

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

LETÍCIA BELINI GULIN

**VIABILIDADE DO USO DE SÍLICA GEL NA IMOBILIZAÇÃO DA  
BACTÉRIA *Bacillus subtilis* PARA MATERIAIS CIMENTÍCIOS  
AUTOCICATRIZANTES**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA  
2019

LETÍCIA BELINI GULIN

**VIABILIDADE DO USO DE SÍLICA GEL NA IMOBILIZAÇÃO DA  
BACTÉRIA *Bacillus subtilis* PARA MATERIAIS CIMENTÍCIOS  
AUTOCICATRIZANTES**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais na Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Florian  
Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Me. Nicole Schwantes-Cezario

LONDRINA  
2019



---

## TERMO DE APROVAÇÃO

LETÍCIA BELINI GULIN

### VIABILIDADE DO USO DE SÍLICA GEL NA IMOBILIZAÇÃO DA BACTÉRIA *Bacillus subtilis* PARA MATERIAIS CIMENTÍCIOS AUTOCICATRIZANTES

Trabalho de conclusão de curso apresentado no dia 03 de Julho de 2019 como requisito para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Londrina. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Sílvia Midori Higa  
(UTFPR – DAEMA)

---

Prof. Dr. Luiz Eduardo de Carvalho  
(UTFPR – DAEMA)

---

Prof. Dr. Márcio Florian  
(UTFPR – DAEMA)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Sílvia Midori Higa

(UTFPR – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais)  
Coordenadora do Curso de Engenharia de Materiais

“A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso.”

## **AGRADECIMENTOS**

Esse trabalho não teria sido realizado sem a ajuda de muitas pessoas. Gostaria de agradecer em especial:

A Deus, por me abençoar com saúde, disposição, força e pessoas incríveis que colocou em meu caminho durante essa caminhada.

Ao professor Márcio Florian pela orientação, apoio, informações prestadas, paciência e dedicação.

Agradeço a minha coorientadora Nicole Schwantes-Cezario, por toda gentileza, conhecimentos compartilhados, solicitude e motivação.

Aos meus pais, Sônia Maria Belini Gulin e Luís Fernando Gulin, meus maiores incentivadores, por todos os conselhos, apoio, amor incondicional, confiança e amizade.

Ao técnico Filippe de Carvalho Bernardino, por toda a ajuda, dicas e paciência.

Aos professores Sílvia Midori Higa e Luiz Eduardo de Carvalho, por serem exemplos durante a graduação, compartilharem os conhecimentos e por toda a colaboração.

Agradeço a minha família e meus amigos, pelo apoio e companheirismo e à Fernanda Ortolani por toda a disposição e paciência para me ajudar nesse trabalho.

Agradeço à Universidade Tecnológica Federal do Paraná por ter me dado tanto conhecimento e amadurecimento pessoal.

Ao PROGRAD/PROREC, pelo auxílio financeiro ao meu trabalho.

*“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria menor se lhe faltasse uma gota”.*  
*(Madre Teresa de Calcutá)*

## RESUMO

GULIN, L. B. **Viabilidade do uso de sílica gel na imobilização da bactéria *Bacillus subtilis* para materiais cimentícios autocicatrizantes.** 2019. 54f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais) – Departamento Acadêmico de Engenharia de Materiais. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2019.

O concreto é o segundo material mais consumido mundialmente, porém o contato da sua estrutura com determinados fluidos pode acarretar a sua deterioração. Fissuras podem permitir a entrada desses fluidos fazendo com que o concreto possa perder algumas propriedades, como a resistência à compressão. O uso de concretos autocicatrizantes pela adição de bactérias é uma forma de selar essas fissuras. Neste trabalho, analisou-se o uso das bactérias *Bacillus subtilis* na concentração de  $10^5$  células/ml e as mesmas mostraram-se favoráveis a esse tipo de aplicação. Pela análise de Espectroscopia de Energia Dispersiva acoplada à Microscopia Eletrônica de Varredura, as bactérias *Bacillus subtilis* mostraram-se precipitadoras de  $\text{CaCO}_3$  em amostras de argamassa. Por meio da análise de Microscopia Óptica, o fechamento de uma fissura de 0,4 mm foi observado ao longo de 168 dias e atribuído à precipitação de  $\text{CaCO}_3$ . Observou-se, também, a imobilização da bactéria *Bacillus subtilis* em sílica gel, influenciando no aumento da resistência à compressão (13,90% no ensaio de 7 dias e 25,29% no de 28 dias). Este aumento também ocorreu pela adição de apenas sílica (3,25% no ensaio de 7 dias e 14,22% no de 28 dias) e apenas da bactéria (11,18% no ensaio de 7 dias e 17,40% no de 28 dias). Não houve mudanças significativas nos resultados do ensaio de absorção de água.

**Palavras-chave:** Concreto. Autocicatrização. Bactéria. *B. subtilis*. Imobilização.

## ABSTRACT

GULIN, L. B. **Viability of silica gel use in immobilization of bacteria *Bacillus subtilis* in self-healing cements.** 2019. 54f. Course completion work (Bachelor in Materials Engineering) - Academic Department of Materials Engineering. Federal University of Technology Paraná. Londrina, 2019.

Concrete is the second material most consumed worldwide, but the contact's structure with fluids can lead to damage. Fissures can allow the entry of these fluids causing the concrete to lose some properties, such as compressive strength. The use of self-healing concretes by the addition of bacteria is a way of sealing these cracks. This work examined the use of *Bacillus subtilis* at a concentration of  $10^5$  cells / ml and they were favorable to this type of application. For Energy Dispersive Spectroscopy analysis coupled to scanning electron microscopy, bacteria *Bacillus subtilis* proved  $\text{CaCO}_3$  precipitating in mortar samples. Through Optical Microscopy analysis, the closing of a 0.4 mm crack was observed over 168 days and assigned to the precipitation of  $\text{CaCO}_3$ . It was noticed that the immobilization of *Bacillus subtilis* on silica gel, influencing the increase in compressive strength test (13.90% in the 7 day and 25.29% in the 28 day). This increase was also due to the addition of only silica (3.25% in the 7 day and 14.22% in the 28 day) and only to the bacterium (11.18% in the 7 day and 17.40% in the 28 days). There were no significant changes in the results of water absorption testing.

**Keywords:** Concrete. Self-healing. *B. subtilis* Bacteria. Immobilization.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Fluxograma da produção do cimento.....	15
Figura 2 - Curva de resistência à compressão versus idade.....	17
Figura 3 - Museu de Arte do Rio de Janeiro.....	19
Figura 4 - Mineirão.....	19
Figura 5 - Museu da Imagem e do Som, no Rio de.....	19
Figura 6 - MEV de amostra contendo (A) calcita, (B) aragonita e (C) vaterita.....	22
Figura 7 - Microscopia de (A) formato da bactéria <i>B. subtilis</i> e (B) formação do biofilme.....	23
Figura 8 - $\text{CaCO}_3$ precipitado pela bactéria <i>B. subtilis</i> .....	23
Figura 9 - Fluxograma da metodologia do trabalho.....	25
Figura 10 - Materiais utilizados na preparação da argamassa.....	28
Figura 11 - Composição da argamassa pronta.....	28
Figura 12 - Mistura de cimento, areia e água com gel de sílica.....	29
Figura 13 - Bactéria sendo pipetada para ser colocada na.....	30
Figura 14 - Finalização de um dia de moldagem.....	31
Figura 15 - Placas galvanizadas para simular.....	32
Figura 16 - Amostra fissurada.....	32
Figura 17 - Amostra durante o ensaio.....	33
Figura 18 - Amostras inseridas na estufa.....	34
Figura 19 - Amostras recobertas com ouro para o MEV.....	36
Figura 20 - Imagem de uma amostra de bactéria <i>B.</i> ....	37
Figura 21 - Acompanhamento das fissuras aos 2, 14, 28 e 168 dias para (A) composição 1, (B) composição 2, (C) composição 3 e (D) composição 4.....	38
Figura 22 - Resultados do ensaio de absorção de água aos 28 dias.....	39
Figura 23 - Estrutura da sílica gel com grupos silanóis presentes.....	40
Figura 24 - MEV e EDS da (A) composição 1, (B) composição 2, (C) composição 3 e (D) composição 4, escala de 20 $\mu\text{m}$ , aumento de 6000 vezes.....	42
Figura 25 - MEV da amostra da composição 4, escala de 20 $\mu\text{m}$ .....	44
Figura 26 - Resultados dos ensaios de resistência à compressão aos 7 e 28 dias.....	45



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tipos de cimento Portlands, adições, aplicações e normas brasileiras. ....	15
Tabela 2 - Misturas, composições e nomenclatura. ....	26

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	11
<b>1.1 OBJETIVOS</b> .....	12
1.1.1 OBJETIVO GERAL .....	12
1.1.2 OBJETIVO ESPECÍFICO .....	12
<b>1.2 JUSTIFICATIVA</b> .....	12
<b>2 REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	14
<b>2.1 CIMENTOS PORTLAND</b> .....	14
<b>2.4 CONCRETO AUTOCICATRIZANTE</b> .....	18
<b>2.5 BACTÉRIA <i>Bacillus subtilis</i></b> .....	20
<b>2.6 MECANISMOS DE AUTOCICATRIZAÇÃO</b> .....	20
<b>2.7 MORFOLOGIA DO <math>\text{CaCO}_3</math>, BACTÉRIA E BIOFILME</b> .....	21
<b>2.8 IMOBILIZAÇÃO DA BACTÉRIA</b> .....	23
<b>2.9 IMOBILIZAÇÃO DA BACTÉRIA EM SÍLICA GEL</b> .....	24
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	25
<b>3.1 AQUISIÇÃO DA BACTÉRIA E DOS MATERIAIS</b> .....	25
<b>3.2 PREPARAÇÃO DA ARGAMASSA</b> .....	26
<b>3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS</b> .....	27
<b>3.4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO</b> .....	33
<b>3.5 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA</b> .....	34
<b>3.6 MICROSCOPIA ÓPTICA</b> .....	35
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	37
<b>4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA</b> .....	38
<b>4.2 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA</b> .....	39
<b>4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA</b> .....	41
<b>4.4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO</b> .....	44
<b>5 CONCLUSÕES</b> .....	48
<b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	49
<b>Referências</b> .....	50

## 1 INTRODUÇÃO

O segundo material mais consumido mundialmente é o concreto, ficando atrás apenas da água. É também o material mais utilizado na construção civil, o que implica em seu elevado consumo e, conseqüentemente, um aumento no consumo dos seus componentes, como o cimento (Instituto Brasileiro do Concreto, 2009). Quando as estruturas de concreto ficam expostas à diversos fatores físicos, químicos e biológicos, ocorre a deterioração desse material resultando em porosidade e, conseqüentemente, na perda de propriedades mecânicas. Quanto mais porosa a estrutura é, mais o concreto está susceptível à penetração de substâncias agressivas, as quais acarretam sua degradação (ACHAL, MUKHERJEE E REDDY, 2011).

Uma forma de proteger os concretos é diminuir sua absorção de água. Hoje em dia, uma grande variedade de produtos está disponível para fazer essa proteção, dentre os quais: tipos de coberturas, repelentes de água e bloqueadores de poros. Porém, esses meios trazem algumas desvantagens, como uma diferença no coeficiente de expansão térmica, degradação através do tempo, custo para constante manutenção, além desses materiais poderem conter solventes que contribuem para poluição ambiental (MUYNCK et al., 2008).

Uma forma que não contribui para essa poluição e que evita futuros reparos é a utilização de concretos autocicatrizantes. Esse concreto pode ser feito por meio de incorporação de bactérias precipitadoras de carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ ) na estrutura do concreto. Essa precipitação é capaz de fechar fissuras, diminuir a porosidade do material e ser capaz de aumentar sua resistência à compressão e diminuir a absorção de água. Ou seja, esse material pode garantir uma maior durabilidade da estrutura.

Alguns tipos de bactérias podem ser adicionados de diversas formas no concreto e uma delas envolve a sua imobilização em sílica gel, a qual protege a bactéria do pH altamente alcalino e da hidratação do cimento (WANG et al., 2012).

Este trabalho tem a intenção de compreender o efeito da imobilização da bactéria *Bacillus subtilis* em sílica gel, analisar o fechamento de fissuras ao decorrer do tempo, verificar a precipitação do carbonato de cálcio e relacionar esses fatores

com as propriedades de resistência à compressão e absorção de água em corpos de prova de argamassa.

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho é analisar o fechamento de fissuras e consequente redução da porosidade em materiais cimentícios que contenham a bactéria *Bacillus subtilis* imobilizada por sílica gel.

