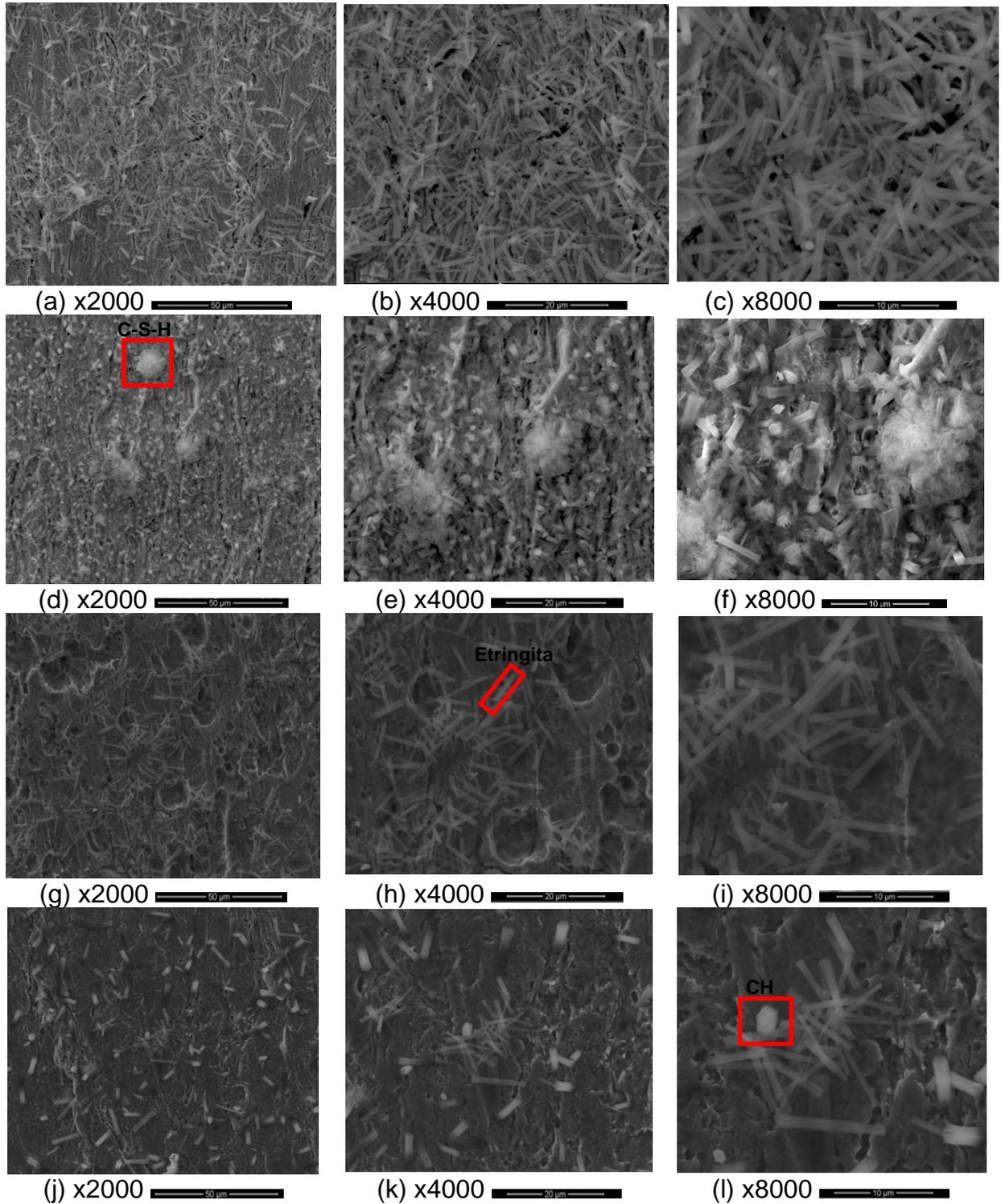
As imagens obtidas dos ensaios serão apresentadas nos tópicos a seguir: sem e enxágue e com enxágue.

#### **4.3.1 Barras de aço sem enxágue**

Na Figura 42 são apresentadas as imagens do microscópio eletrônico de varredura, para uma barra imersa em cada solução por 30 dias. Para o preparo, retirou-se as barras das soluções e deixou-as secar naturalmente, o que contribuiu para a microestrutura observada nas imagens. A Figura 1, presente no tópico 2.1., apresenta a microestrutura de compostos cimentícios e observa-se que é semelhante aos compostos observados nas imagens.

