

# PMT3130

## Química dos Materiais aplicada às Engenharias Civil e Ambiental

Escola Politécnica da USP – 2020

### ROTEIROS DE LABORATÓRIO

1. Roteiro CA-1 – Potencial de Corrosão de Armadura de Concreto	pg 1
2. Roteiro CA-2 – Potencial Redox de Solos Úmidos e Águas	pg 7
3. Roteiro CA-3 – Entalpia de Hidratação de Gesso	pg 11
Cronograma 2020	pg 15

A leitura destes roteiros deve ser feita antes das aulas. Eles serão a base para as provinhas aplicadas no início de cada aula.

Vejam o cronograma ao final deste texto. Descubra qual é a sua equipe (de A a L) no Moodle ou no mural da disciplina no Biênio.

As experiências CA-1 e CA-2 serão feitas em um mesmo dia. Assim, os alunos devem estudar para ambas. A experiência CA-3 será feita isoladamente. Para o dia de aula na Sala de Informática, bem como para a elaboração do Relatório Final, estão ou estarão disponibilizados textos adicionais (tratamento dos dados, utilização de excel, feitura de gráficos, etc.).

Está disponibilizada também a “Apostila de Laboratório”, que apresenta uma contextualização e um detalhamento mais amplo de cada experiência, bem como instruções de segurança em laboratórios.

Docentes: Augusto Camara Neiva  
Antonio Carlos Vieira Coelho  
Fernando José Gomes Landgraf

As aulas de laboratório (CA1, CA2 e CA3) ocorrerão no Bloco 21 do Departamento de Engenharia Química da Poli. Os alunos deverão utilizar jalecos e atender às normas de segurança previstas pelo Departamento de Engenharia Química.

# 1. ROTEIRO CA-1 - POTENCIAL DE CORROSÃO DE ARMADURA DE CONCRETO

## 1.1 INTRODUÇÃO

As armaduras de concreto (hastes de aço-carbono colocadas no interior dos moldes de concretagem) são naturalmente protegidas do processo de corrosão pela formação de uma camada de óxido ou hidróxido de ferro, estabilizada devido à elevada basicidade dos concretos. Entretanto, dois fatores podem afetar a efetividade desta proteção. Por um lado, o pH do concreto pode diminuir devido ao processo de carbonatação por CO<sub>2</sub>, desestabilizando a camada protetora. Por outro lado, a eventual presença de íons cloreto pode romper a camada protetora, gerando a chamada “corrosão por pite”. O estabelecimento de um processo corrosivo corresponde a uma diminuição do potencial de corrosão (potencial de corrosão é o potencial real – fora do equilíbrio – apresentado por uma peça metálica em um dado meio, o que é discutido na seção 1.3 do presente texto).

## 1.2 ROTEIRO EXPERIMENTAL

Serão feitos dois tipos de experimentos:

### **ATIVIDADE A (CA1) – MEDIDA DO POTENCIAL DE CORROSÃO DE ARMADURA DE DOIS TIPOS DE CONCRETO EM DUAS DIFERENTES CONDIÇÕES DE EXPOSIÇÃO A ÁGUA**

Estudaremos o efeito da presença de íons cloreto em dois tipos de amostras de concreto. Teremos quatro situações:

	concreto um pouco heterogêneo com média porosidade	concreto muito heterogêneo com alta porosidade
exposto a água sem NaCl	Amostras 1 e 2	Amostras 5 e 6
exposto a água com NaCl	Amostras 3 e 4	Amostras 7 e 8

As peças de concreto são mostradas na Figura 1.1. Elas tem forma de paralelepípedo, e possuem quatro hastes de aço de construção, com uma ponta para fora. Algumas regiões das hastes estão protegidas por tinta epóxi, para que as áreas expostas tenham a mesma dimensão em todas as hastes. Estes blocos foram preparados nos laboratórios da Engenharia Civil.

A exposição dos blocos de concreto a água foi feita por meio de imersão parcial dos mesmos em água com ou sem NaCl. A Figura 1.2 ilustra o arranjo utilizado.

Para a medida dos potenciais de corrosão, os blocos podem ser retirados da água. O arranjo experimental é mostrado na Figura 1.3. Observa-se que o arranjo é semelhante ao esquema usual de pilhas (e que será utilizado na Atividade B, descrita adiante), com

a diferença de que o béquer com solução é substituído pelo bloco de concreto. O eletrólito, agora, é a umidade presente nos poros do concreto. O eletrodo de referência também tem geometria um pouco diferente do usual. A placa porosa, que está em contacto com a superfície do concreto, tem uma área muito maior do que a dos eletrodos previstos para imersão em soluções.



Figura 1.1 – Peças de concreto para os ensaios de corrosão da armadura (as novas tem apenas três hastes)

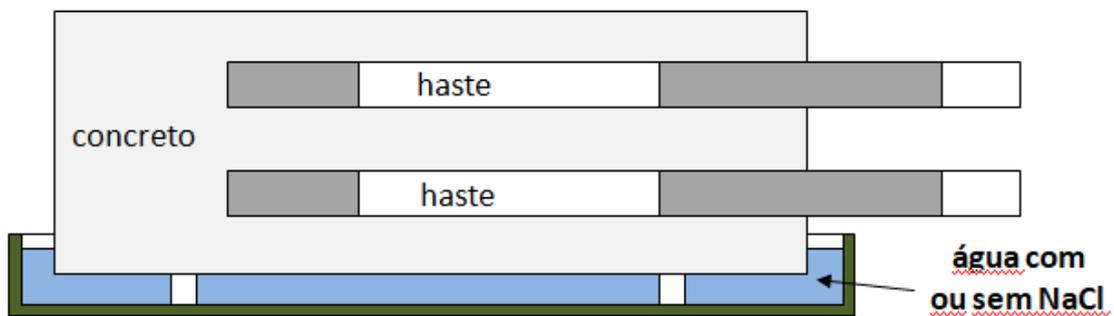


Figura 1.2 – Imersão parcial dos blocos em água com ou sem NaCl

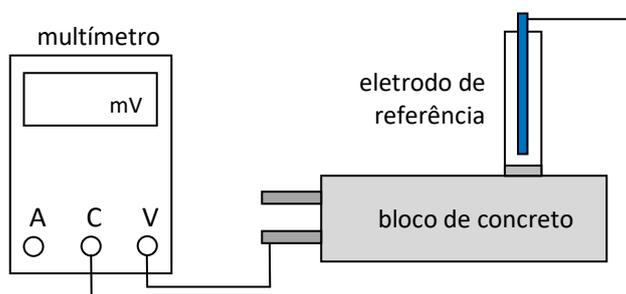


Figura 1.3 – Arranjo experimental para medida de potencial de corrosão de armadura de concreto

