 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FERRO	Recomendação CEMP 131 Aprovada em: Ago/1986 Revisada em: Nov/2015
	Recomendação	Folha : 1 de 5

SUMÁRIO

- 1_ Objetivo
- 2_ Princípio do método
- 3_ Definição
- 4_ Aparelhagem / reagentes
- 5_ Execução do ensaio
- 6_ Padronização da solução de dicromato de potássio 0,05 N
- 7_ Resultados

1_ OBJETIVO

- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método para determinação do teor de Óxido de Ferro (FeO) em materiais para fundição. O Óxido de Ferro quando adicionado propositadamente na areia promove condutividade térmica, absorção de nitrogênio durante o vazamento e melhoria no acabamento superficial do fundido. Entretanto, quando está presente como impureza, pode prejudicar a qualidade superficial do fundido.

2_ PRINCÍPIO DO MÉTODO


- 2.1_ Preliminar solubilização do Óxido de Ferro, redução com Cloreto Estanhoso e posterior titulação com Dicromato de Potássio ($K_2Cr_2O_7$), na presença do indicador difenilamina Sulfonato de Bário ou Sódio.

3_ DEFINIÇÃO


- 3.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
 - 3.1.1_ Óxido de Ferro em materiais para fundição: Produto resultante da reação de combinação do Oxigênio com o Ferro, o qual gera FeO (Óxido de Ferro).

4_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 4.1_ Almofariz de porcelana;
- 4.2_ Estufa de laboratório;
- 4.3_ Dessecador;
- 4.4_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g;
- 4.5_ Cadinho de platina com capacidade de 25 ml com tampa;
- 4.6_ Mufla de laboratório;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FERRO	Recomendação CEMP 131 Aprovada em: Ago/1986 Revisada em: Nov/2015
	Recomendação	Folha : 2 de 5

- 4.7_ Chapa de aquecimento;
- 4.8_ Béquer de 400 ml;
- 4.9_ Erlenmeyer de 500 ml;
- 4.10_ Papel de filtro faixa branca;
- 4.11_ Béquer de 250 ml;
- 4.12_ Balão volumétrico de 1000 ml;
- 4.13_ Fio de platina;
- 4.14_ Papel de tornasol;
- 4.15_ Balão volumétrico de 500 ml;
- 4.16_ Bissulfato de Sódio P.A.;
- 4.17_ Ácido clorídrico (HCl)1:1;
- 4.18_ Solução de água de bromo (Misturar 25 ml de bromo P.A. para 1 litro de água deionizada);
- 4.19_ Solução de cloreto de amônia 10 %;
- 4.20_ Hidróxido de amônia P.A.;
- 4.21_ Água destilada, deionizada ou de osmose reversa;
- 4.22_ Ferro metálico puro P.A.;
- 4.23_ Solução de cloreto estanhoso 10% (Pesar 25 g de cloreto estanhoso P.A., adicionar 25 ml de ácido clorídrico –HCl- P.A., ferver para dissolução total do sal, esfriar e diluir com água deionizada até 250 ml);
- 4.24_ Solução de cloreto de mercúrio 10% (Pesar 100 g de cloreto de mercúrio P.A. e dissolvê-lo em água quente, esfriar e completar o volume com água destilada / deionizada até 1 litro);
- 4.25_ Ácido Fosfórico P.A.;
- 4.26_ Solução de difenilamina sulfonato de bário ou de sódio 0,25 % (Utilizar aquecimento para dissolução);

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FERRO	Recomendação CEMP 131 Aprovada em: Ago/1986 Revisada em: Nov/2015
	Recomendação	Folha : 3 de 5

4.27_ Solução de dicromato de potássio 0,05 N (Secar 5 g de dicromato de potássio P.A. durante 1 hora entre 140 ± 5 °C, esfriar e pesar 2,4518 g e dissolver com água deionizada para balão volumétrico de 1000 ml).

5_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1_ Se necessário, triturar finamente a amostra do material a ser analisado.

5.2_ Secar a amostra entre 105 e 130° C até massa constante.

5.3_ Esfriar em dessecador.

5.4_ Pesar a amostra conforme Tabela 1, abaixo, e transferir a mesma para o cadinho de platina.

