

Estudo de técnicas eletroquímicas para recuperação de estruturas. Determinação do teor de cloretos em concretos através da espectrofotometria.

Study of electrochemical techniques for the recovery of structures. Determination of chloride content in concretes using spectrophotometry.

RESUMO

Anete Gaspar
anetegasper@alunos.utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

Wellington Mazer
wmazer@utfpr.edu.br
Universidade Tecnológica Federal
do Paraná, Curitiba, Paraná, Brasil

A corrosão da armadura de aço em estruturas de concreto armado, pela penetração de íons livres de cloreto, é uma das patologias mais severas que a engenharia civil enfrenta. Nesse contexto, o objetivo principal desta pesquisa foi estudar a possibilidade da determinação do teor de cloretos utilizando a espectrofotometria, método até então pouco difundido com essa finalidade. Para isso, foi utilizado o espectrofotômetro IL 593 para leitura dos valores de absorbância de diversas soluções e elaborada uma curva de calibração das concentrações de cloreto versus absorbância. Observou-se nos resultados uma linha de tendência dos gráficos gerados, o que permite a identificação do melhor intervalo de comprimento de onda para a realização dos ensaios.

PALAVRAS-CHAVE: Íons de cloreto. Corrosão. Espectrofotometria.

ABSTRACT

Recebido: 19 ago. 2020.

Aprovado: 01 out. 2020.

Direito autorial: Este trabalho está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição 4.0 Internacional.



The steel armour corrosion in reinforced concrete structures, due to chloride free ions penetration, is one of the most severe condition faced by civil engineering. In this context, the main goal of this research was to study the possibility of determining the chlorides content by operating a spectrophotometry, which is remotely widespread for that purpose so far. In this regard, it was utilized the IL 593 spectrophotometry in order to measure the absorbance values of different solutions, and then it was elaborated a calibration curve of chloride's concentrations versus absorbance. It was observed in the results a trend line of the generated graphics, which allows the identification of the best wavelength interval to execute the trials.

KEYWORDS: Chloride ions. Corrosion. Spectrophotometry.

INTRODUÇÃO

A ação dos íons de cloreto tem sido apontada, segundo Aitcin (2000), como o principal mecanismo de deterioração da armadura nas estruturas de concreto armado. Além de Aitcin (2000), R Dodge Woodson (2009), Eduard G. Nawy (2008), J. Mietz (1998), são outros vários autores que também apresentam o teor de íons cloretos como uma das principais causas de degradação das estruturas de concreto armado. Essas estruturas externas são expostas a uma variedade de tensões físicas e químicas - maior parte de ataques está associado à presença de água, a qual pode trazer o íon cloreto em suas partículas -, por isso é de extrema importância a produção de um concreto resistente em vários aspectos.

Devido à corrosão da armadura de aço em estruturas de concreto armado, pela penetração de íons livres de cloreto, ser uma das patologias mais severas que a engenharia civil enfrenta, é de grande importância o estudo e especialização nesta área. Nesse contexto, o objetivo principal desta pesquisa foi estudar a possibilidade da determinação do teor de cloretos em amostras de concreto utilizando a espectrofotometria, método até então pouco difundido com essa finalidade. Para isso, foi utilizado o espectrofotômetro IL 593 a fim de obter os valores de absorbância de diversas soluções e elaborar curvas de calibração das concentrações de cloreto versus absorbância.

METODOLOGIA

Materiais. Para realizar os ensaios em laboratório foram utilizados os seguintes materiais e equipamentos: espectrofotômetro IL 593, aquecedor e agitador XX, balança analítica 210g modelo M214Ai com precisão de 0,0005 gr, aparelho pHmetro, papel filtro, cubetas de quartzo e de vidro, bureta, vidro relógio, pipetas de vidro, beakers, nitrato de prata, cloreto de sódio, água destilada, ácido nítrico.



Figura 1. Espectrofotômetro IL 593.

Fonte: Os autores (2020).