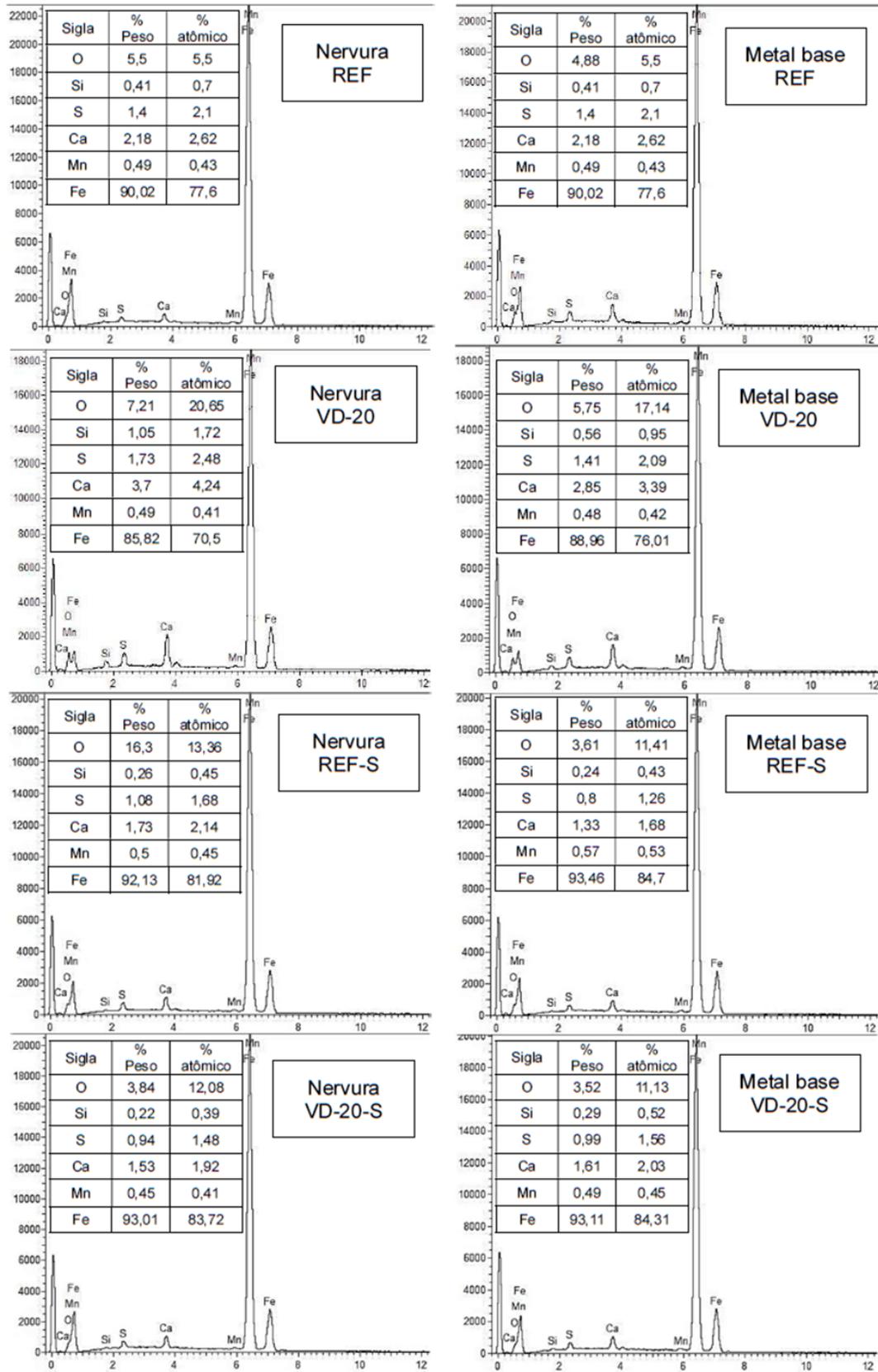
Nas imagens de microscopia foi possível observar a formação de agulhas de etringita (C-A-S-H), portlandita (CH – hidróxido de cálcio) que são as placas hexagonais e silicato de cálcio (C-S-H).

Figura 42 – Microscopia nas barras imersas nas soluções REF (a, b, c), VD-20 (d, e, f), REF-S (g, h, i) e VD-20-S (j, k, l), sem enxágue



Fonte: Autora, 2024

Figura 43 - EDS nas barras imersas nas soluções REF, VD-20, REF-S e VD-20-S sem enxágue



Fonte: Autora, 2024

Na Figura 43 foram apresentados os resultados do EDS nas barras de aço, entretanto, não foram obtidos nos pontos em destaque nas imagens do MEV. Os compostos presentes na barra de aço são apresentados no Quadro 4.

Quadro 4 – Compostos presentes nas barras de aço sem enxágue

<b>Sigla</b>	<b>Composto</b>	<b>Nome</b>
O e Si	SiO <sub>2</sub>	Sílica
S	FeS <sub>2</sub>	Pirita de Ferro
Ca	CaSiO <sub>3</sub>	Metassilicato de cálcio
Mn	Mn	Manganês
Fe	Fe	Ferro

Fonte: Autora, 2024

Pode-se observar, por meio do EDS das barras sem enxágue, principalmente a composição da formação mineralógica das soluções e o ferro presente nas barras ensaiadas. A composição química das barras, verificada por Soares (2021), apresenta 98,75% de ferro, sendo válido o alto teor do elemento nas avaliações de EDS.