A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Determinar o tempo necessário para estabilização do potencial (colocar o eletrodo de referência em um dos blocos por cerca de 3 minutos, lavar, colocar em outro bloco, anotar e plotar o potencial em função do tempo – v. exemplo na Figura 1.4). Adotar este tempo para as medidas.

- Definir uma sequência de medidas levando em conta as diferentes possibilidades de efeitos sobre o potencial medido (face escolhida, haste escolhida, posição sobre a face, etc), com ao menos três medidas em cada situação. Identificar e anotar o tipo de eletrodo de referência utilizado.
- Fazer as medidas, anotando o potencial ao final do tempo adotado. Anotar o tipo de eletrodo de referência (temos utilizado um de cobre/sulfato de cobre). Sempre lavar o eletrodo de referência entre diferentes medidas.
- Esboçar gráficos ou tabelas que descrevam a variação de valores em cada caso analisado, tentando encontrar uma faixa de potenciais de corrosão representativa do mesmo. Com base neste valor ou faixa, estimar a probabilidade de a armadura estar ou não sob processo de corrosão, de acordo com a norma ASTM C876-2009:

potencial	probabilidade
$\geq -0,20V_{CSC}$	probabilidade > 90% de não estar ocorrendo corrosão
entre $-0,20$ e $-0,35 V_{CSC}$	nada se pode afirmar
$\leq -0,35 V_{CSC}$	probabilidade > 90% de estar ocorrendo corrosão

É importante assinalar que os potenciais mencionados acima estão na escala do cobre/sulfato de cobre (CSC). Assim, não é necessário fazer qualquer conversão dos valores lidos no voltímetro, uma vez que o eletrodo de referência utilizado é de cobre/sulfato de cobre.

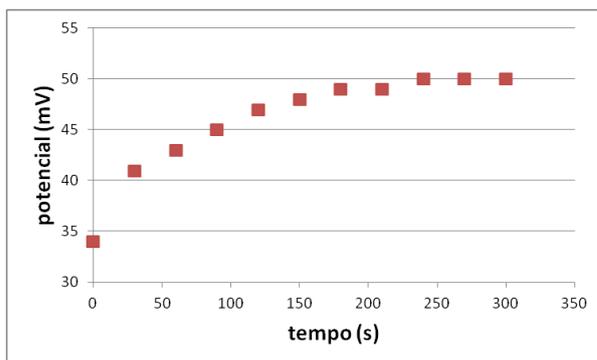
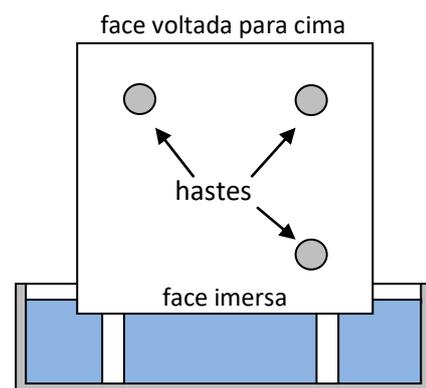


Figura 1.4 – Estabilização do potencial medido (o potencial pode crescer ou diminuir após a imersão, dependendo de seu valor na medição anterior)

#### DETALHE PRÁTICO (não cai na provinha)

Deixaremos sempre imersa na água a mesma face de cada bloco. Para identificá-la, a presente série de blocos foi feita com apenas três hastes, e a posição deve ser mantida como no desenho ao lado.



## **ATIVIDADE B (CA1) – POTENCIAL DE CORROSÃO DE PREGOS EM QUATRO SOLUÇÕES**

No experimento com as amostras de concreto, não tivemos oportunidade de variar o pH interno do mesmo (que é afetado, como já mencionado, pelo processo de carbonatação devida ao  $\text{CO}_2$  da atmosfera). Esta segunda atividade pretende simular este efeito simplesmente utilizando soluções com diferentes valores de pH. Em lugar das amostras de concreto com armadura de aço, utilizaremos simplesmente pregos de aço imersos nestas soluções. Avaliaremos também, novamente, o efeito dos íons cloreto. Os pregos utilizados são também de aço-carbono, e serão imersos em quatro diferentes soluções:

	pH = 8	pH = 12
sem NaCl	Solução 1	Solução 3
com NaCl	Solução 2	Solução 4

O arranjo experimental para a medida de potencial é mostrado na Figura 1.5.