### 1.1.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Analisar o fechamento de fissuras pela precipitação de  $\text{CaCO}_3$ ;
- Avaliar o efeito da precipitação de  $\text{CaCO}_3$  nas propriedades de resistência à compressão e absorção de água após a adição da bactéria *Bacillus subtilis*;
- Observar a imobilização da bactéria *Bacillus subtilis* após a adição de sílica à argamassa;
- Verificar a influência da adição de sílica gel nas propriedades de resistência à compressão e absorção de água na argamassa e como é esta influência quando a bactéria está imobilizada.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

Os problemas relacionados à danificação do concreto são recorrentes, como sua degradação e o impacto econômico de manutenção e reparo em sua estrutura. Sua durabilidade está ligada com a capacidade de resistir ao meio no qual está inserido.

A porosidade está diretamente ligada com essa resistência à deterioração e também a propriedades como a resistência à compressão e a absorção de água. Quanto mais poroso o material, menor sua resistência à compressão e maior sua absorção de água, duas situações que agravam sua degradação.

É recorrente o risco de acidentes acarretados pela degradação do concreto. Há registros de diversos desabamentos, como o de uma ponte em Gênova, na Itália (2018) e de viadutos em São Paulo (2009), Belo Horizonte (2014), Fortaleza (2016) e Brasília (2018). Dados apontam que uma a cada cinco pontes ou viadutos precisa de reforma (GOMES, 2018).

Além dessa preocupação, também existe a questão econômica. No trabalho de Medeiros, Andrade e Helene (2011), são apresentados gastos com manutenção de concreto em países desenvolvidos e pode-se observar que o custo com reparos dessas estruturas equivale ao custo para uma nova construção.

Estudar a viabilidade de utilizar materiais que promovem a autocicatrização do concreto é uma forma de analisar maneiras de diminuir a porosidade e, conseqüentemente, evitar a deterioração do mesmo e aumentar a vida útil de utilização, diminuindo riscos de acidentes e impactos econômicos com manutenção e reparos.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 CIMENTOS PORTLAND

Um dos materiais mais utilizados mundialmente na área da construção é o cimento Portland. Ele consiste em um pó fino que endurece sob ação de água e não se decompõe após o endurecimento, ainda que em contato com a mesma. Este pó possui propriedades ligantes, aglomerantes ou aglutinantes e, misturado com outros elementos (água, areia, pedra britada, cal e outros), resulta em concretos e argamassas que são utilizados em casas, edifícios, pontes, barragens, entre outros. O que determina as propriedades e características desses materiais são a qualidade e a proporção dos elementos que os compõem (MEHTA E MONTEIRO, 2014).

Entre os componentes dos concretos e argamassas, o cimento é o mais ativo, do ponto de vista químico. Seus componentes consistem em aluminatos e silicatos, sendo os principais, silicato dicálcico, silicato tricálcico, aluminato tricálcico e ferroaluminato tetracálcico, que reagem com a água e formam produtos de hidratação (TOKUDOME, 2008).

Desta forma, o cimento é o principal transformador na mistura dos materiais e é preciso conhecer suas propriedades e características para aproveitá-las da melhor forma possível em suas diversas aplicações. Existem diversos tipos de cimento Portland e cada um deles é mais adequado para um determinado uso (ABCP, 2002).

Na Tabela 1 são apresentados os principais tipos de cimento Portland, as adições presentes, suas principais aplicações e as normas que os regem.

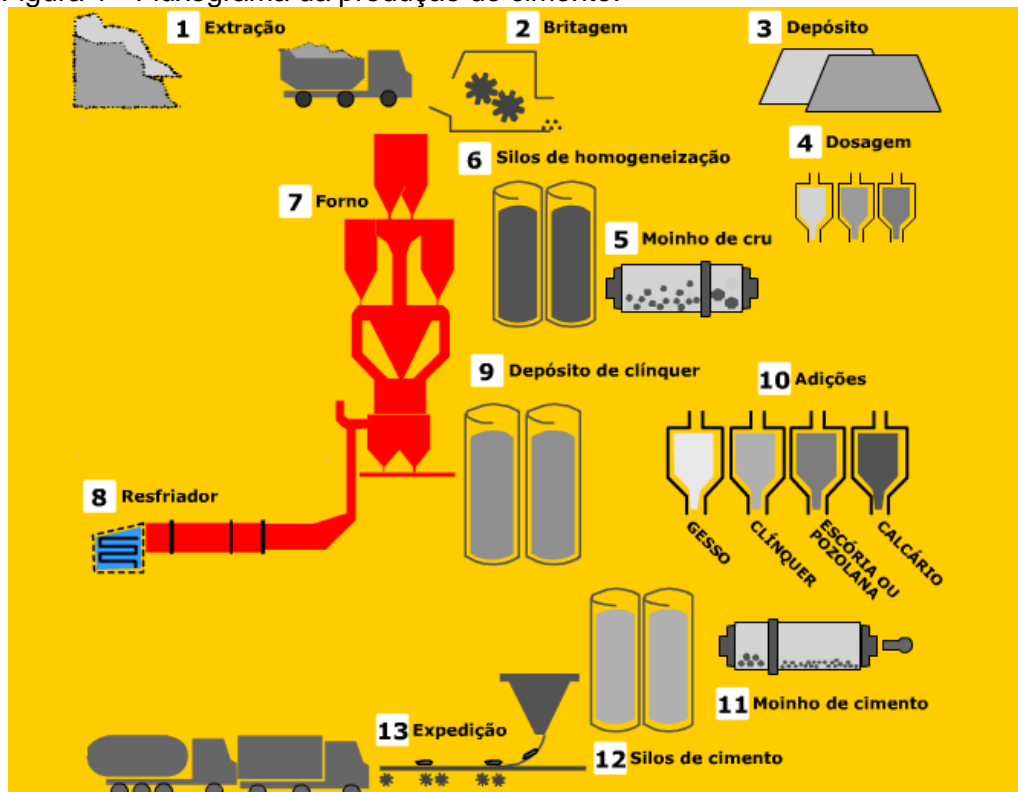
Tabela 1 - Tipos de cimento Portlands, adições, aplicações e normas brasileiras.

Tipos	Adições	Aplicações	Normas Brasileiras
<b>Comum CP I</b>	Gesso	Serviços de construção em geral	NBR 5732
<b>Compostos CP II</b>	CP II-Z: Material pozolânico CP II-E: Escória de alto-forno CP II-F: Material carbonático	Obras civis em geral Estruturas que possam ser atacadas por sulfatos Pisos e pavimentos de concreto, solo-cimento	NBR 11578
<b>De Alto-Forno CP III</b>	Escória de alto-forno	Barragens, pilares, esgotos e efluentes industriais	NBR 5735
<b>Pozolânico CP IV</b>	Material pozolânico	Obras expostas à ação de água corrente e ambientes agressivos	NBR 5736
<b>De Alta Resistência Inicial CP V-ARI</b>	Dosagem diferente de calcário e argila	Edificações de grande porte, postes, lajes, meio-fio	NBR 5733

Fonte: Adaptado de ABCP, 2002.

Na Figura 1, observa-se o fluxograma do processo de produção resumido do cimento desde a extração da matéria-prima.

Figura 1 - Fluxograma da produção do cimento.



Fonte: Adaptado de ABCP, 2009.

A composição do cimento consiste em clínquer e adições, as quais variam nos tipos de cimento e os definem. As matérias-primas do clínquer são o calcário e a argila. A argila moída é misturada com rocha calcária que foi britada e depois moída. Após, ocorre uma pré-homogeneização e dosagem das matérias-primas. A mistura resultante é chamada de “farinha” ou “cru”. Tal mistura é colocada num forno giratório de grandes dimensões e aquecida até 1450°C. Com o calor, a mistura transforma-se no clínquer em forma de pelotas, que é, então, resfriado e moído, transformando-se em pó (ABCP, 2002; MANTEGAZZA, 2004).

Quanto às adições, elas são misturadas com o clínquer na moagem e podem ser: gesso, escórias de alto-forno, materiais pozolânicos e materiais carbonáticos. O gesso é adicionado em todos os tipos de cimento para controlar o tempo de pega, ou seja, o início do endurecimento do clínquer quando entra em contato com a água. As escórias de alto-forno podem conferir maior durabilidade e resistência final por terem a propriedade de ligante hidráulico. Os materiais pozolânicos também desenvolvem essa característica ao estarem na forma de partículas muito finas e estarem na presença de água e outros materiais, como o clínquer (sua hidratação libera hidróxido de cálcio que reage com a pozolana). São encontrados na natureza como rochas vulcânicas ou matérias orgânicas fossilizadas, em algumas argilas queimadas em altas temperaturas, entre outros. Os materiais carbonáticos (*filler*) são rochas moídas formadas por carbonato de cálcio e tornam os concretos e argamassas mais trabalháveis, pois seus grãos podem se alojar entre os grãos dos demais componentes do cimento (ABCP, 2002).

Em contato com a água, o cimento sofre diversas reações químicas, dando origem a diversas fases hidratadas. Os principais produtos de hidratação do cimento são: CSH (silicato de cálcio hidratado), o hidróxido de cálcio e a etringita. O surgimento dessas fases possui velocidades distintas dependendo de diversos fatores, por exemplo, da finura do clínquer, da composição química e da quantidade de água envolvida na mistura. A etringita é o produto dos primeiros estágios de hidratação e em sua composição encontra-se sulfato de cálcio e alumínio hidratado. Sua estrutura assemelha-se a agulhas. O CSH é formado por silício e cálcio que reagem com oxigênio e água, cuja estrutura é fibrilar, alongada e fina, com textura irregular e elevada porosidade, assemelhando-se a uma rede. O hidróxido de cálcio é formado devido à cal livre e é considerado o principal responsável pela elevada

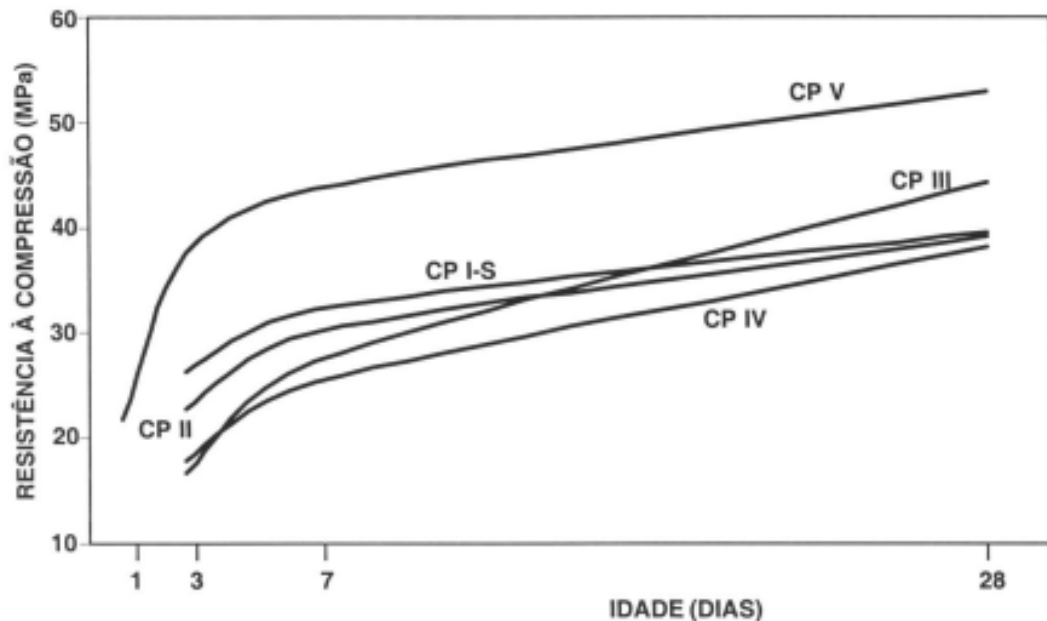


alcalinidade da matriz cimentícia. Sua estrutura tem formato hexagonal e lamelar. (SENFF, FOLGUERAS E HOTZA, 2005; SCHWANTES, 2017).

## 2.2 CIMENTO PORTLAND DE ALTA RESISTÊNCIA INICIAL

O cimento Portland de alta resistência inicial (CP V-ARI) tem a capacidade de atingir altas resistências, em relação aos outros tipos, logo nos primeiros dias de aplicação. Isso ocorre pela utilização de uma dosagem diferente de calcário e argila e por uma moagem mais fina do cimento, fatores que fazem a reação com a água ocorrer em maior velocidade. Essa superioridade está representada pela Figura 2, a qual contém uma curva que relaciona a evolução média de resistência à compressão com o passar dos dias (ABCP, 2002).

Figura 2 - Curva de resistência à compressão versus idade.



Fonte: ABCP, 2002.

Como pode-se observar, na idade de 1 dia, o CP V-ARI já apresenta uma resistência à compressão que não é vista nos outros tipos de cimento. Nas idades de 3, 7 e 28 dias, todos os cimentos apresentam resistência à compressão, porém o CP V-ARI mostra-se sempre superior em termos dessa propriedade.