#### 4.3.2 Barras de aço com enxágue

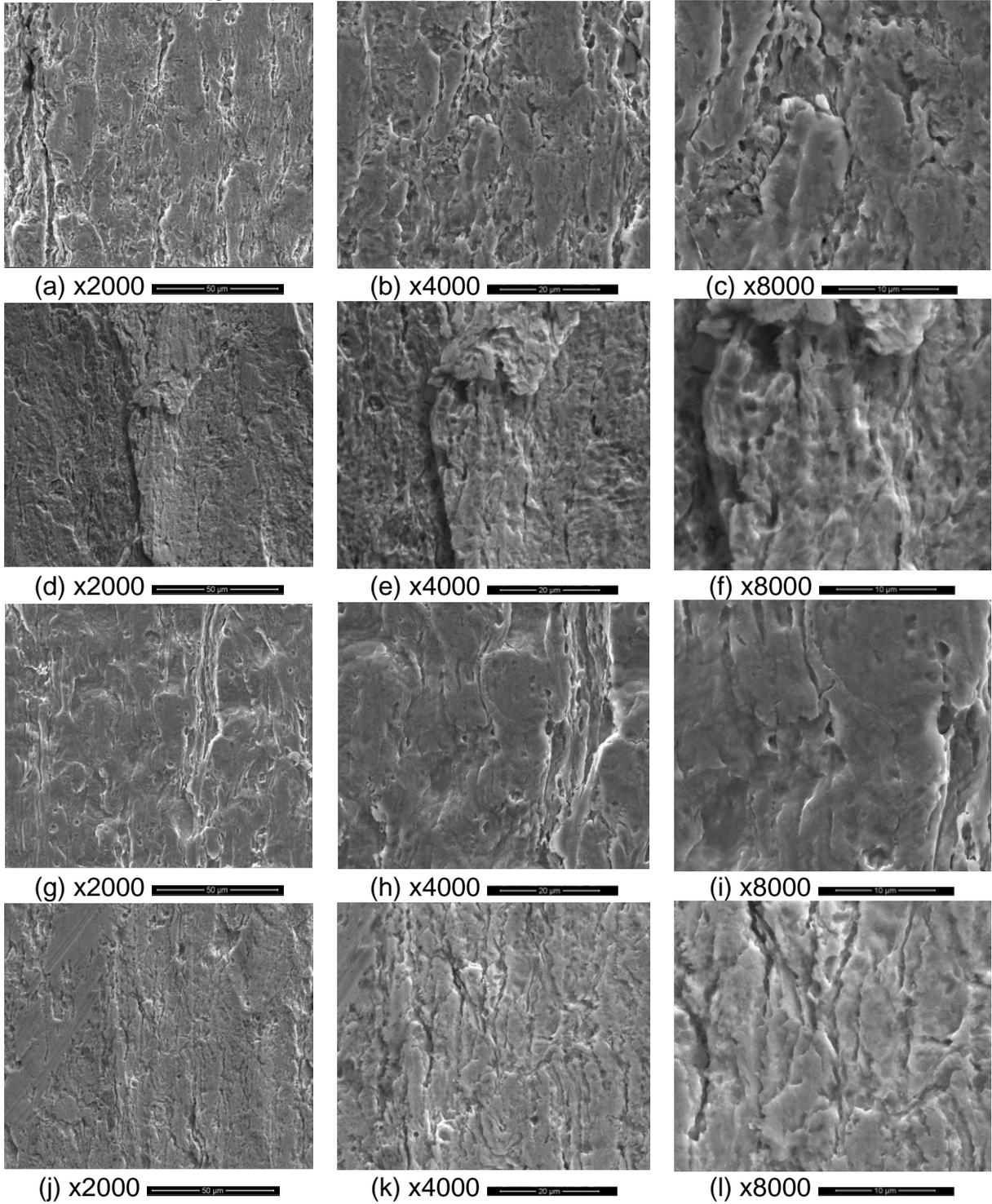
Na Figura 44 são apresentadas as imagens do microscópio eletrônico de varredura para as barras de aço após a retirada da solução em que ficaram imersas por 30 dias. Antes da realização das imagens, as barras de aço foram retiradas das soluções e imediatamente foram inseridas em água deionizada, fazendo-se o enxágue das barras e secando-as com papel toalha. O Quadro 5 representa os compostos presentes na barra, a partir da análise de EDS.

Quadro 5 - Compostos presentes nas barras de aço com enxágue

<b>Sigla</b>	<b>Composto</b>	<b>Nome</b>
O e Si	SiO <sub>2</sub>	Sílica
Cr	Cr	Cromo
Mn	Mn	Manganês
Fe	Fe	Ferro
Ni	Ni	Níquel