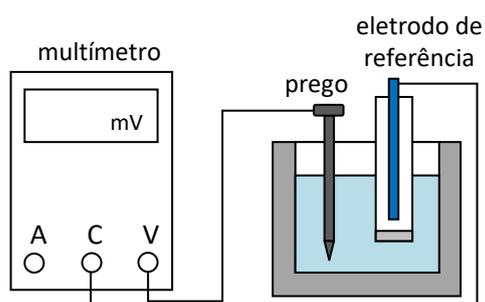


Figura 1.5 – Arranjo experimental para medida de potencial de corrosão de prego de aço

A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Determinar o tempo necessário para estabilização do potencial (colocar o eletrodo de referência em uma das soluções por cerca de 3 minutos, lavar, colocar em outra solução, anotar e plotar o potencial em função do tempo). Adotar este tempo para as medidas.
- Definir uma sequência de medidas, com ao menos três medidas em cada solução. Identificar e anotar o tipo de eletrodo de referência utilizado.
- Anote o tipo de eletrodo de referência utilizado (provavelmente será de prata/cloreto de prata). Fazer as medidas, anotando o potencial ao final do tempo adotado. Sempre lavar o eletrodo de referência entre diferentes medidas.
- Esboçar um gráfico único com as quatro médias, identificando claramente a escala de potencial adotada – de preferência, escala do eletrodo-padrão de hidrogênio. (No relatório final, este gráfico deverá ter barras de desvio-padrão.)

### **1.3 BREVE DISCUSSÃO SOBRE A PASSIVAÇÃO (não cai na provinha)**

O chamado “ferro de construção” é um aço-carbono de baixo custo que, exposto ao ar e à umidade, sofre corrosão. Dentro do concreto, contudo, ele normalmente está protegido contra a corrosão devido à formação de um filme passivo de óxido ou hidróxido estabilizado pela elevada basicidade do meio.

A formação deste óxido ou hidróxido em pHs elevados pode ser compreendida observando-se o diagrama de Pourbaix do Fe (Figura 1.6). Em pHs não-alcinos, a presença de condições oxidantes leva à formação de íons  $\text{Fe}^{2+}$  ou mesmo  $\text{Fe}^{3+}$ , que se dissolvem na camada de umidade. Em pHs alcalinos, as condições oxidantes levam à formação de óxidos e hidróxidos que formam um filme passivador sobre a armadura.

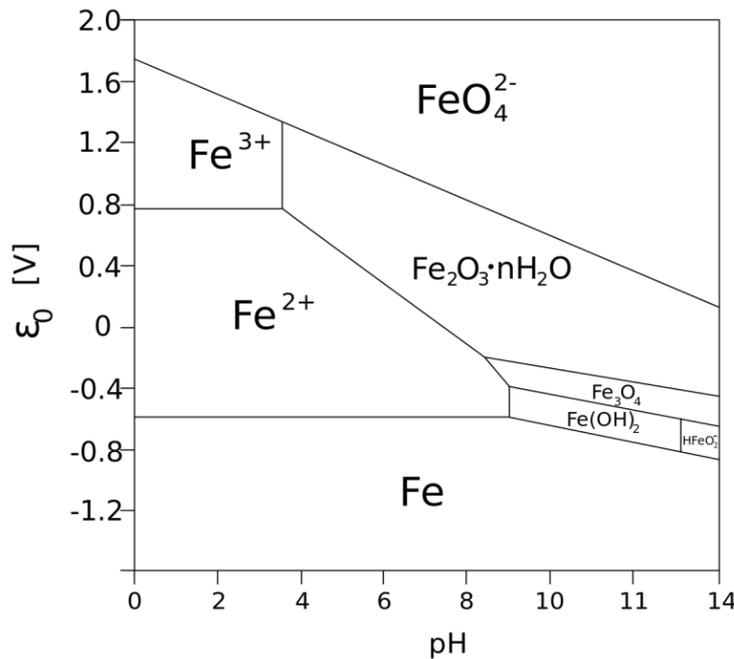


Figura 1.6 – Diagrama de Pourbaix do Fe (Wikipedia). A posição das linhas depende das atividades das espécies solubilizadas.

É intuitivo que a presença de um filme deve diminuir o processo de corrosão. Entretanto, o modo como este processo afeta o potencial de corrosão não é tão intuitivo. Para entendê-lo, vamos considerar inicialmente curvas de polarização “comuns”, em um processo sem passivação, com pH ácido (Figura 1.7). Observa-se que tanto a corrente como o potencial de corrosão aumentam com o deslocamento para cima da curva da reação catódica. Em pH alcalino, contudo, a forma da curva anódica muda (Figura 1.8).

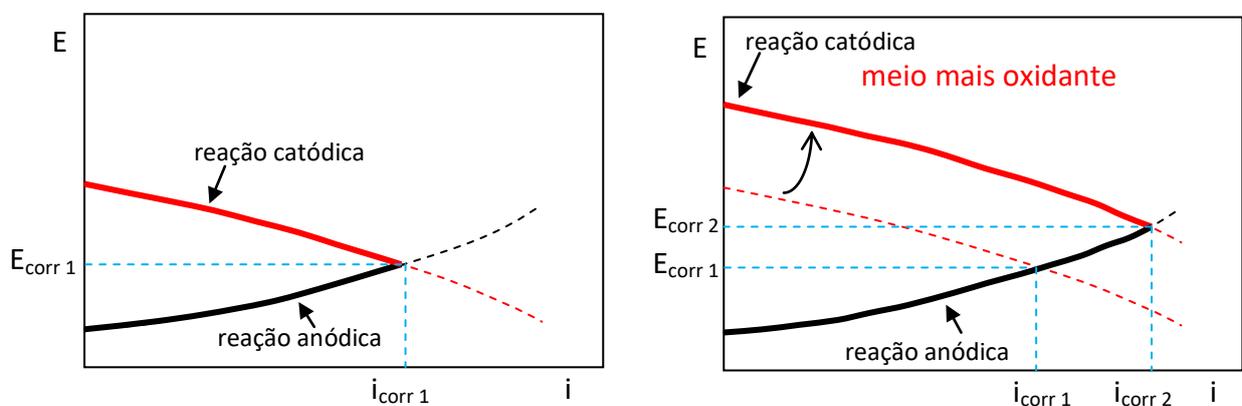


Figura 1.7 – Efeito de variação das condições oxidantes sobre o processo de corrosão sem passivação (pH ácido)