## 2.3 ARGAMASSA E CONCRETO

Os cimentos Portland podem compor diversos materiais, como a argamassa e o concreto. A argamassa é um composto de uma mistura de cimento, areia e água. A areia pode ser chamada também de agregado miúdo. O concreto, além de cimento, agregados miúdos e água, possui também agregado graúdo em sua composição. A proporção de tais elementos nas composições desses materiais é definida pelo traço. Uma argamassa pode ser preparada, por exemplo, com um traço 1:2,6:0,57 (cimento:agregado miúdo:relação água/cimento) (FABRO et al., 2011).

O agregado miúdo pode ser definido como areia de origem natural ou resultante do britamento de rochas estáveis ou uma mistura de ambos, cujas partículas devem ser menores que 4,8 mm. Já o agregado graúdo é definido como pedregulho ou brita proveniente de rochas estáveis, cujas partículas devem ser maiores que 4,8 mm (RIBEIRO JÚNIOR, 2015).

## 2.4 CONCRETO AUTOCICATRIZANTE

Os concretos autocicatrizantes são concretos que têm a capacidade de reparar suas próprias fissuras. Esse reparo pode acontecer de diversas formas, como a hidratação de partículas ainda não hidratadas, adição de polímeros encapsulados e utilização de bactérias, sendo a última mais compatível com a matriz de concreto e mais ecologicamente correta (TAKAGI, 2013; WANG et al., 2012).

A utilização de bactérias envolve mecanismos nos quais elas são capazes de precipitar cristais de  $\text{CaCO}_3$ . Estes cristais proporcionam a autocicatrização das fissuras por atuarem como agentes biocimentantes. Para essa função, algumas bactérias do gênero *Bacillus* já foram utilizadas, dentre as quais se destacam *B. cereus*, *B. pasteurii*, *B. subtilis*, *B. sphaericus* e *Mixococcus xanthus* (SCHWANTES-CEZARIO et al., 2017; TITTELBOOM et al., 2009).

A aplicação desses concretos é indicada em construção de reservatórios, estruturas de saneamento, túneis, estações de metrô, entre outros. Por ser mais caro que o concreto convencional, é recomendado para construções pesadas. No

Brasil, os concretos autocicatrizantes (porém, não por meio de bactérias) já são aplicados em algumas construções, por exemplo, no Museu de Arte do Rio de Janeiro, no Estádio Magalhães Pinto, em Minas Gerais e no Museu da Imagem e do Som, no Rio de Janeiro, respectivamente, Figuras 3, 4 e 5 (MOREIRA, 2016; ITAMBÉ, 2016).

Figura 3 - Museu de Arte do Rio de Janeiro.



Fonte: Bergamo, 2015.

Figura 4 - Mineirão.



Fonte: Adaptado de Instituto de Engenharia, 2012.

Figura 5 - Museu da Imagem e do Som, no Rio de Janeiro.



Fonte: Projeto Design, ed. 372.

## 2.5 BACTÉRIA *Bacillus subtilis*

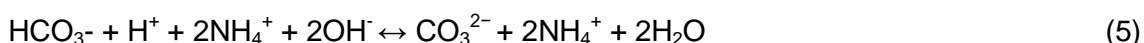
Entre as bactérias citadas, a bactéria estudada neste trabalho é a *B. subtilis*, pois existem análises demonstrando resultados significativos, nas quais utiliza uma fonte de cálcio, se reproduz rapidamente e suas células são capazes de produzir biofilme e esporos e, conseqüentemente, reparar fissuras, cujas espessuras variam até 0,4 mm (SCHWANTES-CEZARIO, NOGUEIRA, TORALLES, 2017).

A *B. subtilis* é aeróbica e se reproduz rapidamente, divide-se por fissão binária: duplicação do material genético, aumento do tamanho e posterior formação do septo de divisão no meio da célula, originando duas células-filhas idênticas. Quando a bactéria está em um meio de carência nutricional, a *B. subtilis* sofre um processo de esporulação, no qual ela forma esporos que são capazes de sobreviver em condições extremas, como falta de água e sob calor intenso, até mesmo em um pH altamente alcalino, como o do concreto, o qual varia entre 11 e 13 (MEIRA, 2010; MOREIRA, 2016).

Para os concretos autocicatrizantes, segundo Ghosh et al., (2009), o valor de concentração dessa bactéria que trouxe melhores resultados foi o de  $10^5$  células/ml. Krishnapriya, Babu e Arulraj (2015) e Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017) utilizaram essa mesma concentração e obtiveram aumento na resistência à compressão devido à precipitação do carbonato de cálcio. De acordo com Chahal e Siddique (2013), a resistência à compressão da mistura com  $10^5$  células/ml foi 11% maior do que a com  $10^3$  células/ml e 13,5% maior do que a com  $10^7$  células/ml.

## 2.6 MECANISMOS DE AUTOCICATRIZAÇÃO

Segundo Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017), dois metabolismos principais envolvem a autocicatrização: hidrólise da ureia e mudança de pH. A bactéria produz uma enzima chamada urease, que catalisa a hidrólise da ureia ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ ) em amônio ( $\text{NH}_4^+$ ) e íon carbonato ( $\text{CO}_3^{2-}$ ). Isso acontece em diversas etapas, conforme as Equações de 1 à 6.



Primeiramente, a ureia é hidrolisada em carbamato e amônia, como representado na Equação 1. O carbamato espontaneamente hidrolisa e forma amônia e ácido carbônico (Equação 2). Estes produtos formam os íons bicarbonato, amônio e hidróxido (Equações 3 e 4), aumentando o pH do meio. Esse aumento desequilibra o íon bicarbonato, formando íons carbonato, como é representado na Equação 5. A parede da célula bacteriana é carregada negativamente e, portanto, atrai os íons  $\text{Ca}^{2+}$  para a mesma. Estes íons vão reagir com o carbonato formado levando à precipitação de  $\text{CaCO}_3$  na parede da célula, como demonstrado na Equação 6.

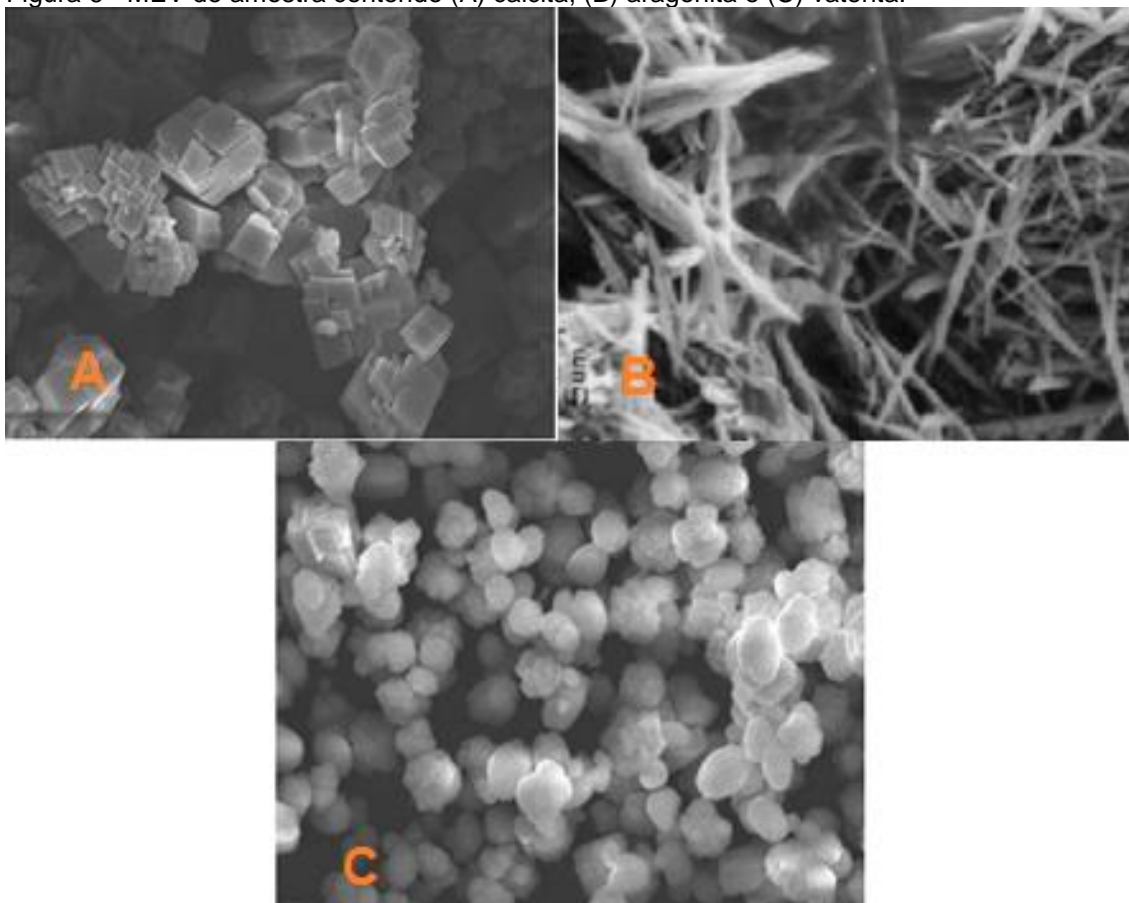
Quando a bactéria não é ureolítica, ela também é capaz de produzir o biofilme, mecanismo no qual a superfície da célula funciona como um lugar de nucleação. A precipitação do  $\text{CaCO}_3$  ocorre quando a bactéria entra em contato com uma fonte de cálcio. O íon  $\text{Ca}^{2+}$  tende a se aproximar da parede da célula (possui negatividade) e formar o biofilme, causando uma mudança no pH. O íon  $\text{CO}_3^{2-}$ , proveniente, principalmente, do  $\text{CO}_2$  produzido na respiração da bactéria reage com o  $\text{Ca}^{2+}$ , precipitando também o  $\text{CaCO}_3$  (SCHWANTES-CEZARIO et al., 2017).

## 2.7 MORFOLOGIA DO $\text{CaCO}_3$ , BACTÉRIA E BIOFILME

Por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura, é possível ver a cristalização do  $\text{CaCO}_3$  precipitado. Esta molécula possui diferentes polimorfos, como a calcita (mais comum), aragonita e vaterita (FRANCISCO e TEIXEIRA, 2009).

Os exemplos de imagens obtidas no microscópio óptico mostrando essas estruturas, respectivamente, estão representadas na Figura 6.

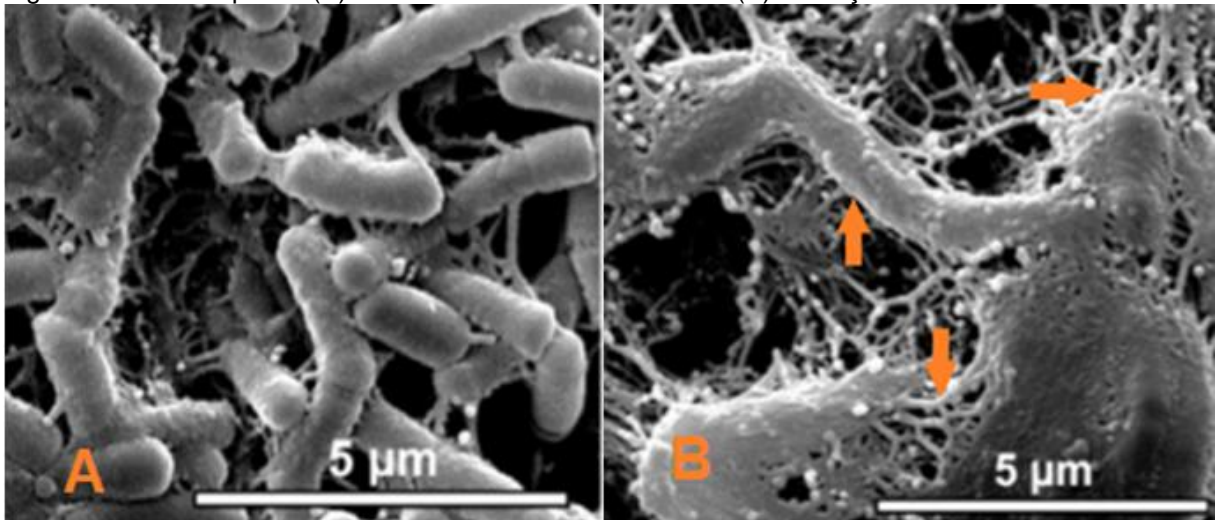
Figura 6 - MEV de amostra contendo (A) calcita, (B) aragonita e (C) vaterita.



Fonte: Adaptado de Sociedade Brasileira de Química (2008) e Moura, Cordeiro-Marino e Guimarães, 1999.

Outras estruturas vistas por Microscopia Eletrônica de Varredura incluem o formato da bactéria bacilos e a precipitação do  $\text{CaCO}_3$  na presença da bactéria *B. subtilis* e biofilme formado. Essas estruturas estão representadas na Figura 7, respectivamente. A formação do biofilme está apontada por flechas.