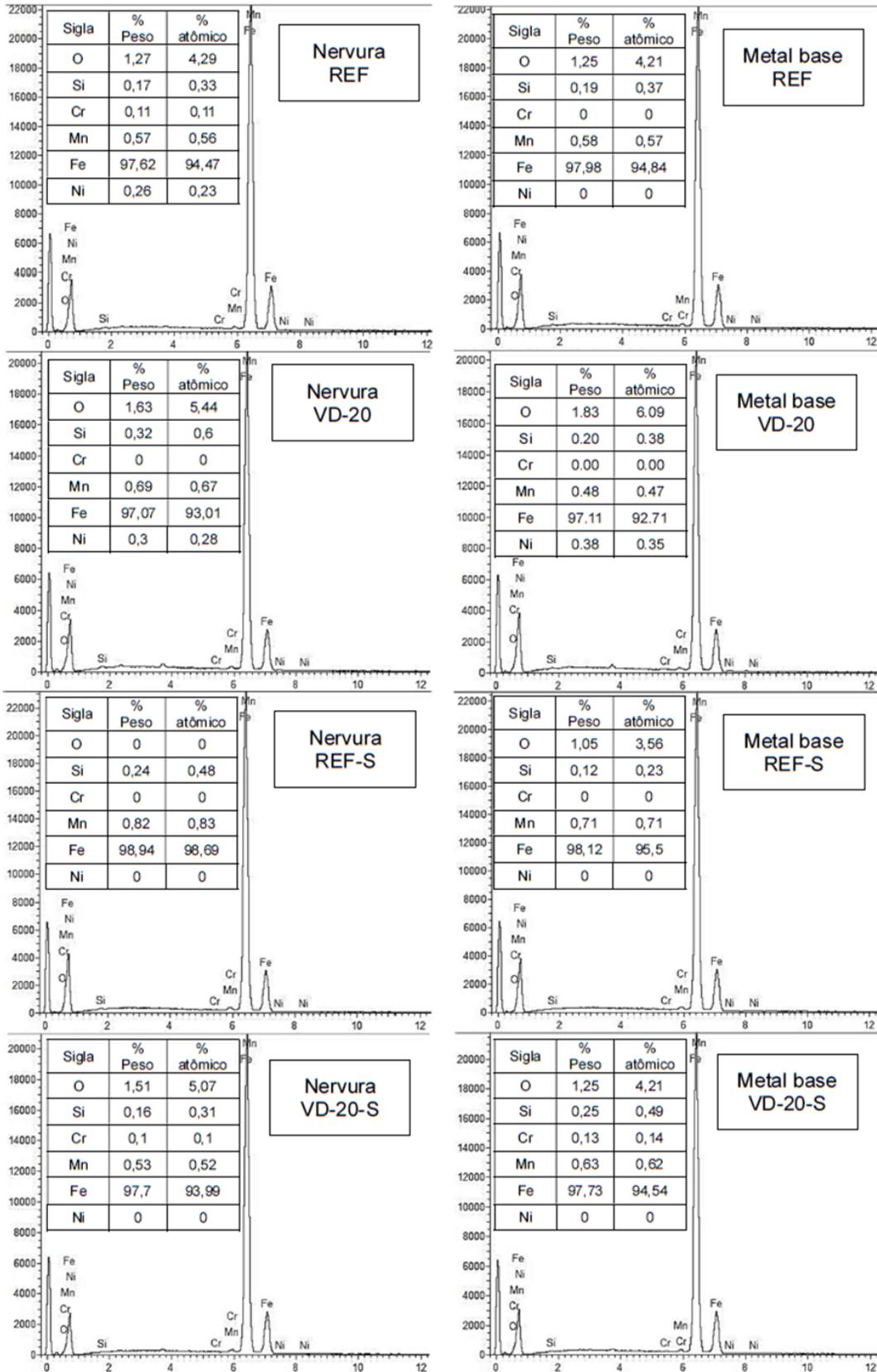
Fonte: Autora, 2024

Figura 44 – Microscopia nas barras imersas nas soluções REF (a, b, c), VD-20 (d, e, f), REF-S (g, h, i) e VD-20-S (j, k, l), após o enxágue



Fonte: Autora, 2024

Figura 45 - EDS nas barras imersas nas soluções REF, VD-20, REF-S e VD-20-S com enxágue

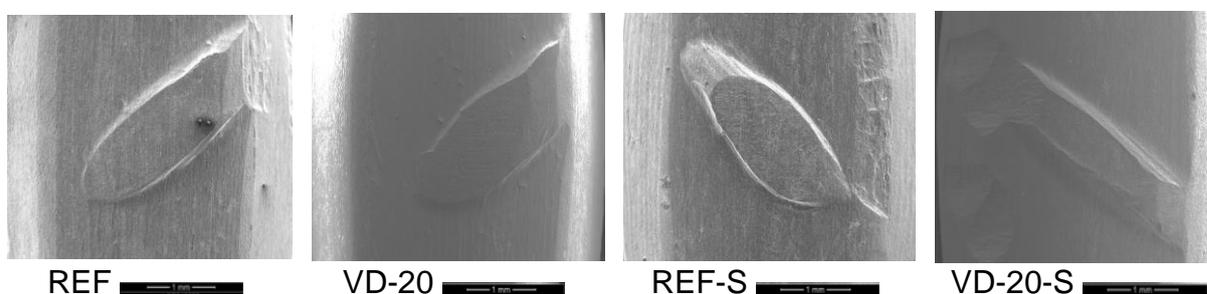


Fonte: Autora, 2024

Nota-se que não há indícios de corrosão das barras de aço em nível microestrutural, conforme Figura 44. E com o EDS (Figura 45), é corroborado essa condição das barras, uma vez que o oxigênio (O) presente nas amostras está combinando com o Silício (Si), que pode ser oriunda da composição do aço ou um resquício da sílica presente nas soluções em que as barras ficaram imersas.

Peng *et al.* (2024), You, Shi, Zhang (2022) e Kocijan (2013) realizaram ensaios de microscopia em barras de aço expostas em soluções com agentes agressivos e observa-se nos trabalhos características de corrosão existente nas barras, que não são observadas na Figura 44.

Figura 46 – Barras de aço com aproximação 60x



Fonte: Autora, 2024

Na Figura 46 observa-se parte das barras de aço, com aproximação de 60x, não sendo verificado nenhum ponto de oxidação. Conclui-se que as soluções protegeram as barras.

As imagens obtidas no MEV mostram também que a solução reproduz a condição real de matrizes cimentícias, uma vez que a barra de aço é removida da solução e, não sendo realizado o enxágue, a concentração de íons provenientes da evaporação da água induz a precipitação de hidratos nas barras. Assim, a abordagem de solução de poros é representativa para aços presentes em matrizes cimentícias.

## 5 CONCLUSÕES

Uma análise da passivação do aço imerso em solução de poros de compósitos cimentícios com e sem substituição do cimento por resíduo de pó de vidro foi realizada por meio de técnicas eletroquímicas, além da verificação da superfície das barras por MEV.

Com as técnicas eletroquímicas aplicadas na barra de aço, foi possível observar que as diferentes soluções não prejudicaram a capacidade intrínseca de passivação, contribuindo, assim, para o uso de pó de vidro em compósitos cimentícios. As análises de resistência à polarização linear, polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica mostraram que as barras de aço imersas na solução referência apresentam um desempenho mais suscetível à corrosão que as demais soluções, com pó de vidro e/ou sílica ativa.