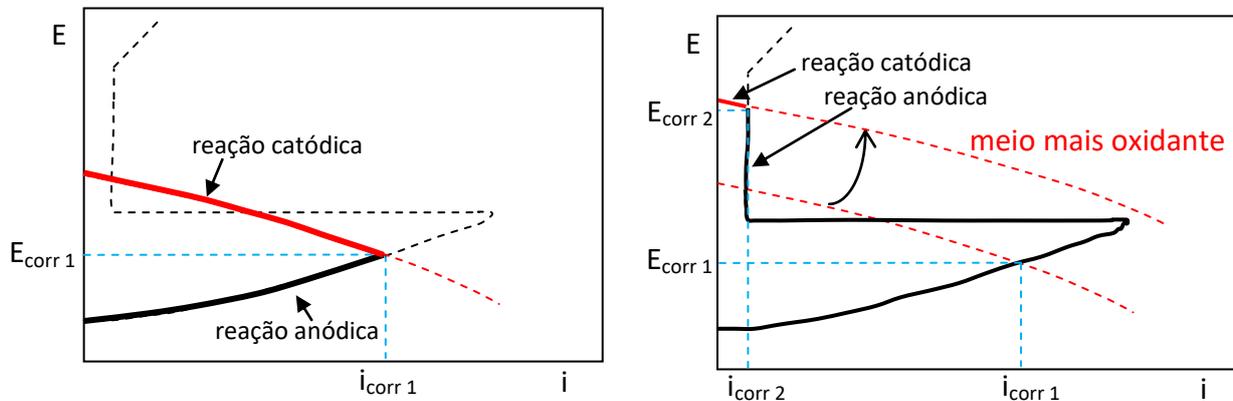


Figura 1.8 – Efeito de variação das condições oxidantes sobre o processo de corrosão com passivação (pH alcalino)

Acima de um certo potencial (ou seja, em condições mais oxidantes), forma-se a camada passivadora e a corrente cai para valores muito baixos, e não cresce mesmo com o aumento do potencial (exceto para potenciais realmente muito elevados). Assim, o aumento do potencial de uma condição não-passivada para uma região passivada reduz drasticamente o processo de corrosão. Mesmo em pHs não muito elevados, a formação de óxidos ou hidróxidos pode ocorrer, dando origem a passivação, caso as condições sejam ainda mais oxidantes (veja a Figura 1.6).

Assim, verifica-se que potenciais de corrosão muito elevados devem corresponder a um sistema passivado, ou seja, isento de corrosão, enquanto um potencial mais baixo deve corresponder a um sistema não passivado. O formato e posição destas curvas dependem, evidentemente, das condições termodinâmicas, cinéticas e de transporte (concentrações, coeficientes de difusão, etc), que diferem muito de caso para caso. Assim, não se pode estabelecer uma relação universal entre potencial de corrosão e taxa de corrosão para as armaduras. Entretanto, para aços comuns de construção civil é possível definir as probabilidades de a corrosão estar ou não ocorrendo, tal como proposto pela já mencionada norma ASTM C876-2009.

#### 1.4 OS VALORES OBTIDOS NOS DOIS EXPERIMENTOS (A E B) DEVEM SER SEMELHANTES? (também não cai na provinha)

Poderíamos inicialmente esperar que sim (após convertermos os potenciais para uma mesma escala, obviamente), uma vez que em ambos os experimentos estamos lidando com corrosão de aço-carbono, que é basicamente composto por ferro e carbono e não tem teores significativos de elementos de liga que diferenciariam um aço do outro.

Entretanto, provavelmente os valores serão razoavelmente diferentes. Isto ocorre porque as condições termodinâmicas e cinéticas são muito diferentes nos dois casos.

## 2. ROTEIRO CA-2 - POTENCIAL REDOX DE SOLOS ÚMIDOS E ÁGUAS

### 2.1 INTRODUÇÃO

A presença de diferentes espécies em solos úmidos, lagos e rios define um caráter mais redutor ou mais oxidante destes meios. Se o meio for muito oxidante, ele terá a tendência a oxidar novas espécies que cheguem àquele meio, e vice-versa. Por sua vez, a tendência de um dado elemento metálico permanecer na forma metálica ou formar íons solúveis, óxidos, hidróxidos, etc pode ser descrita pelos diagramas de Pourbaix, que apresentam os campos de predominância das espécies em função de potencial redox e do pH. Um exemplo é mostrado na Figura 2.1. (E o que é o potencial redox? É o potencial que se mede, em volts, entre o solo e uma barra de metal inerte, nele inserida. Você pode ler um pouco sobre isso na apostila de laboratório, mas não vai cair na prova.) Assim, se houver uma contaminação de cobre em um solo que esteja, por exemplo, com um potencial redox acima de 0,4V e pH abaixo de 4, a espécie predominante desta contaminação será  $\text{Cu}^{2+}$ . Este íon estará dissolvido na umidade do solo e, portanto, terá uma alta mobilidade e poderá contaminar outros solos, aquíferos, lagos, rios, etc. Em outras condições de potencial e de pH, o cobre poderia estar em forma sólida – como óxido, ou como hidróxido, ou na forma metálica –, apresentando uma mobilidade muito menor.

Assim, conhecer o potencial redox e o pH de um solo, lago ou rio pode ser muito importante para serem avaliadas as consequências de alguma dada contaminação, e serem tomadas medidas adequadas de remediação.

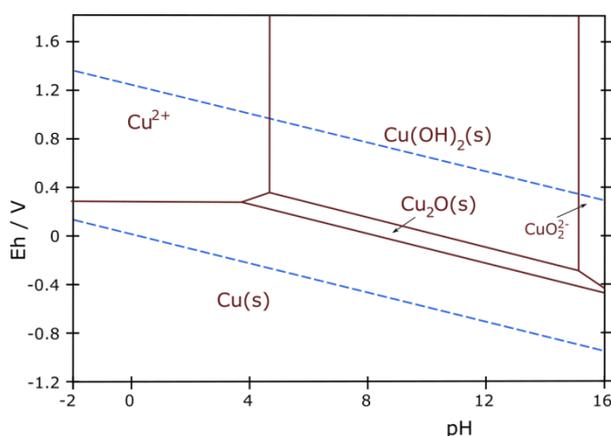


Figura 2.1 – Diagrama de Pourbaix para cobre (Wikipedia). A posição das linhas depende das atividades das espécies solubilizadas.