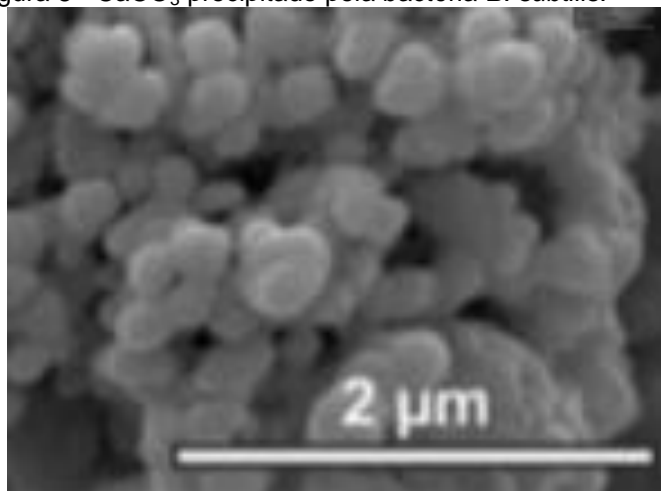
Figura 7 - Microscopia de (A) formato da bactéria *B. subtilis* e (B) formação do biofilme.



Fonte: Adaptado de Schwantes-Cezario et al. (2017).

De acordo com Schwantes-Cezario et al., (2017) a morfologia encontrada para o  $\text{CaCO}_3$  precipitado pela bactéria *Bacillus subtilis* foi a da vaterita, como mostrado na Figura 8.

Figura 8 -  $\text{CaCO}_3$  precipitado pela bactéria *B. subtilis*.



Fonte: Adaptado de Schwantes-Cezario et al. (2017).

## 2.8 IMOBILIZAÇÃO DA BACTÉRIA

Um dos problemas que restringe o crescimento da bactéria é o pH altamente alcalino do concreto. Outro problema é que as células da bactéria podem ser destruídas durante o processo de hidratação do cimento. Isso ocorre pelo alto pH ao

qual a bactéria está inserida (pH próximo de 12), pela diminuição do tamanho do diâmetro dos poros durante a hidratação e pela elevação de temperatura causada pelas reações desse processo. Maneiras de resolver esses problemas envolvem a imobilização da bactéria em substâncias adequadas, como a sílica gel e poliuretano (PU). O PU mostrou-se eficiente para rachaduras mais largas (3,18 mm), enquanto a sílica gel, para fissuras (TITTLEBOOM et al., 2009; WANG et al., 2010).

## **2.9 IMOBILIZAÇÃO DA BACTÉRIA EM SÍLICA GEL**

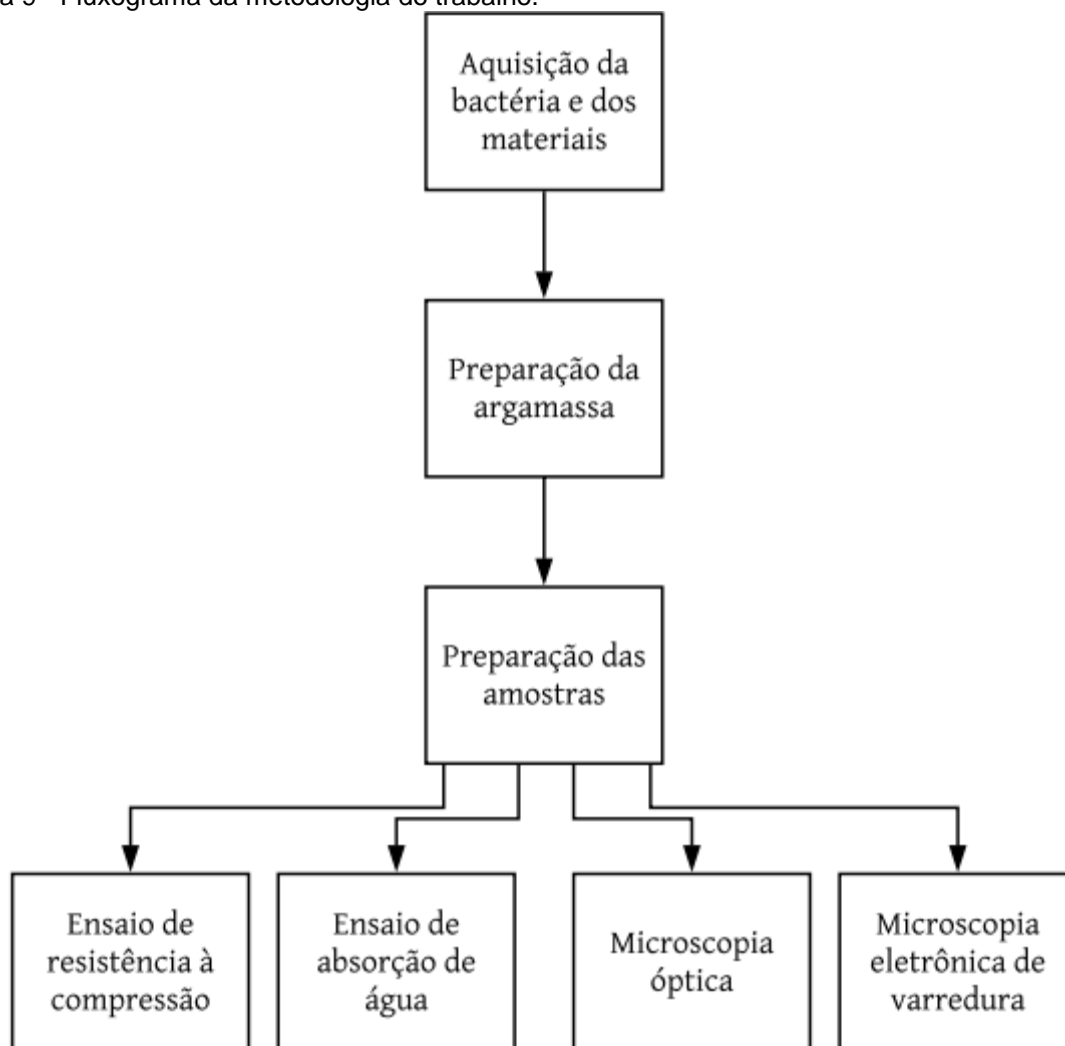
Segundo Wang et al. (2010), a sílica gel é um transportador de microrganismos popular, porque tem boas propriedades mecânicas e térmicas, estabilidade e é inerte biologicamente. Ela se forma quando a sílica sol entra em contato com  $\text{Ca}^{2+}$  que está presente no concreto e ao mesmo tempo as bactérias são imobilizadas pela sílica gel. Uma solução salina é utilizada para auxiliar no processo da sílica sol se transformar em sílica gel.



### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia empregada no estudo é ilustrada na Figura 9. Cada etapa será discutida e melhor detalhada na sequência.

Figura 9 - Fluxograma da metodologia do trabalho.



Fonte: Autoria própria.

#### 3.1 AQUISIÇÃO DA BACTÉRIA E DOS MATERIAIS

A bactéria *Bacillus subtilis* foi fornecida pela coorientadora Nicole Schwantes-Cezario, do Departamento de Construção Civil, doutoranda na

Universidade Estadual de Londrina. A concentração utilizada foi de  $10^5$  células/ml numa solução salina.

A areia quartzosa de rio, o cimento Portland de alta resistência inicial (CP V - ARI) e os moldes de PVC foram utilizados para confeccionar as amostras.

A sílica gel utilizada foi a Aerosil® 200 da empresa Evonik.

Placas galvanizadas com espessura de 0,43 mm foram utilizadas para gerar a fissura na argamassa.

Outros materiais foram utilizados para auxiliar no desenvolvimento do projeto, como: cloreto de sódio, óxido de cálcio, espátulas, béquer, rolo de papel filme, tesoura, bacia, bandeja, soquete, pisos para apoio dos moldes, desmoldante, pincel, baldes, cano de PVC, pá de jardineiro e neoprene.

### 3.2 PREPARAÇÃO DA ARGAMASSA

Pelo fato da argamassa e do concreto apresentarem composições semelhantes e pela praticidade na utilização da argamassa, as amostras foram feitas deste material.

Para preparar a argamassa foram feitas quatro misturas diferentes. Essas misturas foram chamadas de 1, 2, 3 e 4. Suas composições estão representadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Misturas, composições e nomenclatura.

Nome da mistura	Composição	Nomenclatura
1	Cimento, areia e água	C + A
2	Cimento, areia, água e sílica gel	C + A + S
3	Cimento, areia, água e bactéria	C + A + B
4	Cimento, areia, água, bactéria e sílica gel	C + A + B + S

Fonte: Autoria própria.

A argamassa foi composta de uma parte de cimento, três de areia e uma relação água/cimento de 0,50, portanto um traço de 1:3:0,50. As bactérias sem imobilização e imobilizadas em sílica gel foram adicionadas durante o amassamento.

Para verificar a quantidade dos materiais utilizados, foram realizados cálculos relacionando o volume dos corpos de prova com o traço.

Para o crescimento das bactérias que compuseram a argamassa, elas foram inoculadas no meio de cultivo LB (Luria-Bertani), de acordo com estudo já realizado (SCHWANTES-CEZARIO, NOGUEIRA, TORALLES, 2017).

### **3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS**

Os moldes utilizados foram cortados de um cano de PVC de quatro metros. Os cortes foram feitos por uma serra de bancada da empresa FUNDISA. Trinta e dois moldes foram obtidos com dimensões de 50 mm de diâmetro e 100 mm de altura.

As amostras foram preparadas em um dia. Oito corpos de prova foram produzidos para cada composição. Estas amostras foram destinadas aos ensaios de resistência à compressão e absorção de água.

Para calcular a quantidade de material utilizado em cada composição, foram feitos cálculos relacionando o volume dos moldes com o traço. Nas quatro composições, o volume era o mesmo, pois os corpos de prova tinham as mesmas dimensões. Relacionando área da base e altura, obteve-se um volume de 196,35 cm<sup>3</sup>. Utilizando um valor de densidade de argamassa de 2,4 g/cm<sup>3</sup> e, relacionando a densidade ao volume, calculou-se que a massa total de material utilizada para cada composição seria de 3.769,2 g.

Para preparar a primeira composição (C+A), primeiramente pesou-se 942,48 g de cimento, 2827,44 g de areia e 471,24 mL de água, obedecendo ao traço estabelecido de 1:3:0,50. Essas quantidades foram as mesmas em todas as composições. Na Figura 10, estão apresentados os materiais pesados e os moldes prontos para receber a primeira mistura.

Figura 10 - Materiais utilizados na preparação da argamassa.



Fonte: Autoria própria.

Primeiramente, misturou-se o cimento e a areia, até que a mistura ficasse de uma cor uniforme. Após, adicionou-se a água aos poucos. A mistura obtida está apresentada na Figura 11. Para receber a mistura, os moldes receberam uma aplicação de desmoldante.

Figura 11 - Composição da argamassa pronta.



Fonte: Autoria própria.

Para moldar os corpos de prova, adaptou-se a norma NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão (ABNT, 1997). A colocação da argamassa no molde foi feita com o auxílio da espátula, em quatro camadas de alturas aproximadamente iguais, recebendo cada camada 30 golpes uniformes com o soquete, homoganeamente distribuídos. Para finalizar, rasava-se o topo do corpo de prova.

Para a utilização da sílica gel, foi preparada uma mistura de 30 g do pó de sílica com 100 mL de água, conforme o estudo já realizado (TITTLEBOOM et al., 2009).

Para a segunda composição (C+A+S), o mesmo procedimento foi realizado em relação ao cimento e à areia. Para a formação da sílica gel, adicionou-se 10 mL de água deionizada com 1,2 g de cloreto de sódio a 40 ml da solução preparada anteriormente e levou-se essa mistura a um misturador magnético até que a consistência se assemelhasse à de um gel. A água utilizada nesse procedimento foi descontada da água total que seria utilizada para a mistura (471,24 mL). Portanto, ao misturar a areia, o cimento e a água, a quantidade de água utilizada foi de 421,24 mL. O gel foi colocado após esses materiais. Na Figura 12, pode-se observar a mistura do cimento, da areia e da água com o gel por cima, antes de misturá-lo. Para a moldagem, a compactação foi adaptada da norma NBR 7215/1997.

Figura 12 - Mistura de cimento, areia e água com gel de sílica.



Fonte: Autoria própria.

Para a terceira composição (C+A+B), a quantidade de bactérias de  $10^5$  células/ml foi colocada na água que havia sido separada para a mistura, com um acréscimo de 0,85% de cloreto de sódio, para manter o meio isotônico para a bactéria.

Na Figura 13, pode-se observar a bactéria sendo pipetada para ser colocada na água de amassamento.

Figura 13- Bactéria sendo pipetada para ser colocada na água de amassamento.



Fonte: Autoria própria.

Após, a moldagem seguiu o mesmo procedimento das outras duas argamassas.