A solução referência com sílica ativa (REF-S) apresentou melhores resultados para as técnicas estudadas, o valor de  $R_p$  obtido a partir de EIE foram de  $311 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$  e por LP, de  $416 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ ; a densidade de corrente final, em ambas as técnicas, ficaram menores que  $0,25 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$  e foi a solução que formou maior abertura do semicírculo nos gráficos de Nyquist. Em contrapartida, a solução referência (REF) resultou em um pior desempenho, entre as estudadas, apresentando valores de  $R_p$  inferiores a  $50 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$ , por meio da técnica de EIE e  $i_{\text{corr}}$  acima de  $1 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

As imagens de MEV mostram que as soluções simulam a microestrutura de compósitos cimentícios e que, após a remoção da barra da solução, o aço não sofreu oxidação, comprovando que todas as soluções apresentam uma representatividade para matrizes cimentícias e um efeito protetor para a barra de aço.

As soluções com o uso de pó de vidro (VD20 e VD20-S) apresentaram características intermediárias na formação do filme passivo da barra de aço quando comparadas às soluções de referências (REF e REF-S), contribuindo com o uso do material em compósitos cimentícios e tornando-os mais sustentáveis. Além disso, ainda proporciona um destino adequado ao vidro, reduzindo o impacto ambiental.

Na sequência são descritas algumas sugestões para dar continuidade ao estudo desenvolvido:

- Investigar um maior tempo de exposição das barras de aço nas soluções para confirmar a estabilidade do filme passivo e realizar ensaios eletroquímicos em matrizes cimentícias, permitindo, assim, uma comparação dos resultados.
- Caracterizar o filme passivo, utilizando a técnica XPS (Espectroscopia de foto-emissão), para comprovar os compostos presentes no filme e obter a espessura real do filme.
- Realizar ensaios eletroquímicos com soluções carbonatadas e com cloretos, para análise da resistência do filme passivo, bem como do processo de corrosão do aço.
- Avaliar a influência de eletrodo com cloreto (Cl) na análise de dados de soluções alcalinas.

## REFERÊNCIAS

ABIVIDRO (Brasil). VIDRO: O RESÍDUO INFINITAMENTE RECICLÁVEL. In: **VIDRO: O RESÍDUO INFINITAMENTE RECICLÁVEL**. Brasil, 7 fev. 2019. Disponível em: <https://abividro.org.br/2019/02/07/vidro-o-residuo-infinitamente-reciclavel/#:~:text=No%20pa%C3%ADs%2C%20o%20mercado%20produz,milh%C3%B5es%20de%20toneladas%20do%20material>. Acesso em: 26 jan. 2024.

AGARWAL, M. E.; ORAZEM, L. H.; GARCIA-RUBIO, J. Measurement Models for Electrochemical Impedance Spectroscopy: I . Demonstration of Applicability. **Electrochem**, v. 139, p. 1917-1927, 1992.

*AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS*. **ASTM C876 - 15**: Standard test method for corrosion potentials of uncoated reinforcing steel in concrete.. ASTM, 2015a.

*AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS*. **G106-89**: Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements. ASTM, 2015b.

*AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS*. **G1-03**: Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens. ASTM Special Technical Publication, 2017.

*AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS*. **G59-97**: Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements. ASTM, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 7480** - Aço destinado a armaduras para estruturas de concreto armado - Especificação. Rio de Janeiro, 2007.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 6215**: Produtos siderúrgicos - Terminologia. Rio de Janeiro, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 8953** - Concreto para fins estruturais — Classificação pela massa específica, por grupos de resistência e consistência. Rio de Janeiro, 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 16697** - Cimento Portland — Requisitos. Rio de Janeiro, 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT NBR 15575-1**: Edificações Habitacionais: Desempenho - Parte 1: Requisitos gerais. Rio de Janeiro, 2021.

ANDRADE, C. *et al.* Test methods for on-site corrosion rate measurement of steel reinforcement in concrete by means of the polarization resistance method. **Materials and Structures**. 37, 623–643, 2004. <https://doi.org/10.1007/BF02483292>

BERTOLINI, L. *et al.* **Corrosion of Steel in Concrete Corrosion**. [s.l.] WILEY-VCH Verlag GmbH & Co, 2004.

BERTOLINI, L. **Materiais de construção: patologia, reabilitação, prevenção**. 2. ed. São Paulo: **Oficina de Textos**, 2010.

BORGES, A. L. **Efeitos fíler e pozolânico do pó de vidro em argamassas**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2021.

BOUZEGHAIA, N. *et al.* Effect of passivation on chloride concentration threshold of steel reinforcement corrosion. **Anti-Corrosion Methods and Materials**, v. 64, n. 6, p. 588–598, 2017.

CHAKRI, S. *et al.* Effet de la composition chimique de la solution interstitielle de bétons jeunes sur la passivation d'un acier doux. **Materiaux et Techniques**, v. 103, n. 2, 2015.

FENG, X. *et al.* The influence of plastic deformation on the structure of passive films on carbon steel in simulated pore solution. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 25, n. 2, p. 372–379, 2014.

FERNANDES, W. **Cimento: produção pode ser menos agressiva ao ambiente**. Disponível em: <<https://www.gov.br/capes/pt-br/assuntos/noticias/cimento-producao-pode-ser-menos-agressiva-ao-ambiente>>.

FREITAS, T. O. G. **Efeito do pó de vidro na mitigação da reação álcali-silica de compósitos cimentícios de alto desempenho**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2019.

GHODS, P. *et al.* Angle-resolved XPS study of carbon steel passivity and chloride-induced depassivation in simulated concrete pore solution. **Corrosion Science**. Ed. 58, pg. 159–167, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.01.019>.

GHODS, P. *et al.* XPS depth profiling study on the passive oxide film of carbon steel in saturated calcium hydroxide solution and the effect of chloride on the film properties, **Applied Surface Science**. Ed. 257, pg. 669–677, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.12.120>.