### 2.2 ROTEIRO EXPERIMENTAL

Serão feitos dois tipos de experimentos:

#### **ATIVIDADE A (CA2) – MEDIDA DO POTENCIAL REDOX DE SOLUÇÕES**

Estes experimentos visam avaliar o efeito da concentração de íons sobre o potencial redox. Um equilíbrio redox pode ser subdividido em dois equilíbrios eletroquímicos, que devem obedecer à Equação de Nernst caso o sistema sob estudo esteja em

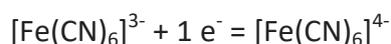
equilíbrio. Nosso propósito é medir o aumento do potencial redox ao se aumentar a concentração de uma espécie oxidante, e sua diminuição ao se acrescentar uma espécie redutora. Esta variação pode ser prevista pela Equação de Nernst, adotando-se – como aproximação – as atividades das espécies iônicas como iguais às respectivas concentrações em mol/litro.

Sendo  $E_1$  o potencial de equilíbrio de uma das soluções, e  $E_2$  o da outra, e  $Q_1$  e  $Q_2$  os respectivos quocientes de atividades, e  $E^0$  o potencial padrão de equilíbrio (que é igual para as duas soluções, pois elas envolvem o mesmo equilíbrio), teremos:

$$E_1 = E^0 - (RT/zF) \ln Q_1 \quad E_2 = E^0 - (RT/zF) \ln Q_2$$

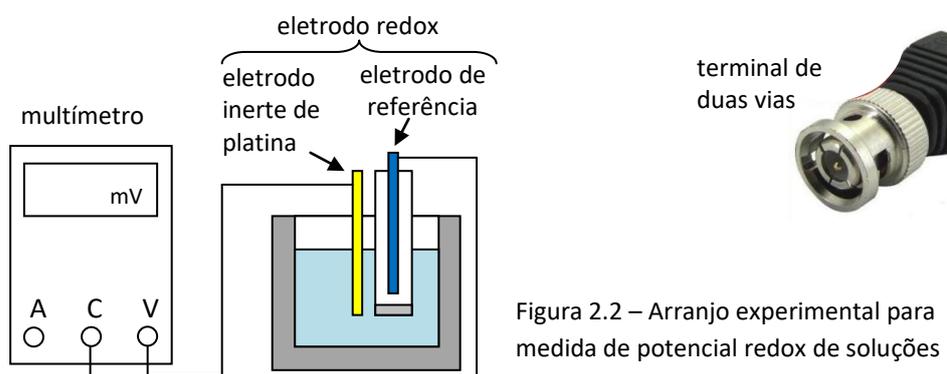
$$E_2 - E_1 = - (RT/zF) \ln(Q_1/Q_2) = (RT/zF) \ln(Q_2/Q_1)$$

As soluções conterão ferrocianeto de potássio (íons  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ ) e ferricianeto de potássio (íons  $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$ ). Como a diferença de valência entre os íons ferrocianeto e ferricianeto é de apenas 1, temos que  $z = 1$ . Ou seja, o equilíbrio é dado por:



Assim:  $E_2 - E_1 = (RT/F) \ln(Q_2/Q_1)$

O arranjo experimental para a medida de potencial redox é mostrado na Figura 2.2. É interessante assinalar que uma verdadeira diferença de potencial só se estabelece quando introduzimos o eletrodo inerte de platina, que irá fornecer ou receber elétrons até se estabelecer o potencial de equilíbrio. Devemos também destacar que os eletrodos redox comerciais são uma combinação de um eletrodo de referência com um eletrodo de platina, e sua saída, portanto, tem dois fios (em nosso caso, utilizamos um cabo coaxial com um terminal de duas vias).



A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Determinar o tempo necessário para estabilização do potencial (colocar o eletrodo redox em uma das soluções por cerca de 3 minutos, lavar, colocar em outra solução, anotar e plotar o potencial em função do tempo – v. Figura 2.3). Adotar este tempo para as medidas.

- Definir uma sequência de medidas, com ao menos três medidas em cada solução. Identificar e anotar o tipo de eletrodo redox utilizado.
- Fazer as medidas, anotando o potencial ao final do tempo adotado. Sempre lavar o eletrodo de referência entre diferentes medidas.
- Comparar a diferença entre as médias dos potenciais em duas soluções com a diferença calculada utilizando-se a Equação de Nernst (com atividades consideradas iguais às concentrações iônicas nominais das soluções). No relatório final, os desvios-padrão deverão ser levados em consideração.

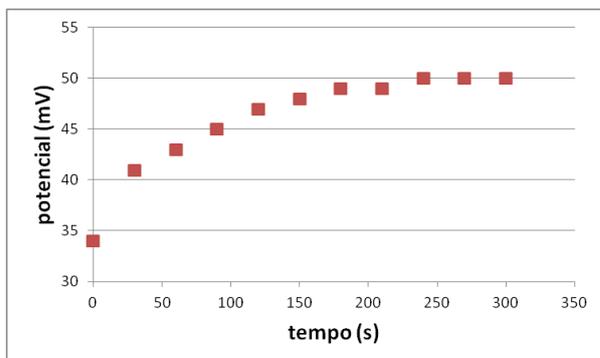


Figura 2.3 – Estabilização do potencial medido (o potencial pode crescer ou diminuir após a imersão, dependendo de seu valor na medição anterior)

### **ATIVIDADE B (CA2) – MEDIDA DO POTENCIAL REDOX E pH DE AMOSTRAS DE SOLOS**

A medida do potencial redox e do pH de um solo úmido oferece alguns desafios. Em um estudo em campo, usualmente se utilizam eletrodos robustos com uma ponta cônica que é inserida no solo. Em nosso caso, com amostras razoavelmente pequenas, não se consegue adotar esta técnica. Assim, utilizaremos um recipiente que permite que a solução aquosa se incorpore ao solo de modo uniforme ao longo da altura, e no qual a umidade pode ser mantida constante mesmo com evaporação, sem necessidade de se revolver o solo. O dispositivo consiste de um recipiente cilíndrico com um tubo central perfurado pelo qual se pode colocar uma quantidade controlada da solução aquosa (Figura 2.4). No tubo central, que contém apenas a solução aquosa, introduz-se o eletrodo redox ou o eletrodo de vidro para medida de pH.

