

Combustão Iniciada por Micro-ondas: Novo Método para a Volatilização de Cl em Cimento Portland

Rodrigo M. Pereira¹ (PG)*, Diogo L. R. Novo¹ (IC), Fábio A. Duarte² (PQ), Érico M. M. Flores² (PQ), Márcia F. Mesko¹ (PQ) (*rodrigo.mprs@yahoo.com.br*)

¹Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas – RS;

²Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria – RS.

Palavras Chave: Cloro, Cimento, Volatilização

Introdução

O elevado teor de cloretos é a principal causa de corrosão das estruturas de aço do concreto armado, já que esse elemento é abundante na natureza, sendo facilmente incorporado ao concreto.¹ Isto justifica a importância do controle de cloretos nas matérias-primas utilizadas para obtenção do concreto. O limite máximo estabelecido para cloretos em cimento Portland é de 0,1% em massa.² Assim, este trabalho teve por objetivo desenvolver um método para determinar a concentração de Cl em cimento Portland, após procedimento de volatilização do analito, promovida por Combustão Iniciada por Micro-ondas (MIC).³ A determinação de Cl foi feita por Cromatografia de Íons (IC) e Potenciometria com Eletrodo Íon Seletivo (ISE). A exatidão do método foi avaliada pela utilização de material de referência certificado (CRM), e por comparação com método oficial da *American Society for Testing and Materials* (ASTM).

Resultados e Discussão

A amostra de cimento Portland, adquirida no comércio local de Pelotas – RS, foi submetida a procedimento de volatilização em um forno micro-ondas Multiwave 3000® (Anton Paar), utilizando NH₄NO₃ (50 µl, 6 mol l⁻¹), como iniciador de combustão, água ultrapura ou soluções alcalinas (6 ml), como soluções absorvedoras, e uma pressão de O₂ de 20 bar. A massa de amostra utilizada (50 a 300 mg), foi misturada com celulose microcristalina (200 a 600 mg), na forma de invólucros com polietileno. O programa de irradiação foi: 1400 W/50 s; 0 W/2 min; 1400 W/5 min; 0 W/20 min.

Com o intuito de verificar a exatidão do método proposto, o CRM PACS-2 (*Marine Sediment*) foi submetido às mesmas condições da amostra. Além disso, executou-se também o procedimento oficial C114 – 13 da ASTM para a determinação de Cl.⁴ Os resultados obtidos nas melhores condições estudadas (100 mg de cimento + 300 mg de celulose e 6 ml de H₂O) estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Concentração de Cl, determinada por IC e ISE após volatilização por MIC, e segundo procedimento ASTM (média ± sd (RSD), n=3).

Método	Cl (mg kg ⁻¹)	
	Cimento Portland	CRM PACS-2 ^a
MIC + IC	339 ± 15 (4,4)	29370 ± 1900 (6,5)
MIC + ISE	347 ± 20 (5,8)	nd ^b
ASTM	302 ± 33 (10,9)	nd ^b

^aConcentração informada para Cl no CRM PACS-2: 30000 mg kg⁻¹; ^b nd = não determinado.

Como mostra a Tabela 1, a exatidão do método MIC + IC foi confirmada pela concordância satisfatória (98%) com o valor certificado no CRM. Não foram observadas diferenças significativas entre os resultados obtidos pelos diferentes procedimentos utilizados (ANOVA, 95% de confiança), de forma que se pode empregar o método proposto, sem prejuízo na exatidão, possibilitando que não somente a IC, mas também a ISE possam ser utilizadas para a determinação de Cl, o que traz simplicidade e menor custo ao método. Ainda, cabe destacar que a volatilização do analito apresenta vantagens com relação ao procedimento recomendado pela ASTM, por se desenvolver em um menor tempo, com uso de água ultrapura como solução absorvedora do analito, menores RSDs e maior frequência de análise.

Conclusões

Através dos resultados obtidos, pode-se concluir que a MIC foi apropriada para a volatilização de Cl em cimento Portland para a posterior determinação por IC ou ISE. Além disso, os resultados demonstraram concentrações de Cl dentro do limite máximo recomendado para a amostra analisada.

Agradecimentos

FAPERGS, CAPES, CNPq e LAQIA/UFSM.

¹Bertolini, L.; *et al.* Corrosion of steel in concrete: prevention, diagnosis, repair. 2ª ed., Wiley-VHC, 2013.

²CEN – EN 197-1, Brussels, Belgium, 2000.

³Picoloto, R. S., *et al.* Spectrochimica Acta Part B. **2013**, 86, 123.

⁴ASTM - C114, Philadelphia, USA, 2013.