GREEN, W. K. Steel reinforcement corrosion in concrete—an overview of some fundamentals. **Corrosion Engineering Science and Technology**, v. 55, n. 4, p. 289–302, 2020.

GROMBONI, M. F. *et al.* Impact of agro-industrial waste on steel corrosion susceptibility in media simulating concrete pore solutions. **Journal of Cleaner Production**, v. 284, 15 fev. 2021.

GUNAY, H. B. *et al.* Characterization of atomic structure of oxide films on carbon steel in simulated concrete pore solutions using EELS. **Applied Surface Science**, v. 274, p. 195–202, 2013.

JIN, Z. *et al.* Comprehensive properties of passive film formed in simulated pore solution of alkali-activated concrete. **Construction and Building Materials**, v. 319, 2022.

JOHN, P. B. *Corrosion of Steel in Concrete: Understanding, investigation and repair.* [s.l.] **TAYLOR & FRANCIS LTD**, 2003.

KHAN, M. I.; ABBAS, Y. M.; FARES, G. Review of high and ultrahigh performance cementitious composites incorporating various combinations of fibers and ultrafines. **Journal of King Saud University - Engineering Sciences**, v. 29, n. 4, p. 339–347, 2017.

KOCIJAN, A. Corrosion behaviour of AISI 204Cu and AISI 304 stainless steels in simulated pore solution. **International Journal of Materials Research**, v. 104, n. 10, p. 993–998, 2013.

KOGA, G. Y. *et al.* On the intrinsic passivating ability of Belite-Ye'elinite-Ferrite towards carbon steel: A straightforward comparison with ordinary Portland cement. **Corrosion Science**, v. 147, n. November 2018, p. 141–151, 2019.

LATTMANN, B. H.; ALVES, L. M. P. **Corrosão: Princípios, análises e soluções**. 1ª ed. Curitiba: InterSaber, 2020.

LEFT, D. B. *et al.* Effect of methanol extract of *chamaerops humilis* L. leaves (MECHLL) on the protection performance of oxide film formed on reinforcement steel surface in concrete simulated pore solution. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 8, n. 10, p. 11768–11781, 2013.

MAGNABOSCO, R. **Influência da microestrutura no comportamento eletroquímico do aço inoxidável UNS S31803 (SAF 2205)**. Tese (Doutorado em Engenharia). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2001.

MANSOUR, M. A. *et al.* A Systematic Review of the Concrete Durability Incorporating Recycled Glass. **Sustainability (Switzerland)**, v. 15, n. 4, 2023.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concrete: Microstructure, properties and Materials**. Ed.: MC Graw Hill Education. 4ª ed. 2014.

MIAO, W. *et al.* Corrosion behavior of 304SS in simulated pore solution of concrete for use in marine environment. **Journal of the Chinese Society of Corrosion and Protection**, v. 36, n. 6, p. 543–548, 2016.

MODESTI, G. **Avaliação do efeito da composição da solução dos poros na qualidade da passivação e resistência a corrosão da armadura do concreto.** Dissertação (Mestrado): Universidade do Vale do Rio dos Sinos - UNISINOS, 2020.

MORETTI, J. P. **Incorporação de resíduo agroindustrial em matrizes cimentícias.** Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2018.

MUNDRA, S. *et al.* Chloride-induced corrosion of steel rebars in simulated pore solutions of alkali-activated concretes. **Cement and Concrete Research**, v. 100, p. 385–397, 2017.

MUNOT, H.; DESHPANDEA, P.; DELIGEORGIEV, T. Electrochemical Investigations on Semi-conducting Properties of a Passive Film on Conducting Polypyrrole Coated Low Carbon Steel in a Simulated Concrete Pore Solution. **Portugaliae Electrochimica Acta**, v. 37, n. 1, p. 43–50, 2019.

ORTOLAN, V. K.; MANCIO, M.; TUTIKIAN, B. F. Evaluation of the influence of the pH of concrete pore solution on the corrosion resistance of steel reinforcement. **Journal of Building Pathology and Rehabilitation**, v. 1, n. 1, p. 1–7, 2016.

PACEWSKA, B. *et al.* Modification of the properties of concrete by a new pozzolan - A waste catalyst from the catalytic process in a fluidized bed. **Cement and Concrete Research**, v. 32, n. 1, p. 145–152, 2002.

PENG, Y. *et al.* Effect of simulated pore solution on passivation characteristic of P110 steel. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 167, p. 949–956, ago. 2018.

PENG, Y. *et al.* Electrochemical Investigation of Chloride Ion-Induced Breakdown of Passive Film on P110 Casing Steel Surface in Simulated Pore Solution: Behavior and Critical Value Determination. **Metals**, v. 14, n. 1, p. 93, 12 jan. 2024.

PORTO, T. B.; FERNANDES, D. S. G. **Curso básico de concreto armado: conforme NBR 6118/2014.** 1ª ed. São Paulo: [s.n.].

REZENDE, M. DE A. M. **Matriz cimentícia produzida com resíduo agroindustrial: reação álcali-agregado, ataque por sulfatos e passivação do aço.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2019.

REZENDE, M. DE A. M. **Corrosão de armaduras em meios aquosos e porosos de argamassas com agregados alternativos (ACBC E LETA).** Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2022.

RIBEIRO, D. V.; CUNHA, M. P. T. Uso de técnicas de avaliação e monitoramento da corrosão em estruturas de concreto armado. In: SALES, A.; TUTIKIAN, B. F.; SOUSA, C. A. C. de; ALMEIDA, F. do C. R.; CUNHA, M. P. T.; LOURENÇO, M. Z.; CASCUDO, O.; HELENE, P. **Corrosão e degradação em estruturas de concreto: Teoria, controle e técnicas de análise e intervenção**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2018. cap. 10, p. 292-350. ISBN 978-85-352-7487-5.