A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Identificar e anotar o tipo de eletrodo de referência utilizado, bem como os dados sobre as amostras de solo utilizadas.
- Fazer ao menos três medidas de potencial redox e de pH para cada solo, anotando os valores ao final do tempo adotado. Sempre lavar os eletrodos entre diferentes medidas.

Com base em diagramas de Pourbaix de diferentes elementos metálicos (semelhantes à Figura 2.1, mas, evidentemente, com campos em valores diferentes) e nos potenciais redox e pH destes solos, avaliar o que aconteceria com diferentes contaminações

daqueles elementos nestes solos. No relatório final, levar em conta também os desvios-padrão.

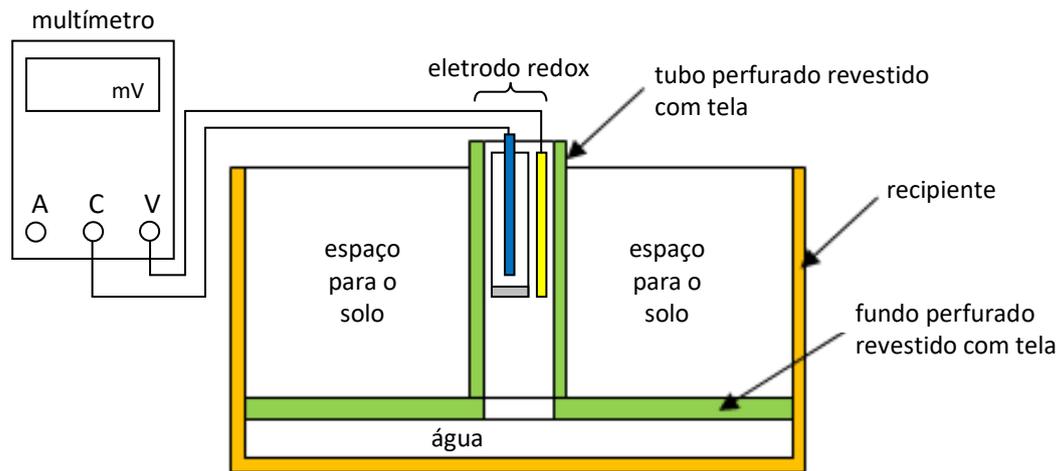


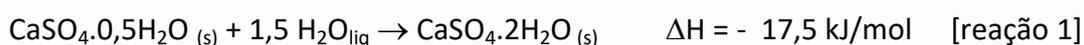
Figura 2.4 – Recipiente para medidas de potencial redox e pH de solo úmido (fora de escala)

### 3. ROTEIRO CA-3 – ENALPIA DE HIDRATAÇÃO DE GESSO

#### 3.1 INTRODUÇÃO

O processo de agregação e endurecimento do cimento consiste na hidratação de diferentes compostos do clínquer, cujos teores variam de cimento para cimento. Estas reações são exotérmicas. Em grandes estruturas de concreto, o aquecimento resultante durante a cura e o subsequente processo de resfriamento devem se cuidadosamente previstos e acompanhados, pois os gradientes térmicos por eles gerados podem dar origem a trincas e tensões residuais. Uma variável importante, neste contexto, é a entalpia de hidratação do cimento utilizado, que depende de sua composição.<sup>1</sup>

Da mesma maneira, a reação de preparação do gesso também consiste em uma hidratação exotérmica:



Esta reação ocorre em três etapas: a) dissolução do sulfato hemihidratado (limite de solubilidade 8,72 g/L), b) hidratação, e c) precipitação do sulfato dihidratado (limite de solubilidade 2,62 g/L). Na prática, é necessário o uso de excesso de água, que no final se separa, em grande parte, do bloco de gesso formado.

Embora a hidratação de cimento seja mais importante que a de gesso, optamos por estudar esta última, uma vez que as argamassas comerciais são formuladas para terem uma cura lenta, o que dificulta a realização de um experimento de hidratação com mudanças significativas ao longo do tempo de uma aula.

O experimento consiste no registro da temperatura de uma mistura reacional inicialmente composta por gesso comercial ( $\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$  com aditivos e impurezas) e água. Como a reação é exotérmica, ocorre uma elevação da temperatura. A reação é feita em um recipiente simples, não-adiabático (copo descartável comum dentro de um copo de isopor). Assim, existe perda de calor para o ambiente ao longo e após o término da reação. Deste modo, a temperatura cresce até um máximo e depois retorna lentamente até a temperatura ambiente (Figura 3.1).

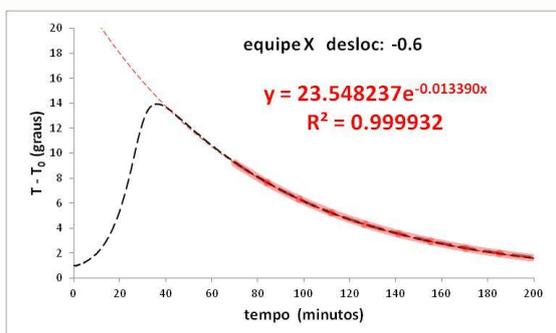


Figura 3.1 -  $\Delta T$  vs tempo de uma reação de hidratação de gesso. O ajuste indicado corresponde à curva vermelha grossa (região de resfriamento). A curva tracejada vermelha corresponde à extrapolação da equação do ajuste.