Métodos. O primeiro ensaio consistiu em preparar uma solução e obter valores de absorbância para definir o comprimento de onda ideal do ensaio de determinação do teor de cloreto. E será melhor detalhado a seguir: Inicialmente foi preparada, em um Becker, uma solução com 50 ml de água destilada, 0,005 g de cloreto de sódio - concentração de 0,001% - e 10 ml de ácido nítrico, a mistura foi aquecida até a temperatura de 50° C e após resfriamento foram feitas leituras da absorbância nos comprimentos de onda (λ em nm) de 200,

250, 300 - faixa de raios ultravioletas, utilizada a cubeta de quartzo - e 350, 500, 750, 1000 - na região visível a cubeta de vidro de foi utilizada.

O mesmo ensaio foi realizado para concentrações de cloreto de sódio de 0,001%, 0,005%, 0,01%, 0,05%, 0,1%, 0,2%, 0,5% e 1% (0,005 g, 0,025 g, 0,05 g, 0,25 g, 0,5 g, 1 g, 2,5g e 5 g respectivamente). Os resultados estão apresentados na tabela 1. Devido ao fato de a concentração crítica de íons cloreto em concreto armado sugerido pela NBR 12655 apresentar teores máximos de íons cloreto em relação à massa de cimento para estruturas expostas ao ambiente marinho de 0,15%, escolheu-se o intervalo de 0,001% a 1% para a realização dos ensaios. E os comprimentos de onda foram definidos de modo fossem realizadas leituras em ambos espectros.

A segunda fase dos ensaios consistiu em, para cada dosagem determinada, preparar a solução - da etapa já relatada -, aquecer até a temperatura de 50°C, leitura da absorbância, adição de 10 ml de ácido nítrico e nitrato de prata até todo o cloreto ser precipitado como cloreto de prata e nova leitura da absorbância. O objetivo dessa etapa foi traçar um gráfico de tendência de cada concentração e compará-lo com o obtido pelos métodos convencionais já citados. Os resultados estão apresentados em gráficos a partir da figura 5.

A terceira, e última etapa da pesquisa, compreendeu no ensaio de titulação potenciométrica. Primeiro preparou-se a solução de referência um becker, com 75 ml de água destilada e 25 ml de ácido nítrico, adição de 3 gotas de indicador metil (laranja) e cobertura do becker com vidro relógio por 2 minutos. Em seguida, adição de ácido nítrico diluído até a mudança da coloração da solução - rósea. Adição de mais 10 gotas do ácido nítrico diluído e aquecimento do becker coberto até ebulição, lavagem com um papel filtro em 4 porções de 25 ml de água destilada. Então pipetou-se 2 ml de solução de cloreto de sódio na amostra e, em uma bureta, colocou-se 10 ml da solução de nitrato. Em seguida, pipetou-se, gradualmente, a solução de nitrato de prata até modificar a leitura do voltímetro. Continuou-se a titulação com incremento de uma gota até a estabilização da leitura. Os resultados desse ensaio estão apresentados na tabela 2.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A tabela 1 apresenta os resultados de absorbância obtidos no ensaio para escolha comprimento de onda mais adequado para os próximos ensaios - o que absorver mais, ou seja possuir maior absorbância. A absorbância foi encontrada a partir da leitura do espectrofotômetro para todas as concentrações pré determinadas.

Tabela 1 - Resultados para determinação do comprimento de onda.

λ (nm)	0,001%	0,005%	0,01%	0,05%	0,1%	0,2 %	0,5 %	1,0 %
	0,005g	0,025g	0,05g	0,25g	0,5 g	1 g	2,5 g	5,0 g
200	0,075	0,055	0,068	0,172	0,269	0,418	0,703	1,001
250	0,016	0,008	0,008	0,008	0,009	0,009	0,009	0,017
300	0,010	0,005	0,007	0,006	0,006	0,006	0,006	0,012

350	-0,001	-0,014	-0,013	-0,011	-0,015	-0,012	-0,017	-0,008
500	-0,002	-0,012	-0,011	-0,012	-0,013	-0,012	-0,012	-0,008
750	-0,003	-0,001	-0,008	-0,009	-0,012	-0,001	-0,001	-0,006
1000	-0,001	-0,003	-0,006	-0,007	-0,009	-0,008	-0,009	-0,003

Fonte: Os autores (2020).