RIBEIRO, D. V.; SOUZA, C. A.; ABRANTES, J. C. C. Uso da Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) para monitoramento da corrosão em concreto armado. **RIEM - IBRACON Structures and Materials Journal**, v. 8, n. 4, p. 529–546, 2015.

RIZWAN HUSSAIN, R.; ALHOZAIMY, A. M.; AL-NEGHEIMISH, A. Role of scoria natural pozzolan in the passive film development for steel rebars in chloride-contaminated concrete environment. **Construction and Building Materials**, v. 357, 2022.

SALES, R. B. C. *et al.* Durability of Mortar Made with Fine Glass Powdered Particles. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2017, 2017.

SCOTT, A.; ALEXANDER, M. G. Effect of supplementary cementitious materials (binder type) on the pore solution chemistry and the corrosion of steel in alkaline environments. **Cement and Concrete Research**, v. 89, p. 45–55, nov. 2016.

SHANG, B. *et al.* The roles carbonate and bicarbonate ions play on pre-passive HRB400 rebars in simulated pore solutions of deteriorating concrete. **Materials and Corrosion**, v. 69, n. 12, p. 1800–1810, 2018.

SNIS. **Diagnóstico Temático do Manejo de Resíduos Sólidos Urbanos: Visão geral**. Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento (SNIS), 2023. Disponível em: <https://www.gov.br/cidades/pt-br/aceso-a-informacao/acoes-e-programas/saneamento/snis/produtos-do-snis/diagnosticos-snis>. Acesso em: 30 de jan. de 2024.

SOARES, S. M. **Durabilidade de compósitos cimentícios de ultra alto desempenho com incorporação de pó de vidro frente à ação de cloretos**. Tese (Doutorado em Engenharia Civil). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil, Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos., 2021.

TARIQ, S. *et al.* Durability of high volume glass powder self-compacting concrete. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 10, n. 22, p. 1–20, 2020.

SOUSA, C. A. C. de. Princípios da corrosão eletroquímica. In: SALES, A.; TUTIKIAN, B. F.; SOUSA, C. A. C. de; ALMEIDA, F. do C. R.; CUNHA, M. P. T.; LOURENÇO, M. Z.; CASCUDO, O.; HELENE, P. **Corrosão e degradação em estruturas de concreto: Teoria, controle e técnicas de análise e intervenção**. 2ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2018. cap. 10, p. 292-350. ISBN 978-85-352-7487-5.

TORBATI-SARRAF, H.; POURSAEE, A. Study of the passivation of carbon steel in simulated concrete pore solution using scanning electrochemical microscope (SECM). **Materialia**, v. 2, p. 19–22, 2018.

VIEIRA, R. E. **Avaliação da passivação e corrosão do aço CA-50 usando técnicas eletroquímicas em meio de água de poro extraída de pasta de cimento Portland com adição de escória de aciaria modificada**. Dissertação (Mestrado em Ciências). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Química, São Paulo., 2017.

WANG, L. *et al.* Pore solution chemistry of calcium sulfoaluminate cement and its effects on steel passivation. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 9, n. 6, 2019.

WILSON, W. *et al.* Will blended-cement systems with similar chloride penetration potentials resist similarly to corrosion? **6th International Conference on Durability of Concrete Structures, ICDCS 2018**, p. 587–591, 2018.

YOU, N.; SHI, J.; ZHANG, Y. Electrochemical performance of low-alloy steel and low-carbon steel immersed in the simulated pore solutions of alkali-activated slag/steel slag pastes in the presence of chlorides. **Corrosion Science**, v. 205, p. 110438, ago. 2022.

YU, X. *et al.* Effect of  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  content on passivation and corrosion behaviour of steel in a simulated pore solution of  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ -activated slag. **Construction and Building Materials**, v. 146, p. 156–164, 2017.

ZIDOL, A.; TOGNONVI, M. T.; TAGNIT-HAMOU, A. Concrete incorporating glass powder in aggressive environments. **ACI Materials Journal**, v. 118, n. 2, p. 43–52, 1 mar. 2021.

## ANEXO A

A caracterização dos materiais foi realizada por Soares (2021). As tabelas apresentadas a seguir contêm os dados obtidos das propriedades físicas e químicas do cimento CP V, agregado miúdo, aditivo, barras de aço, sílica ativa e pó de vidro utilizados na pesquisa da autora.

O cimento utilizado foi o CP V ARI de alta resistência inicial, fabricado pela Holcim do Brasil S/A.

Tabela A 1– Características físicas do cimento CP V.

Propriedades Físicas	Valores Obtidos
<b>Massa Específica</b>	3,6 g/cm <sup>3</sup>
<b>Início de Pega</b>	135 min
<b>Fim de Pega</b>	210 min
<b>Água para Pasta de Consistência Normal</b>	30%
<b>Finura Retido 75 µm</b>	0,10%
<b>Superfície Específica</b>	665 m <sup>2</sup> /kg
<b>Resistência à</b>	1 dia
<b>Compressão (fcj)</b>	3 dias
	7 dias
	28 dias
	27,5 MPa
	42,0 MPa
	48,7 MPa
	52,2 MPa

Fonte: Soares, 2021.

Tabela A 2 – Características química do cimento CP V.