Para a quarta composição (C+A+B+S), a quantidade de bactérias de  $10^5$  células/ml e 0,85% de cloreto de sódio foram colocados na água separada para essa composição. O procedimento usado na preparação da sílica gel na composição 2 (C+A+S) foi repetido, porém adicionou-se 50 ml da água com bactéria à solução.

Uma pequena amostra da água com bactéria foi analisada no estereoscópio da empresa PHYSIS para verificar se houve a imobilização da mesma em sílica gel.

Os 100 mL de água utilizados na preparação da imobilização da bactéria em sílica gel foram descontados da água total separada para a composição. Portanto, primeiramente misturou-se as quantidades determinadas de cimento e areia com 371,24 mL de água com bactéria e depois adicionou-se a sílica gel com a bactéria.

Ao final de cada moldagem, um pedaço de papel filme era colocado sobre a amostra para que não evaporasse água e causasse porosidade. Na Figura 14, pode-se observar trinta e dois corpos de prova após a finalização da moldagem.

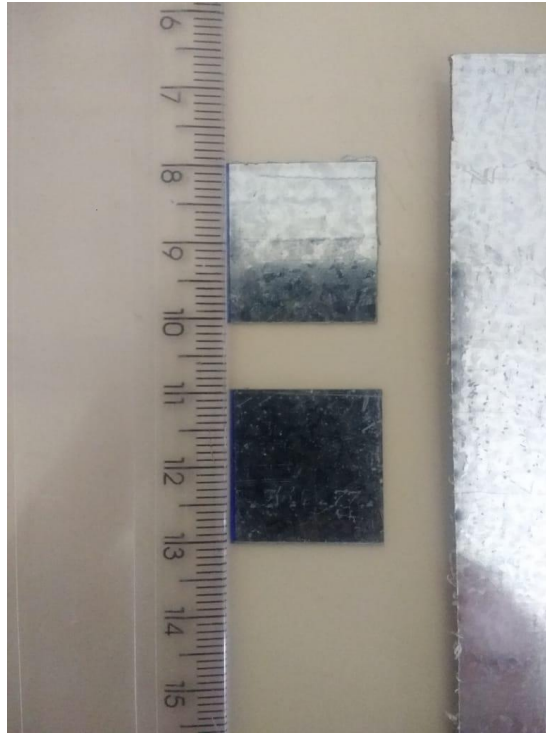
Figura 14- Finalização de um dia de moldagem.



Fonte: Autoria própria.

Para realizar a análise da fissura, foram feitas quatro amostras com uma fissura em cada uma delas. Cortou-se um CAP para que servisse como molde e a altura obtida foi de aproximadamente 2 cm. Com a ajuda de uma espátula, colocou-se uma certa quantidade da composição e deu-se alguns golpes com o soquete até que o molde estivesse preenchido. A fissura foi feita colocando uma placa de 2 cm x 2 cm e espessura de 0,43 mm na superfície da amostra. Na Figura 15, pode-se verificar duas placas cortadas que, ao serem colocadas nas amostras, simularam a fissura.

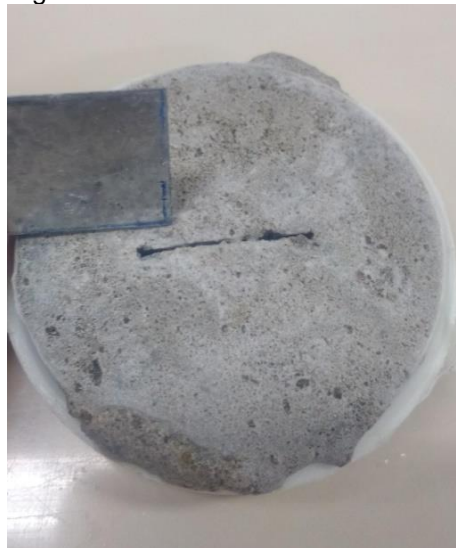
Figura 15- Placas galvanizadas para simular as fissuras.



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 16, observa-se a amostra já fissurada com a placa galvanizada para simulação da fissura. O mesmo procedimento foi realizado para as quatro composições.

Figura 16- Amostra fissurada.



Fonte: Autoria própria.



Após vinte e quatro horas da finalização das moldagens, os corpos de prova foram colocados em quatro baldes (um para cada composição) contendo água saturada de óxido de cálcio e permaneceram desta forma até as idades de ensaio.

### 3.4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

O ensaio de resistência à compressão foi realizado adaptado da norma NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão (ABNT, 1997). As alterações da norma para viabilidade do ensaio foram realizadas no molde e no capeamento. Os corpos de prova foram rompidos nas idades de 7 e 28 dias, no equipamento universal de ensaios, modelo WDW-100E da empresa Shijin. Para regularizar a superfície, foi utilizado um pedaço de neoprene. Dessa forma, houve uma melhor distribuição da aplicação da carga. Tal aplicação foi realizada com uma velocidade de 0,5 kN/s e uma pré-carga de 0,3 kN. Para cada composição, foram ensaiados quatro corpos de prova.

As amostras foram envolvidas por papel filme para evitar que os pedaços rompidos caíssem no equipamento. Na Figura 17, pode-se observar um corpo de prova durante o ensaio de 28 dias.

Figura 17- Amostra durante o ensaio.



Fonte: Autoria própria.

### 3.5 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

O ensaio de absorção de água foi realizado adaptando a norma NBR 9778: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica (ABNT, 2006).

Após 21 dias, três amostras de cada composição foram colocadas em uma Estufa de Secagem e Esterilização, modelo 320 – SE, da empresa FANEM na qual permaneceram por 72 horas à 105 °C e, depois de retiradas, foram pesadas em balanças analítica.

Determinadas as massas das amostras, elas foram inseridas em uma bandeja com água até 1/3 das mesmas. Após 4 horas, até 2/3. Após mais 4 horas, foram submersas em água e mantidas desta forma por 72 horas e após suas massas foram novamente determinadas.

Na Figura 18, pode-se observar as amostras inseridas na estufa.

Figura 18 - Amostras inseridas na estufa.



Fonte: A autoria própria.

A massa do corpo de prova saturado é chamada de  $M_{\text{sat}}$  e do corpo de prova seco,  $M_s$ . A absorção de água foi calculada de acordo com a Equação 7.

$$\frac{Msat - Ms}{Ms} \times 100 \quad (7)$$

### 3.6 MICROSCOPIA ÓPTICA

Imagens das amostras que haviam sido fissuradas foram obtidas no Microscópio óptico com câmera acoplada Axio Scope.A1, da empresa ZEISS, modelo da câmera é o AxioCam ERc5s.

As fotos e vídeos foram feitos com 2, 14, 28 e 168 dias para cada composição, com um aumento de 50x, em uma escala de 500 µm.

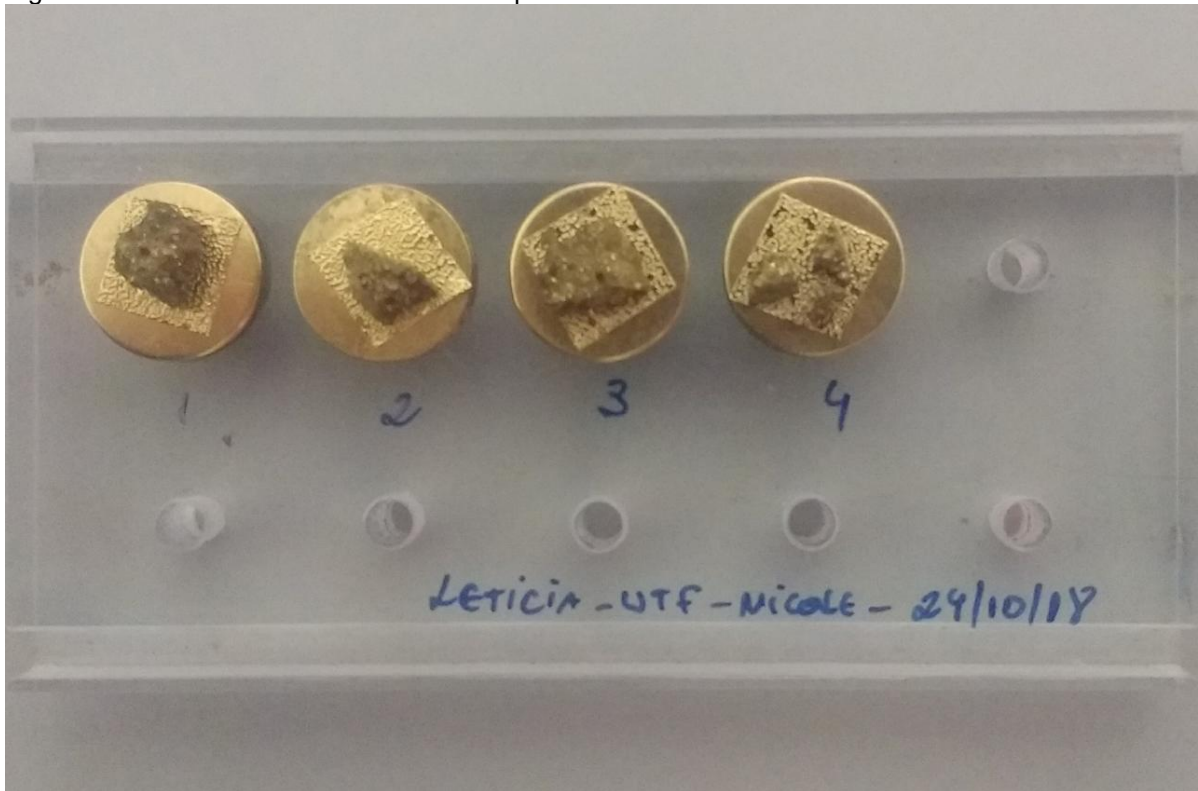
### 3.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada no Laboratório de Microscopia Eletrônica e Micro Análise – LMEN, da Universidade Estadual de Londrina – UEL, no Microscópio modelo FEI Quanta 200.

As amostras para a realização das análises foram retiradas do ensaio de resistência à compressão realizado ao sétimo dia de cura. As amostras foram, então, mantidas em água saturada de óxido de cálcio até serem levadas ao laboratório para serem recobertas com ouro.

O tamanho das amostras foi de aproximadamente 0,5 cm x 0,5 cm x 0,5 cm. Uma imagem delas recobertas com ouro pode ser vista na Figura 19.

Figura 19 - Amostras recobertas com ouro para o MEV.



Fonte: Autoria própria.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para verificar se houve a imobilização da bactéria em sílica gel, observou-se a imagem tirada no estereoscópio da marca Physis e que está apresentada na Figura 20.

Figura 20 - Imagem de uma amostra de bactéria *B. subtilis* imobilizada em sílica gel.



Fonte: Autoria própria.

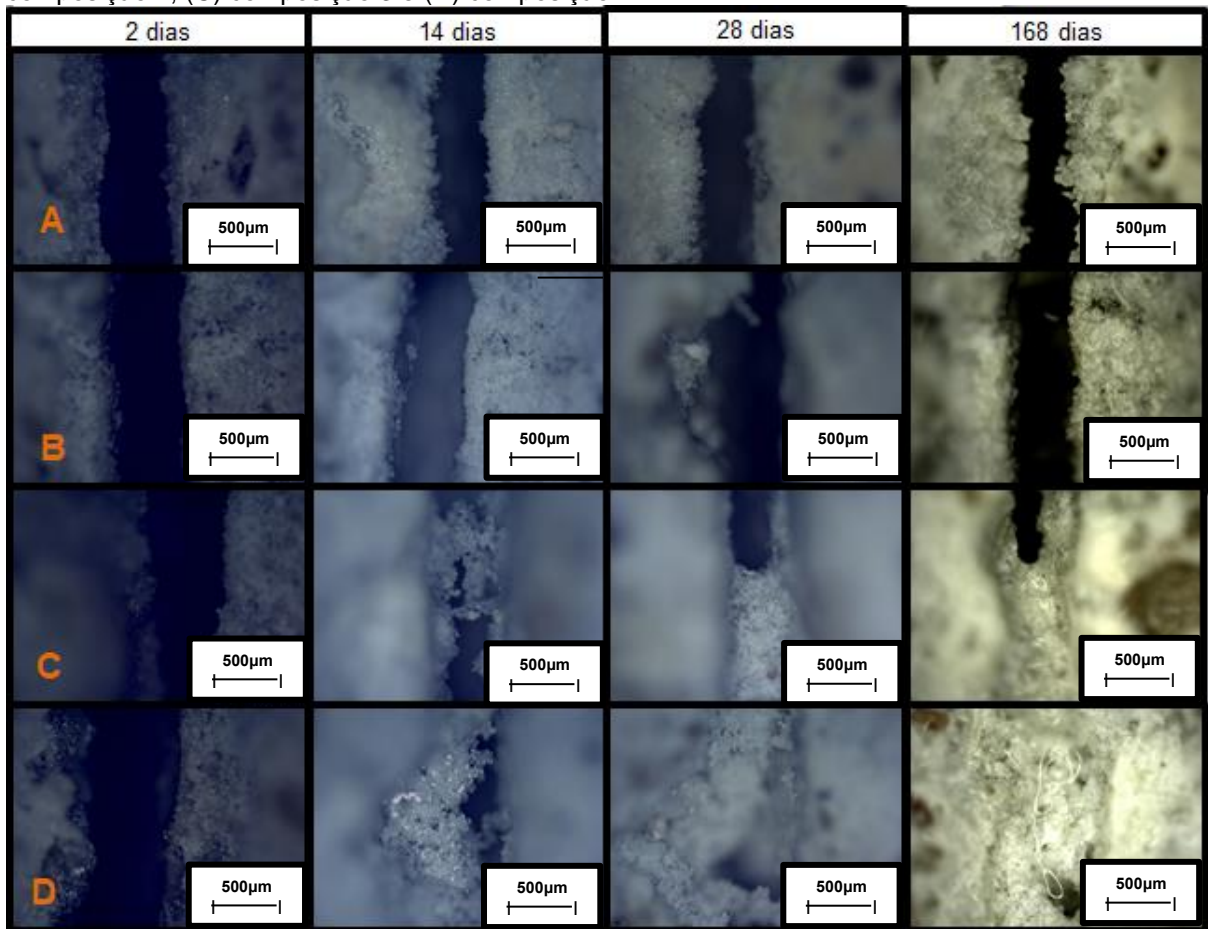
Sabe-se que é possível identificar os esporos num estereoscópio por pontos brilhantes (FIGUEIREDO et al., 1989). No centro e no lado esquerdo da foto, pode-se observar dois aglomerados de um material que parece formar uma rede. Essa característica é a mesma que a sílica obtém ao se tornar sílica gel. No interior desses aglomerados, é possível observar pontos brilhantes, os quais podem ser os esporos. É possível que a sílica gel ainda não estivesse totalmente formada e por isso pode-se ver um ponto brilhante sem estar envolvido nesse material na parte superior da imagem.