A representação gráfica dos valores de comprimento de onda versus absorbância é denominada espectro de absorção e está representado na figura 3.

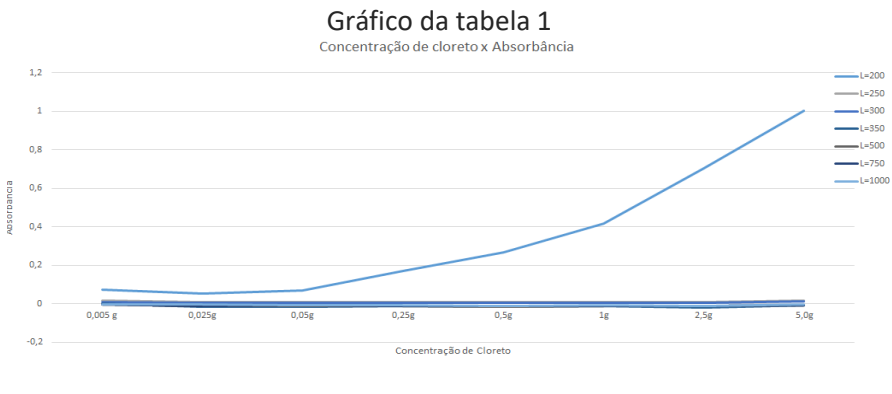


Figura 2. Espectro de absorção

A partir resultados do gráfico da tabela 1, percebeu-se uma linha de tendência para a série de comprimento de onda de L = 200 nm. Sendo o provável comprimento de onda mais adequado para os ensaios seguintes.



Figura 3. Linha de tendência da série 1 (L=200 nm).

Fonte: Os autores (2020).

Os resultados do segundo conjunto de ensaios estão apresentados nos gráficos a seguir (figuras 4 e 5).

Gráfico da absorbância versus concentrações de cloreto na primeira leitura

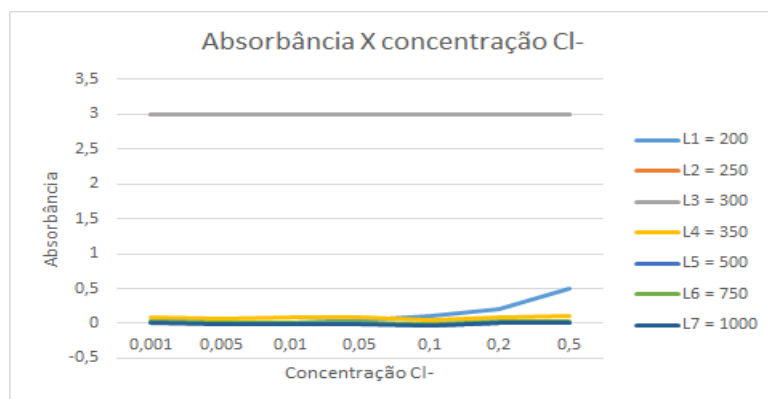


Figura 4. Espectro de absorção do primeiro ensaio.
Fonte: Os autores (2020).

Gráfico absorbância versus concentração de cloreto da série 1

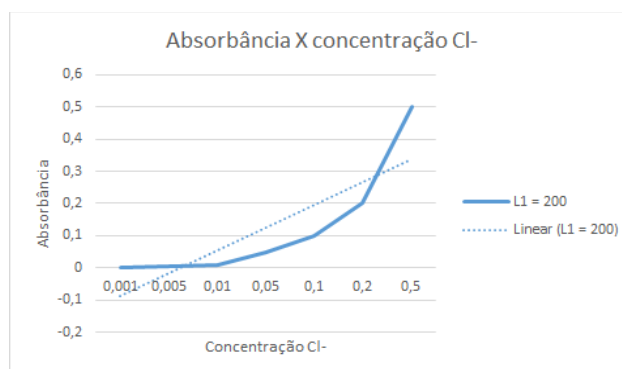


Figura 5. Linha de tendência da série 1 (L=200 nm) no espectro de absorção.
Fonte: Os autores (2020).