Para a estimativa da entalpia de hidratação, a taxa de perda de calor pelas fronteiras da mistura será uma variável importante. Para estudarmos isoladamente esse processo de resfriamento, será realizado um experimento de resfriamento de água sob

<sup>1</sup> A norma brasileira NBR-13116 especifica critérios para Cimentos de Baixo Calor de Hidratação. Eles devem liberar no máximo 260J/g aos três dias de hidratação, e 300J/g até os sete dias de hidratação.

diferentes condições operacionais (atividade B), paralelamente à experiência com o gesso (atividade A).

### 3.2 ROTEIRO EXPERIMENTAL

Serão feitos dois tipos de experimentos:

#### **ATIVIDADE A (CA3) – MEDIDA DA TEMPERATURA EM FUNÇÃO DO TEMPO NA REAÇÃO DE HIDRATAÇÃO DE GESSO**

Cada equipe decide quais as massas de gesso e de água deseja utilizar, com a perspectiva de contribuir para geração de dados em uma ampla faixa de relações água/gesso. O limite inferior fica acima da quantidade estequiométrica, pois é necessário um pouco de excesso de água para se conseguir umedecer todo o pó.

Para que o início e o final do processo ocorram em uma mesma temperatura, tanto o pó como a água devem estar em temperatura ambiente (que se espera não se altere muito durante as primeiras horas do experimento). Logo após serem misturados, o sensor de temperatura deve ser inserido na mistura reacional, para início da medida. O arranjo experimental é mostrado na Figura 3.2. Ele permite a medição de dois sistemas simultaneamente. Os sensores de temperatura são digitais. Seus sinais são coletados por uma placa Arduino, processados e enviados ao computador. A temperatura ambiente é obtida em um recipiente com água para que sua medida seja pouco afetada por pequenas oscilações locais.

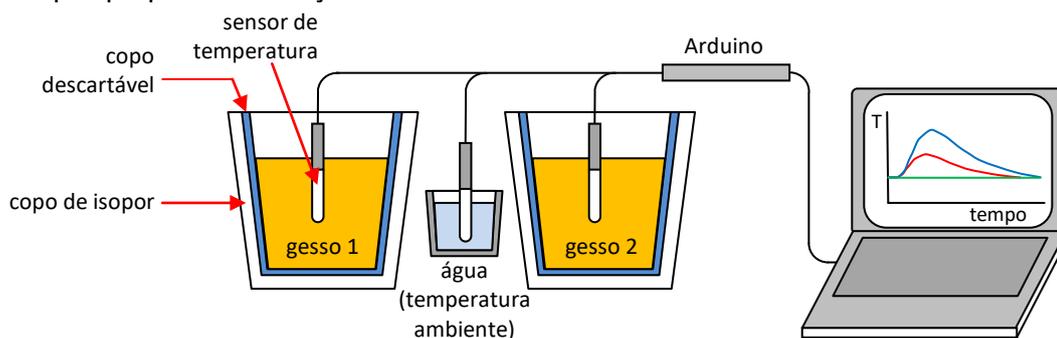


Figura 3.2 – Arranjo experimental para medição de temperatura de duas misturas reacionais simultaneamente (fora de escala).

A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Decidir as massas de gesso e de água a serem utilizadas. Retirar previamente a água do reservatório de água purificada, para que ela fique na temperatura ambiente. Pesar gesso e água.
- Iniciar o programa de aquisição de dados. Misturar o gesso com a água (ambos em temperatura ambiente), homogeneizar a mistura e rapidamente inserir o sensor de temperatura. Repetir o processo de preparação de mistura para outro experimento, se desejado (não há necessidade de início simultâneo).

- Acompanhar o processo. A temperatura usualmente começa a subir sensivelmente apenas após alguns minutos da preparação da mistura.
- Deixar o sistema adquirindo dados após o final da aula, para que o sistema retorne à temperatura ambiente (o arquivo de dados será disponibilizado no moodle).
- O tratamento de dados para estimativa da entalpia de hidratação será discutido em outro texto e na aula na Sala de Informática.

### **ATIVIDADE B (CA3) – RESFRIAMENTO DE ÁGUA**

Como mencionado, a experiência de hidratação de gesso é feita em recipiente não-adiabático, com perda de calor para o ambiente durante todo o experimento. No experimento do gesso, quando a reação termina inicia-se uma etapa na qual a variação de temperatura do conjunto resulta apenas da perda para o ambiente. Na Figura 3.1, grande parte desta região está assinalada com uma linha cheia, em vermelho. Este processo de perda térmica é regido por uma lei exponencial, de fácil dedução teórica, e que usualmente é bem obedecida mesmo em experimentos simples como o nosso. No experimento do gesso, a obtenção das constantes desta lei será importante para a estimativa da entalpia de hidratação.

Para melhor compreendermos o significado destas constantes, iremos acompanhar o resfriamento de água (que garante um contacto térmico mais homogêneo com as paredes do reator do que a mistura reacional do gesso) em diferentes arranjos experimentais: a) béquer sem isolamento térmico, b) béquer com isolamento térmico, c) béquer com circulação externa forçada de ar, e d) béquer com agitação interna.

O arranjo experimental é mostrado na Figura 3.3. Os sensores de temperatura são digitais. Seus sinais são coletados por uma placa Arduino, processados e enviados ao computador.