A partir dessa análise, é provável que a bactéria tenha sido imobilizada pela sílica gel ao entrar em contato com a mesma.

#### 4.1 MICROSCOPIA ÓPTICA

Na Figura 21, pode-se verificar as imagens tiradas das fissuras com 2, 14, 28 e 168 dias após a moldagem. É feita uma comparação entre as fissuras de uma mesma composição.

Figura 21 - Acompanhamento das fissuras aos 2, 14, 28 e 168 dias para (A) composição 1, (B) composição 2, (C) composição 3 e (D) composição 4.



Fonte: Autoria própria.

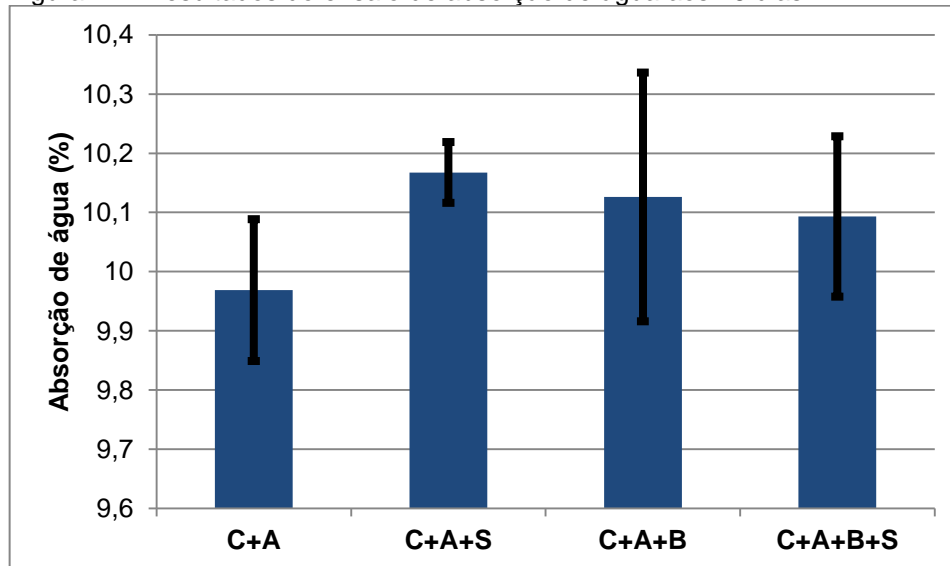
Nas composições 1 e 2, não foi observado o fechamento das fissuras ao longo dos dias, enquanto que nas composições 3 e 4, verifica-se um fechamento parcial das fissuras aos 14 dias e um fechamento de determinadas regiões quase completo aos 28 dias. Aos 168 dias, pode-se observar que mais regiões foram fechadas e isso pode ser um indicativo de que, ao longo do tempo, o fechamento das fissuras é cada vez maior.

As composições 3 e 4 possuem bactérias precipitadoras de  $\text{CaCO}_3$ , provável razão pela qual a fissura está sendo fechada com o passar dos dias.

## 4.2 ENSAIO DE ABSORÇÃO DE ÁGUA

Na Figura 22, pode-se observar plotados no gráfico os resultados médios da porcentagem de absorção de água para cada composição dos corpos de prova ensaiados aos 28 dias, assim como o desvio padrão e o erro.

Figura 22 - Resultados do ensaio de absorção de água aos 28 dias.



Fonte: Autoria própria.

A absorção de água é um indício do aumento ou da diminuição da porosidade. Dessa forma, ao adicionar a sílica e a bactéria, tanto separadas quando na imobilização, esperava-se uma diminuição na absorção, como estudado por Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017) e Park et al., (2012).

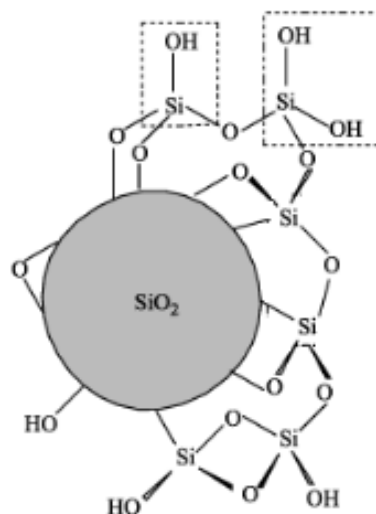
Os valores encontrados neste trabalho variaram em torno de 10% e, considerando a barra de erros e o desvio padrão, não houve significativa variação na absorção de água ao adicionar apenas bactéria, apenas sílica e bactéria imobilizada em sílica. Para a adição apenas da bactéria, no ensaio de 28 dias, Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017) encontraram o valor de 8,19%. Também aos 28 dias, Park et al., (2012) encontraram 11,09% de absorção de água. O valor

encontrado neste trabalho está, portanto, compatível com os valores das referências, mas não houve a diminuição esperada em relação à amostra composta cimento, areia e água.

Em relação à adição apenas de sílica gel e da bactéria imobilizada em sílica gel, não há comparações na literatura, pois as referências utilizadas não utilizaram a mesma metodologia deste trabalho.

O aumento verificado na absorção de água ao adicionar sílica, em relação à composição 1, pode ser explicado pela estrutura da sílica gel. Disperso por toda a sua superfície, a sílica apresenta uma grande quantidade de grupos silanóis (Si-OH). Esses grupos conferem à sílica propriedades polares e podem ser considerados sítios de adsorção de moléculas de água, como descrito por Prado, Faria e Padilha (2005). Na Figura 23, é observada a estrutura da sílica gel com os grupos silanóis presentes.

Figura 23 - Estrutura da sílica gel com grupos silanóis presentes.



Fonte: Adaptado de Prado, Faria e Padilha (2005).

Dessa forma, a maior absorção de água nas composições que continham sílica gel pode ser explicada por essa propriedade adsorvente de água dessa estrutura.

A explicação para o aumento da absorção de água pela adição da bactéria, tanto sozinha quanto imobilizada, em relação à composição 1, pode ser explicada pelo fato das bactérias serem capazes de precipitar o carbonato de cálcio e fecharem espaços tão pequenos que não podem ser detectados nesse ensaio.

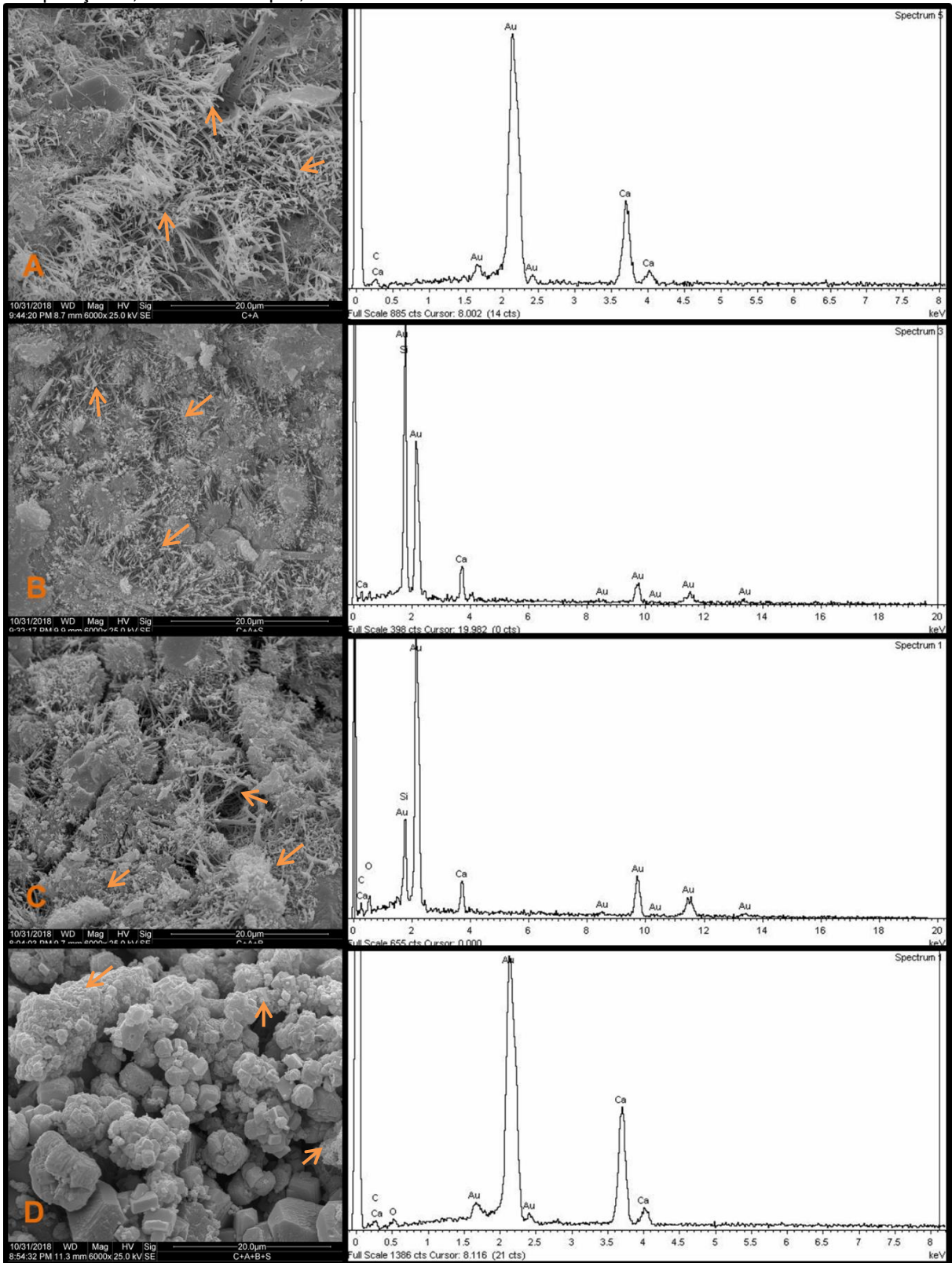


De acordo com Schwantes (2017), o ensaio de absorção de água não é sensível a detectar o fechamento de poros de pequena dimensão, como o ensaio de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio (PIM), por exemplo. Na pesquisa Schwantes (2017) também não foi verificada uma diminuição efetiva da absorção de água quando os esporos da bactéria *B. subtilis* foram adicionados. Porém, em análises de PIM, verificou-se a diminuição de poros muito pequenos (menores que 20 $\mu$ m) pela adição bacteriana, os quais não foram suficientes para diminuir a porosidade total da amostra.

### **4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA**

A partir da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), realizada no Microscópio modelo FEI Quanta 200, obteve-se as imagens da Figura 24. Acoplado ao MEV, um programa denominado INCA permitiu a realização da Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) em determinadas regiões, cuja análise também pode ser observada na Figura 24.

Figura 24 – MEV e EDS da (A) composição 1, (B) composição 2, (C) composição 3 e (D) composição 4, escala de 20  $\mu\text{m}$ , aumento de 6000 vezes.



Fonte: Autoria própria.

A presença de ouro (Au) na Espectroscopia de Energia Dispersiva deve-se ao recobrimento das amostras com este elemento.