Componentes	Valores Obtidos (% em massa)
Perda ao Fogo (PF)	4,05
Anidro silícico (SiO <sub>2</sub> )	2,3
Óxido de cálcio (CaO)	61,4
Óxido de estrôncio (SrO)	0,27
Óxido férrico (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	2,49
Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	4,31
Anidrido sulfúrico (SO <sub>3</sub> )	2,97
Óxido de tório (ThO <sub>2</sub> )	<0,01
Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)	0,74
Óxido de potássio (K <sub>2</sub> O)	1,74
Equivalente alcalino (em Na <sub>2</sub> O)	1,88
Óxido de urânio (U <sub>3</sub> O <sub>2</sub> )	<0,01
Óxido de fósforo (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	0,52
Cloreto (Cl <sup>-</sup> )	0,12

Fonte: Soares, 2021.

O agregado miúdo utilizado foi areia de leito de rio quartosa comercializada na cidade de São Carlos/SP, apresentando dimensão máxima do agregado de 1,2 mm e o módulo de finura igual a 1,49.

Tabela A 3 – Caracterização física do agregado miúdo.

<b>Características Físicas</b>	<b>Valores Obtidos</b>
Absorção de água	0,64%
Massa específica	2,56 g/cm <sup>3</sup>
Massa unitária seca solta	1475,78 kg/m <sup>3</sup>
Massa unitária compactada	1617,83 kg/m <sup>3</sup>
Impurezas orgânicas	solução mais clara que a padrão
Determinação do material fino que passa através da peneira 75µm, por lavagem	1,66%

Fonte: Soares, 2021.

Tabela A 4 – Composição granulométrica do agregado miúdo.

<b>Peneira (mm)</b>	<b>% retido</b>	
	<b>Discreta</b>	<b>Acumulado</b>
4,8	0,00	0,00
2,4	0,00	0,00
1,2	1,53	1,53
0,6	15,10	16,63
0,3	23,36	39,99
0,15	51,28	91,26
<b>Fundo</b>	<b>8,74</b>	<b>100,00</b>

Fonte: Soares, 2021.

Tabela A 5 – Composição química do agregado miúdo.

<b>Componentes</b>	<b>Valores Obtidos (% em massa)</b>
Perda ao Fogo (PF)	0,58
Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	3,4
Óxido de cálcio (CaO)	0,071
Óxido de cromo (Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,049
Óxido férrico (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,67
Óxido de potássio (K <sub>2</sub> O)	1,2
Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)	0,37
Anidrido silícico (SiO <sub>2</sub> )	94,0
Dióxido de tório (ThO <sub>2</sub> )	<0,01
Dióxido de titânio (TiO <sub>2</sub> )	0,35
Uraninita (U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	<0,01

Fonte: Soares, 2021.

As barras de aço utilizadas foram do tipo CA-60 com 5 mm de diâmetro.

Tabela A 6 - Composição química do aço.

Elemento	% em massa	Elemento	% em massa	Elemento	% em massa
C	0,12000	V	0,00170	Cu	0,19675
Si	0,08850	W	0,01275	Co	0,01850
Mn	0,42975	Pb	0,00700	Ti	0,00100
P	0,02000	Mg	0,00265	Nb	0,00400
S	0,02575	B	0,00248	Fe	98,75000
Cr	0,08450	Sn	0,05800	Ca	0,00180
Ni	0,09425	Zn	0,00368	Ce	0,00300
Mo	0,00965	As	0,01250	Zr	0,00150
Al	0,03600	Bi	0,00200	La	0,00100

Fonte: Soares, 2021.

A sílica ativa utilizada foi fabricada pela *Elkem* microsílca 920 U da *Elkem Materials South America* e possui uma densidade de 2,25 g/cm<sup>3</sup>.

Tabela A 7 - Propriedades físicas e químicas da sílica ativa.

Propriedade	Valor obtido
Anidro silícico (SiO <sub>2</sub> )	94,10%
Umidade	Máx. 3,00%
% retido na peneira 45 µm	Máx. 10%
Perda ao fogo	3,60%
Área de superfície específica	247 m <sup>2</sup> /kg
Índice de atividade pozolânica	Mín. 105%

Fonte: Soares, 2021.

Tabela A 8 - Composição química da sílica ativa.

Componentes	Valores obtidos (% em massa)
Perda ao Fogo (PF)	3,6
Anidro silícico (SiO <sub>2</sub> )	94,1
Óxido de cálcio (CaO)	<0,2
Óxido de estrôncio (SrO)	<0,2
Óxido férrico (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	<0,5
Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	<0,2
Óxido de titânio (TiO <sub>2</sub> )	<0,2
Óxido de tório (ThO <sub>2</sub> )	<0,01
Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)	0,61
Óxido de potássio (K <sub>2</sub> O)	1,66
Equivalente alcalino (Na <sub>2</sub> O)	1,7
Óxido de urânio (U <sub>3</sub> O <sub>2</sub> )	<0,01

Fonte: Soares, 2021.

O vidro utilizado foi o passante na peneira nº 200, processado a partir de garrafas de cervejas de cor âmbar. Na Tabela A9 é apresentada sua composição química.

Tabela A 9 - Composição química do pó de vidro.

<b>Componentes</b>	<b>Valores obtidos (% em massa)</b>
Perda ao Fogo (PF)	0,58
Anidro silícico (SiO <sub>2</sub> )	74
Óxido de cálcio (CaO)	9,1
Óxido de estrôncio (SrO)	0,039
Óxido férrico (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,42
Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	3,7
Óxido de tório (ThO <sub>2</sub> )	<0,01
Óxido de potássio (K <sub>2</sub> O)	0,56
Óxido de sódio (Na <sub>2</sub> O)	11
Óxido de rubídio (Rb <sub>2</sub> O)	0,016
Óxido de magnésio (MgO)	0,74
Óxido de urânio (U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> )	<0,01

Fonte: Soares, 2021.