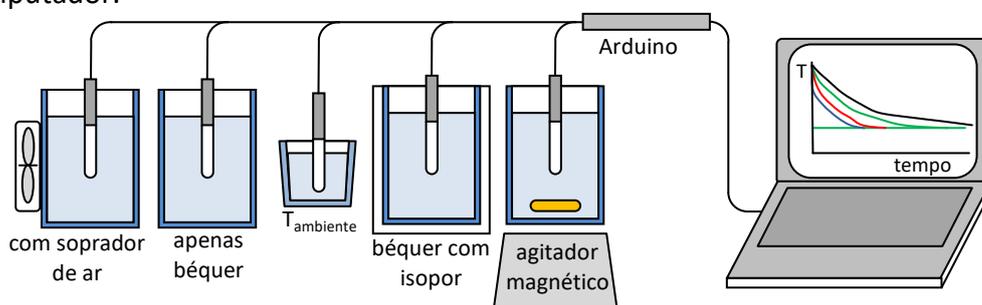


Figura 3.3 – Arranjo experimental para medição de temperatura no resfriamento de água (fora de escala).

A sequência experimental pode ser a seguinte:

- Montar o arranjo e iniciar o programa de aquisição de dados.
- Aguardar o técnico trazer água a cerca de 70°C e colocá-la nos quatro béqueres. Acompanhar o processo.

- Deixar o sistema adquirindo dados após o final da aula, para que o sistema retorne à temperatura ambiente (o arquivo de dados será disponibilizado no moodle).
- O tratamento de dados para estimativa das constantes da equação exponencial será discutido em outro texto e na aula na Sala de Informática.

### 3.3 EXCESSO DE ÁGUA EM RELAÇÃO AO ESTEQUIOMÉTRICO

Como mencionado na Seção 3.1, as massas de água e de gesso comercial para a preparação de gesso deverão ser decididas pelos alunos. Ou seja, deve ser decidida a massa total, que é delimitada pelo tamanho do copo descartável utilizado como reator, e deve ser decidida a relação água/gesso. Um valor de referência é a relação estequiométrica da reação 1. Como já mencionado, é sempre interessante utilizar um excesso do reagente mais barato, no caso a água, para se garantir que o reagente mais caro seja totalmente utilizado. No presente caso, há outro motivo que exige um excesso de água: sem este excesso, a mistura não fica pastosa como desejado, e sim muito seca.

Quanto excesso, então? Se o objetivo é a qualidade do produto final, o melhor deve ser adotar a recomendação do fabricante, baseada em resultados práticos.

Em nosso caso, achamos interessante fazer uma varredura de valores, de modo a se avaliar o sucesso da estimativa da entalpia de hidratação em diferentes condições. Ou seja, se utilizarmos diferentes relações água/gesso, obteremos seguramente diferentes curvas térmicas. Apesar disto, a estimativa da entalpia de hidratação a partir destas curvas deverá chegar ao mesmo valor, dentro das margens de erro do processo.

Calculemos a relação estequiométrica em massa:

	CaSO <sub>4</sub> .0,5H <sub>2</sub> O	1,5 H <sub>2</sub> O	CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O
Ca	40,08		40,08
S	32,07		32,07
O	72	24	96
H	1	3	4
g/mol	145,2	27,0	172,2

Assim, a relação estequiométrica água/total é 27/172,2=15,7% (e a relação água/gesso é 27/145,2=18,6%). A menor relação água/total que temos conseguido preparar é da ordem de 33%. Para gesso comum de construção civil, os fabricantes sugerem valores água/total da ordem de 33%, mas o saquinho vendido em loja recomenda 43%. Para avaliarmos o efeito da relação água/gesso sobre a máxima temperatura atingida no processo (como você espera que seja esta relação?), temos utilizado relações água/total desde 33% até cerca de 65%.

Turmas de laboratório (A a L): consulte arquivos "turmas lab.pdf" (brevemente) para saber qual a sua.

**CRONOGRAMA DE PMT-3130 EM 2020 – versão alternativa v1**  
**Aulas de teoria (T1 a T3): 13:10 às 14:50 / Aulas de laboratório (Equipes A a L): 13:10 às 16:40**

turma		2/3	9/3	16/3	23/3	30/3	6/4	13/4	20/4	27/4	4/5	11/5	18/5	25/5	1/6	8/6	15/6	22/6		
SEGUNDA-FEIRA	TURMA 1	Aula 1 teoria	Aula 2 teoria	CA1/2	-	Semana de provas	Semana Santa	CA3	Recesso	-	SI	-	P1 todas as turmas	Aula 3 teoria	Aula 4 teoria	Aula 5 teoria	Aula 6 teoria	P2 todas as turmas		
	A			CA3	-			SI		-										
	B			-	CA1/2			-		SI	-									
	C			-	CA3			-		SI	-									
D	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
QUINTA-FEIRA	TURMA 2	Aula 2 teoria	Aula 3 teoria	CA1/2	libre	Semana de provas	Semana Santa	CA3	-	SI	-	Semana de provas	Aula 3 teoria	Aula 4 teoria	Aula 5 teoria	Corpus Christi	Aula 6 teoria	Semana de provas		
	E			CA3				-		SI									-	
	F			-				CA1/2		-									SI	-
	G			-				CA3		-									SI	-
H	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
SEXTA-FEIRA	TURMA 3	Aula 1 teoria	Aula 2 teoria	CA1/2	-	Semana de provas	Semana Santa	CA3	-	SI	-	Semana de provas	Aula 3 teoria	Aula 4 teoria	Aula 5 teoria	Corpus Christi	Aula 6 teoria	Semana de provas		
	I			CA3				-		SI									-	
	J			CA1/2				-		SI									-	
	K			-				CA1/2		-									SI	-
L	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

**Código:**

CA1/2 – experiências CA1 e CA2 no mesmo dia (a equipe fará as duas, uma após a outra)

CA3 – experiência CA3

SI – sala de informática no Prédio do Biênio (para tratar dados das três experiências)

**Experiências:**

Experiência CA1 – Determinação do potencial de corrosão do aço de armadura em concreto

Experiência CA2 – Potencial Redox de Solos e Águas

Experiência CA3 – Determinação de Entalpia de Hidratação

Dúvidas: acneiva@usp.br