Pelo primeiro ensaio identificou-se o comprimento de onda 200 nm como o ideal para realizar os ensaios seguintes, e os resultados do segundo conjunto de ensaios (figura 6 a 9) mostraram que o comprimento de onda que chegou mais próximo da linearidade do gráfico foi o comprimento de onda 200 nm. Indicando então o espectro ultravioleta como supostamente o ideal para o ensaio com as amostras de concreto.

Em seguida à preparação da solução de referência – na terceira etapa da pesquisa -, seria preparada a solução de ensaio com diversos teores de íons cloreto. Para futura comparação com os valores obtidos no ensaio de espectrofotometria.

Em uma análise geral da pesquisa, possíveis erros podem ter ocorrido devido à qualidade dos materiais empregados, como prazo de validade, além de erros humanos nas leituras dos resultados. Outro empecilho para a produção da pesquisa foi a disponibilidade de ácido nítrico em laboratório e dificuldade para adquiri-lo.

A pandemia causada pelo novo Coronavírus foi um fator que impediu a conclusão do estudo, uma vez que os laboratórios permaneceram fechados, na etapa de comparação dos resultados que seriam obtidos com o método

convencional de titulação potenciométrica e os atingidos com a espectrofotometria.

CONCLUSÕES

A presente pesquisa teve como objetivo verificar a possibilidade da determinação do teor de cloretos em amostras de concreto utilizando a espectrofotometria. Conclui-se, então, que o intervalo ideal para a realização dos futuros ensaios com as amostras de concreto é o espectro ultravioleta, próximo de 200 nm.

A execução do ensaio com amostras de concreto, já tendo um norte para a definição do intervalo de comprimento de onda a ser utilizado, é uma sugestão para futuras pesquisas na área.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Professor Wellington Mazer pela oportunidade de realizar o estudo, além de todo o suporte para o desenvolvimento dos ensaios. Agradeço também ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo incentivo à pesquisa nas universidades brasileiras.

REFERÊNCIAS

- [1] DODGE WOODSON, R. Concrete Structures: Protection, Repair and Rehabilitation. v. 1, 2009.
- [2] NAWY, EDWARD G. Concrete Construction Engineering Handbook Second Edition. cap 22.1, 2008.
- [3] MIETZ, J. Electrochemical Rehabilitation Methods for Reinforced Concrete Structures. v. 11998.
- [4] Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT, NBR 6118: Projeto de estruturas de Concreto - Procedimento, versão 2003.
- [5] Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT, NBR 12655: Concreto de cimento Portland - Preparo, controle e recebimento - Procedimento, versão 2006.
- [6] Associação Brasileira de Normas Técnicas - ABNT, NBR 15575: Desempenho de edificações habitacionais, versão 2013.
- [7] AITCIN, P. C. Concreto de Alto Desempenho. 1ª edição. São Paulo: Pini, 2000. 667p.
- [8] European Federation of Corrosion, Publication Number 24.
- [9] ROCHA, Fábio R. P., TEIXEIRA, Leonardo S. G. Estratégias para aumento da sensibilidade em espectrofotometria UV-VIS.
- [10] MAZER, Wellington. Metodologia para previsão da penetração de íons cloreto em estruturas de concreto armado utilizando lógica difusa. Tese Doutorado, 2009.
- [11] BONADEU, Jefferson R. Análise da penetração de cloretos no concreto armado exposto em ambiente natural e simulado - Trabalho de Conclusão de Curso. 2016.