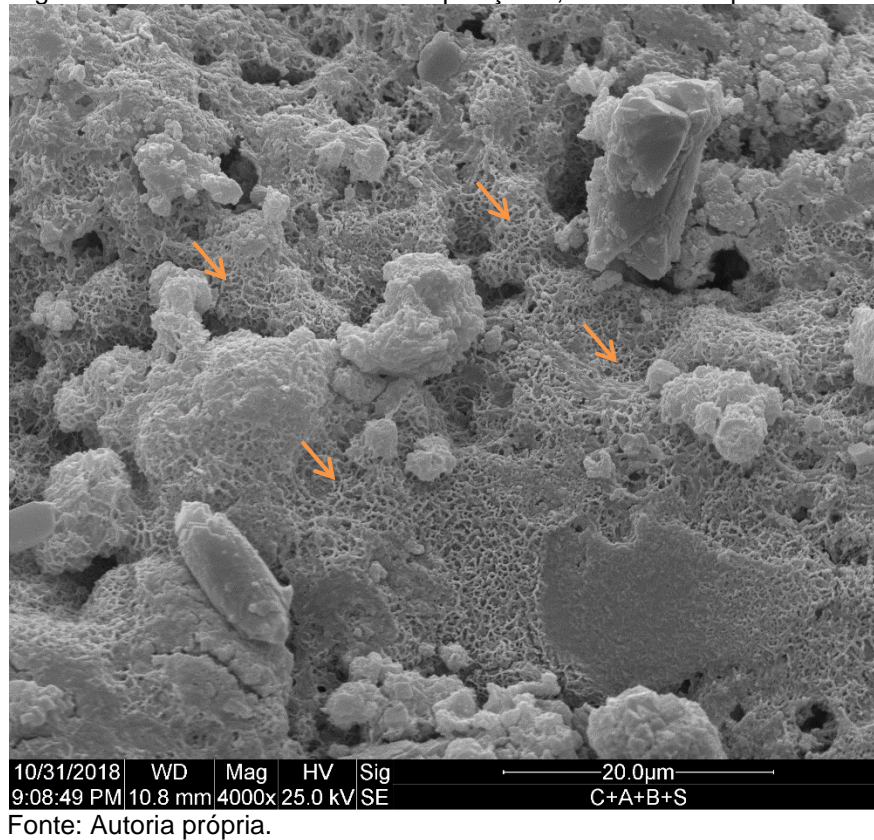
Com a análise do MEV, foi possível verificar, para a primeira composição (C+A), a presença de uma das formas de hidratação do cimento: a etringita (forma de agulha), que está apontada por setas na Figura 24. No EDS, observa-se a presença de cálcio, que é um dos componentes dos produtos de hidratação do cimento e está presente na etringita.

Para a segunda composição (C+A+S), pode-se observar também a presença de etringita (também apontada por setas), pela microscopia e cálcio, na análise feita pelo EDS.

Na terceira composição (C+A+B), é possível identificar a precipitação de  $\text{CaCO}_3$  (apontado por setas, uma estrutura semelhante à da vaterita, que foi mostrada no tópico 2.7, e observando também o EDS, pode-se verificar a presença dos elementos do carbonato de cálcio. Observa-se também a etringita (forma de agulhas apontadas por setas).

Na quarta composição (C+A+B+S), observa-se também a precipitação do  $\text{CaCO}_3$ , cujos elementos também estão presentes na análise do EDS. Porém, não se vê a etringita na região analisada. Observando uma outra região na mesma amostra, pode-se observar outro produto de hidratação: o CSH (silicato de cálcio hidratado). A presença da sílica nessa composição pode ter sido um fator que influenciou nessa estrutura. O CSH (apontado por setas) pode ser observado no MEV da quarta composição, para um aumento de 4000 vezes, na Figura 25.

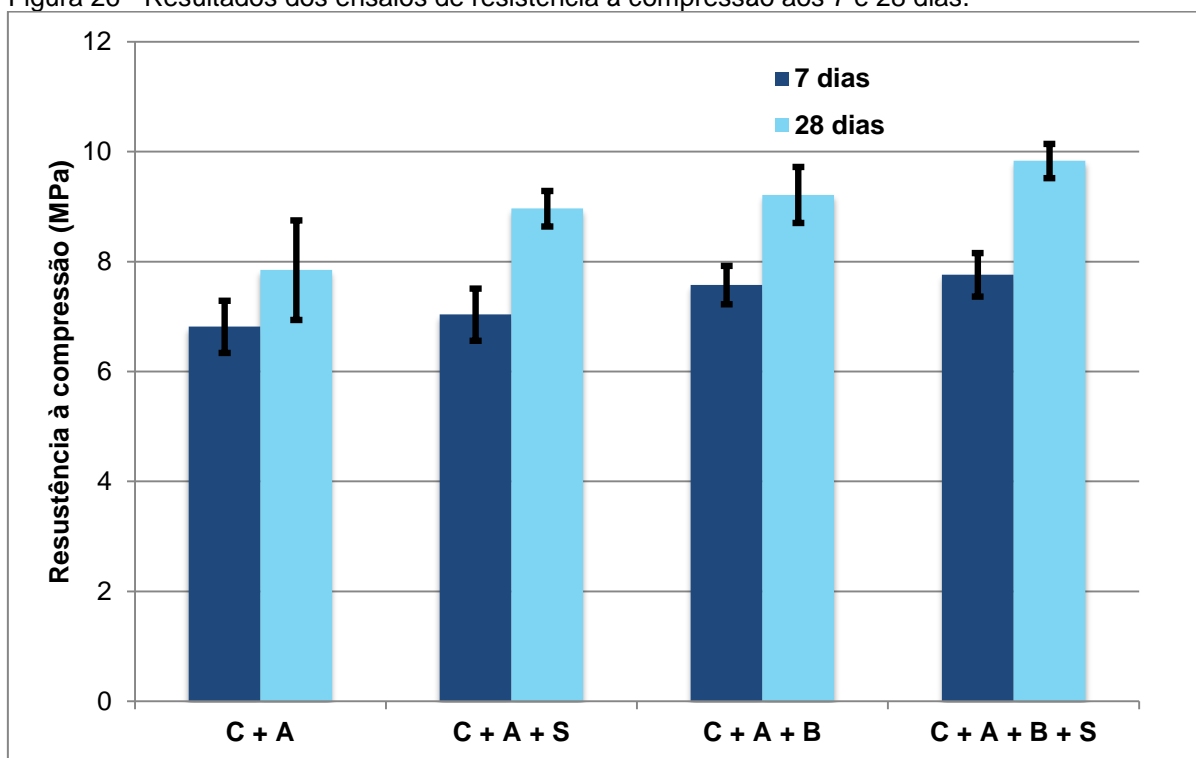
Figura 25 - MEV da amostra da composição 4, escala de 20  $\mu\text{m}$ .



#### 4.4 ENSAIO DE RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO

Os dados obtidos para a resistência à compressão ao sétimo dia estão apresentados na Figura 26, assim como a média entre os quatro corpos de prova de cada composição, o desvio padrão e o erro dos mesmos. As mesmas informações também são apresentadas na Figura 26 para o ensaio realizado ao vigésimo oitavo dia.

Figura 26 - Resultados dos ensaios de resistência à compressão aos 7 e 28 dias.



Fonte: Autoria própria.

De acordo com os estudos de Park et al., (2012), Pei et al. (2013) e Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017), os valores de resistência à compressão obtidos ficaram entre 20 e 65 MPa.

Era esperado valores de resistência à compressão menores (entre 7MPa e 10MPa) do que os das referências utilizadas devido às condições da preparação e ensaio das amostras. Para realizar a análise do gráfico de resistência à compressão, existem alguns fatores comuns a todas as composições muito importantes a se considerar. O primeiro deles é a superfície dos corpos de prova que foram ensaiados. Sua irregularidade não permite uma aplicação de carga uniforme e isso pode influenciar significativamente nos valores de resistência à compressão. Segundo Tres et al. (2018 apud Silva, 2014), pequenas irregularidades na superfície já são suficientes para a diminuição da resistência final. Para minimizar esse problema, é indicado revestir as bases dos corpos de prova com uma fina camada (menor que 3 mm) de material apropriado, ou seja, fazer o capeamento. O material mais eficiente encontrado por Tres et al., (2018) é a almofada de neoprene confinada por uma base metálica que restringe a deformação lateral do elastômero. Este material foi utilizado neste trabalho, porém não foi confinado na base metálica.

Outros fatores que podem ter influenciado foram percebidos durante a moldagem, que é feita de forma manual e consiste na aplicação de golpes em uma determinada quantidade de material. A falta de experiência e de consistência durante a moldagem pode ter levado a uma não padronização desses corpos de prova, variando, por exemplo, na quantidade de material que recebia o golpe e na intensidade com a qual esses golpes eram aplicados. Além disso, os moldes foram adaptados. De acordo com a norma NBR 7215: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão (ABNT, 1997), os moldes deveriam ser de metal não corrosível e foram feitos de cano PVC, devido ao alto custo. Para retirar a amostra de dentro do molde, foi necessário cortar com serra manual os mesmos e parte dos corpos de prova foram danificados.

Embora os valores em si tenham sido menores que o esperado, houve o aumento dos valores de resistência à compressão pela adição apenas da sílica, apenas da bactéria e da bactéria imobilizada em sílica, para as duas idades de ensaio. Ao realizar o ensaio de 7 dias, em relação à composição C+A, o aumento verificado foi de 3,25% na composição C+A+S, 11,18% na composição C+A+B e 13,90% na composição C+A+B+S. Em relação à composição C+A+S, o aumento verificado foi de 10,32% na composição C+A+B+S. Em seus estudos, Schwantes-Cezario, Nogueira e Toralles (2017) encontraram um aumento de 10% ao adicionar a bactéria à composição de cimento, areia e água. Neste trabalho, o aumento encontrado foi de 11,18%.

Ao realizar o ensaio de 28 dias, em relação à composição C+A, o aumento verificado foi de 14,22% na composição C+A+S, 17,40% na composição C+A+B e 25,29% na composição C+A+B+S. Em relação à composição C+A+S, o aumento verificado foi 9,69% na composição C+A+B+S.

Ao adicionar bactéria à argamassa, Park et al. (2012) encontraram um aumento de 19,5% e Pei et al., (2013) um aumento de 15,6%. O aumento encontrado neste trabalho foi de 17,4%.

As composições que puderam ser comparadas à literatura trouxeram valores de resistências à compressão compatíveis com os já estudados.

Em relação à adição apenas de sílica gel e da bactéria imobilizada em sílica gel, não há comparações na literatura, pois as referências utilizadas não utilizaram a mesma metodologia deste trabalho e os resultados restringem-se às condições nas quais o estudo foi desenvolvido.

O aumento verificado pela adição de sílica gel à argamassa pode ser explicado por Pinheiro (2015). De acordo com ele, a sílica gel pode ter acelerado as reações de hidratação do cimento, aumentando o desempenho do mesmo. O aumento verificado pela adição de bactéria à argamassa pode ser explicado pela precipitação do carbonato de cálcio e, conseqüente, fechamento das fissuras e poros na estrutural do material. O aumento maior verificado pela adição simultânea de sílica gel e bactéria pode ser explicado pela imobilização das bactérias na rede de sílica. Desta forma, as bactérias estariam protegidas durante a hidratação do cimento atuando de maneira mais eficiente.

## 5 CONCLUSÕES

A partir das análises e ensaios realizados, algumas constatações podem ser feitas.

As bactérias *Bacillus subtilis* mostraram-se precipitadoras de  $\text{CaCO}_3$  em materiais cimentícios, o que pode ser observado nas análises de Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva.

A precipitação do  $\text{CaCO}_3$  influenciou no fechamento de fissuras de 0,4 mm, o qual foi cada vez maior com o passar dos dias e foi verificado por meio do Microscópio óptico com câmera acoplada.

Observou-se a imobilização da bactéria *Bacillus subtilis* em sílica gel, influenciando no aumento da resistência à compressão (13,90% no ensaio de 7 dias e 25,29% no de 28 dias). Este aumento também ocorreu pela adição de apenas sílica (3,25% no ensaio de 7 dias e 14,22% no de 28 dias) e apenas da bactéria (11,18% no ensaio de 7 dias e 17,40% no de 28 dias).

Não houve mudança significativa na diminuição da absorção de água. Pelo contrário, a presença da sílica gel, tanto na ausência ou presença da bactéria, aumenta a propriedade de absorção de água. Esse fator está relacionado às propriedades adsorventes da sílica gel. A diminuição na absorção de água também pode não ter sido detectada pelo ensaio não ser sensível a detectar o fechamento de poros de pequena dimensão.



## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo de diferentes concentrações de *B. subtilis* imobilizadas em sílica gel para autocicatrização de materiais cimentícios;
- Análise da viabilidade do uso de sílica gel na imobilização das bactérias *B. subtilis* quando aplicadas diretamente à uma fissura (sem ser na água de amassamento);
- Avaliação de diferentes formas de adição de *B. subtilis* imobilizadas em sílica gel. Por exemplo: ao invés de adicionar a bactéria imobilizada no gel, adicionar o pó proveniente da secagem e posterior moagem desse sistema;
- Verificação da porosidade pela técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio em concretos autocicatrizantes por adição de bactérias *B. subtilis*;
- Refazer o procedimento experimental referente à norma NBR 7215/1997 sem adaptações.

## Referências

ACHAL, Varenayam; MUKHERJEE, Abhijit; REDDY, Sudhakara. Microbial Concrete: Ways to enhance the durability of building structures. **Journal of Materials in Civil Engineering**, v. 23, n. 6, p. 730-734, 2011. Disponível em: <<https://ascelibrary.org/doi/abs/10.1061/%28ASCE%29MT.19435533.000015>>. Acesso em: 04 mai 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. **Básico sobre o cimento - fabricação**. 2009. Disponível em: < <https://www.abcp.org.br/cms/basico-sobre-cimento/fabricacao/fabricacao/>>. Acesso em: 26 out 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE CIMENTO PORTLAND. **Guia básico de utilização do cimento Portland**. 7 ed. São Paulo, 2002. 28p. (B T-106). Disponível em: <[http://www.abcp.org.br/cms/wp-content/uploads/2016/05/BT106\\_2003.pdf](http://www.abcp.org.br/cms/wp-content/uploads/2016/05/BT106_2003.pdf)>. Acesso em: 12 abr 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**: Cimento Portland – Determinação da resistência à compressão. ABNT, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9778**: Argamassa e concreto endurecidos – Determinação da absorção de água, índice de vazios e massa específica. ABNT, 2006.

BERGAMO, J. **Museu de Arte do Rio de Janeiro**. 2015. Disponível em: < <http://www.blogjoiabergamo.com.br/mar-museu-de-arte-do-rio/>>. Acesso em: 12 abr 2018.

BRANCÃO, Luiz O. **Fluxogramas de fabricação de cimento Portland**. 2015. Disponível em: < <http://blogdocumento.blogspot.com/2015/09/fluxogramas-de-fabricacao-de-cimento.html>>. Acesso em: 12 abr 2018.

CHAHAL, Navneet.; SIDDIQUE, Rafat. Permeation properties of concrete made with fly ash and silica fume: influence of Ureolytic bacteria. **Construction and Building Materials**, v. 49, p. 161-174, 2013. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061813007538>>. Acesso em: 03 mai 2018.

CORBIOLI, Nanci. Diller Scofidio + Renfro: Museu da Imagem e do Som, Rio de Janeiro. **Projeto Design**, ed. 372. Disponível em: <

<https://www.arcoweb.com.br/projetodesign/arquitetura/diller-scofidio-renfro-museu-rio-16-03-2011>>. Acesso em: 12 abr 2018.

FABRO, F. Influência da forma dos agregados miúdos nas propriedades do concreto. **IBRACON**. V.4, n. 2, p. 191-212, jun. 2012. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/riem/v4n2/04.pdf>>. Acesso em: 12 abr 2018.

FRANCISCO, ANA A. A.; TEIXEIRA, ANA M. R. F. Estudo de alguns polimorfos de carbonato de cálcio: obtenção e caracterização. **Sociedade Brasileira de Química**. Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, Rio de Janeiro, 2009. Disponível em: <<http://sec.s bq.org.br/cdrom/32ra/resumos/T1050-2.pdf>>. Acesso em: 03 mai 2018.

FIGUEIREDO, Ana C. S. et al. Guia prático de biologia celular. **Ciências ULisboa**. 1 ed. Lisboa, 1989. 107 p. Disponível em: <[http://cbv.fc.ul.pt/Guia\\_Pratico\\_Biologia\\_Celular\\_Versao\\_OnLine.pdf](http://cbv.fc.ul.pt/Guia_Pratico_Biologia_Celular_Versao_OnLine.pdf)>. Acesso em: 01 nov 2018.

GOMES, Paulo. 1 em 5 pontes ou viadutos precisa de reforma; veja regras para manutenção. **Folha de S.Paulo**. 2018. Disponível em: <<https://www1.folha.uol.com.br/cotidiano/2018/08/1-em-5-pontes-ou-viadutos-precisa-de-reforma-veja-regras-para-manutencao.shtml>>. Acesso em: 19 set 2018.

GHOSH, S. et al. Microbial activity on the microstructure of bacteria modified mortar. **Cement and Concrete Composites**, v. 31, n. 2, p. 93-98, 2009. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946509000043>>. Acesso em: 03 mai 2018.

INSTITUTO BRASILEIRO DO CONCRETO. Concreto: material construtivo mais consumido no mundo. **Concreto e construções**. N. 53. Jan-Mar, 2009. Disponível em: <[http://ibracon.org.br/publicacoes/revistas\\_ibracon/rev\\_construcao/pdf/revista\\_concreto\\_53.pdf](http://ibracon.org.br/publicacoes/revistas_ibracon/rev_construcao/pdf/revista_concreto_53.pdf)>. Acesso em: 23 mai 2018.

INSTITUTO DE ENGENHARIA. **Obras de reforma do estádio Mineirão são concluídas**. 2012. Disponível em: <<https://www.institutodeengenharia.org.br/site/2012/12/21/obras-de-reforma-do-estadio-mineirao-sao-concluidas/>>. Acesso em: 12 abr 2018.

KRISHNAPRIYA, S.; VENKATESH BABU, D. L.; PRINCE ARULRAJ G. Isolation and identification of bacteria to improve the strength of concrete. **Microbiological research**, v. 174, p. 48-55, 2015. Disponível em:

<<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0944501315000506>>. Acesso em: 03 mai 2018.

MANTEGAZZA, Ezio. **Aspectos ambientais do coprocessamento de resíduos em fornos de produção de clínquer no estado de São Paulo**. 2004. 366 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18135/tde-18022016-100234/en.php>>. Acesso em: 30 abr 2018.

MEDEIROS, Marcelo H. F.; ANDRADE, Jairo J. O.; HELENE, Paulo. Durabilidade e vida útil das estruturas de concreto. **Concreto: Ciência e tecnologia**. 1 ed. São Paulo: Ibracon, 2011, v. 1, p. 773-808. Disponível em: <<https://www.phd.eng.br/wp-content/uploads/2014/07/lc55.pdf>>. Acesso em: 19 set 2018.

MEIRA, Guilherme L. S. **Estudo do processo de divisão em *Bacillus subtilis* por microscopia de fluorescência**. 2010. 131 f. Tese (Doutor em ciências – Bioquímica) – Instituto de Química – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/46/46131/tde-26112010-084500/pt-br.php>>. Acesso em: 03 mai 2018.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: Microestrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: IBRACON, 2<sup>o</sup> Edição em Português, 2014.

MOREIRA, Mirellen M. **Efeito do aditivo redutor de permeabilidade em concretos com diferentes tipos de cimento Portland – contribuição aos processos de autocicatrização**. 2016. 162 f. Dissertação (Mestre em Estruturas e Construção Civil) – Faculdade de Tecnologia – Universidade de Brasília, Brasília, 2016. Disponível em: <<http://repositorio.unb.br/handle/10482/22278>>. Acesso em: 02 mai 2018.

MOURA, C. W. N., CORDEIRO-MARINO, M. e GUIMARÃES, S. M. P. B. *Trichogloea requienii* (Montagne) Kützing (Rhodophyta: Liagoraceae) in the Brazilian Littoral. **Revista Brasileira de Biologia**, V. 59, n. 1, 1999. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S003471081999000100019](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S003471081999000100019)>. Acesso em: 03 mai 2018.

MUYNCK, Willem D. et al. Bacterial carbonate precipitation as an alternative surface treatment for concrete. **Construction and Building Materials**, v. 22, n. 5, p. 875-885, 2008. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061806003667>>. Acesso em: 04 mai 2018.

PARK et al. Application of *Bacillus subtilis* 168 as a Multifunctional Agent for Improvement of the Durability of Cement Mortar. **Journal of Microbiology and Biotechnology**, p. 1568-1574, 2012. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23124349>>. Acesso em: 06 mai 2019.

PEI, Routing et al. Use of bacterial cell walls to improve the mechanical performance of concrete. **Cemente & Concrete Composites**, USA, V. 39, p. 122-130, mai 2013. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958946513000437>>. Acesso em: 30 out 2018.

PINHEIRO, Samantha C. **Influência de sílica gel e de partículas micro e submicrométricas produzidas a partir da cinza do bagaço de cana-de-açúcar na hidratação e estrutura de poros de pastas de cimento**. 2015. 292 f. Tese (Doutorado) - Programa de Pós-graduação em Engenharia Civil, COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015. Disponível em: <[www.coc.ufrj.br/es/documents2/doutorado/2015-1/2704-pinheiro-sc-td-15-pdf](http://www.coc.ufrj.br/es/documents2/doutorado/2015-1/2704-pinheiro-sc-td-15-pdf)>. Acesso em: 30 out 2018.

PRADO, Alexandre G. S.; FARIA, Elaine A.; PADILHA, Pedro M. Aplicação e modificação química da sílica gel obtida de areia. **Química Nova**, Brasil, V. 28, jun. 2005. Disponível em: <[http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S0100-40422005000300030](http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0100-40422005000300030)>. Acesso em: 30 out 2018.

RIBEIRO JÚNIOR, Enio. Propriedades dos materiais constituintes do concreto. **IPOG - Revista Especialize On Line**. V.1, n. 10, dez. 2015. Disponível em: <<https://www.ipog.edu.br/revista-especialize-online/edicao-n10-2015/?setarParametros=true&pagingPage=10&>>. Acesso em: 30 abr 2018.

SANTOS, Altair. Brasil começa a desenvolver concreto cicatrizante. **ITAMBÉ**, 2016. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/brasil-concreto-cicatrizante/>>. Acesso em: 02 mai 2018.

SCHWANTES-CEZARIO, Nicole et al. Bioprecipitation of calcium carbonate induced by *Bacillus subtilis* isolated in Brazil. **International Biodeterioration & Biodegradation**, Brasil, V. 123, p. 200-205, set. 2017. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0964830517305504>>. Acesso em: 02 mai 2018.

SCHWANTES-CEZARIO, Nicole; NOGUEIRA, Geovana. S. F.; TORALLES, Berenice M. Biocimentação de compósitos cimentícios mediante adição de esporos de *Bacillus subtilis* AP91. **IMED**. Brasil, V. 4, n. 2, p. 142-158, dez 2017. Disponível

em: <<https://seer.imed.edu.br/index.php/revistaec/article/view/2072>>. Acesso em: 02 mai 2018.

SCHWANTES, Nicole. **Desempenho de *Bacillus sp.* na biocimentação de materiais cimentícios**. 2017. 136 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Pós Graduação, em Engenharia de Edificações e Saneamento – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2017.

SENEFF, Luciano; FOLGUERAS, Marilena V.; HOTZA, Dachamir. Hidratação do cimento CP V ARI – RS: influência da água nas reações de hidratação. **49º Congresso Brasileiro de Cerâmica**. 2005. Disponível: <https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbc/2005/artigos/49cbc-15-05.pdf>>. Acesso em: 01 nov 2018.

TAKAGI, Emílio M. **Concretos autocicatrizantes com cimentos brasileiros de escória de alto-forno ativados por catalisador cristalino**. 2013. 130 f. Dissertação (Mestre em Ciências) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Infraestrutura Aeronáutica – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2013. Disponível em: <<http://www.bdita.bibl.ita.br/tesesdigitais/65639.pdf>>. Acesso em: 02 mai 2018.

TITTELBOOM, Kim V., et al. Use of bacteria to repair cracks in concrete. **Cement and Concrete Research**, Bélgica, V. 40, n. 1, p.157-166, jan. 2010. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008884609002361>>. Acesso em: 02 mai 2018.

TOKUDOME, Naguisa. Por que o cimento endurece?. **ITAMBÉ**, 2008. Disponível em: <<http://www.cimentoitambe.com.br/por-que-o-cimento-endurece/>>. Acesso em: 30 abr 2018.

TRES, Marcos et al. Estudo comparativo entre tipos de capeamento de corpo-de-prova de concreto para ensaio de resistência à compressão axial. **Revista interdisciplinar de Ensino, Pesquisa e Extensão**, V. 6, 2018. Disponível em: <[http://revistaeletronica.unicruz.edu.br/index.php/eletronica/article/view/7499/pdf\\_209](http://revistaeletronica.unicruz.edu.br/index.php/eletronica/article/view/7499/pdf_209)>. Acesso em: 07 mai 2019.

WANG, Jianyun et al. Use of sílica gel or polyurethane immobilized bacteria for self-healing concrete. **Construction and Building Materials**, Bélgica, V. 26, n. 1, p. 532-540, jan. 2012. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0950061811003175>>. Acesso em: 02 mai 2018.