Tabela 1 - Peso da amostra em função previsível do teor de óxido de ferro

Teor do óxido de ferro (%)	Peso da amostra (g)
0 a 10	1,0
10 a 50	0,5
> que 50	0,2

5.5_ Adicionar 3 g de bissulfato de sódio P.A., homogeneizar a mistura com fio de platina e colocá-lo na chapa com aquecimento brando até a mistura se liquefazer.

5.6_ Tampar o cadinho e levar à mufla a 600 ± 10 °C, aumentar a temperatura para 800 ± 10 °C e deixar em fusão por 10 minutos.

5.7_ Retirar o cadinho da mufla e deixar esfriar em dessecador, adicionar 15 ml de Ácido Clorídrico (HCl) 1:1 e dissolver o fundido, levando o cadinho à chapa com aquecimento brando.


5.8_ Filtrar para béquer de 400 ml, utilizando papel de filtro faixa branca, lavando com Ácido Clorídrico (HCl) 1:1 e água quente por 2 vezes.

5.9_ No béquer, adicionar 5 ml da solução de água de bromo e colocá-lo na chapa de aquecimento até expulsão do excesso de bromo.

5.10_ Retirar da chapa e ainda quente, adicionar 30 ml da solução de cloreto de amônio e em seguida passar para meio amoniacal utilizando papel de tornassol e hidróxido de amônia P.A.

5.11_ Neste ponto, o ferro precipitará, adicionar polpa de papel de filtro faixa branca, lavar o resíduo com água quente e 10 ml de hidróxido de amônia P.A.

5.12_ Desprezar o filtrado.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FERRO	Recomendação CEMP 131 Aprovada em: Ago/1986 Revisada em: Nov/2015
	Recomendação	Folha : 4 de 5

- 5.13_ Voltar o papel de filtro com o resíduo ao béquer original adicionar 50 ml de ácido clorídrico 1:1, levar à fervura até dissolução do resíduo.
- 5.14_ Filtrar utilizando papel de filtro faixa branca, recolhendo o filtrado em frasco erlenmeyer de 500 ml, lavar o papel de filtro com água quente até o mesmo perder a coloração amarela.
- 5.15_ Levar o filtrado à fervura e a quente gotejar a solução de cloreto estanhoso até descolorir a solução (A adição da solução de cloreto estanhoso deve ser gota a gota para não haver excesso, pois posteriormente na adição da solução de cloreto de mercúrio, a solução turvar-se-á podendo dificultar o ponto de viragem na titulação com dicromato de potássio).
- 5.16_ Esfriar a amostra e adicionar 10 ml da solução de cloreto de mercúrio, 2 ml de ácido fosfórico P.A. e 0,5 ml da solução de difenilamina sulfonato de bário ou de sódio.
- 5.17_ Titular a solução com dicromato de potássio 0,05 N até coloração violeta e anotar o volume gasto.
- 5.18_ Fazer uma prova em branco, utilizando os mesmos reagentes e as mesmas condições desta execução de ensaio.


6_ PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE DICROMATO DE POTÁSSIO 0,05 N:

- 6.1_ Pesar 1 g. de ferro metálico puro e transferir para um béquer de 250 ml. Adicionar 100 ml de Ácido Clorídrico (HCl) 1:1 e aquecer cuidadosamente até dissolução completa;
- 6.2_ Transferir para balão volumétrico de 500 ml, completar o volume com água destilada/deionizada e homogeneizar;
- 6.3_ Pipetar uma alíquota de 25 ml, transferir para béquer de 250 ml diluir para 100 ml com água destilada/deionizada e aquecer até ebulição;
- 6.4_ Proceder a partir do item 5.9 da execução do ensaio. Calcular o título da solução de dicromato de potássio, como sendo:

$$T = m / V$$

Onde:

- T = título da solução de dicromato de potássio;
 m = massa de ferro existente na alíquota tomada, em g;
 V = volume da solução de dicromato de potássio 0,05 N, em ml.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ÓXIDO DE FERRO	Recomendação CEMP 131 Aprovada em: Ago/1986 Revisada em: Nov/2015
	Recomendação	Folha : 5 de 5

7_ RESULTADOS

7.1_ O resultado é expresso em porcentagem, com precisão de 0,01, e é obtido através da seguinte fórmula:

$$Fe = \frac{(A-B) \cdot T \cdot 100}{MA}$$

Onde:

- Fe = teor de ferro presente no material em análise, em %;
 A = volume gasto de dicromato de potássio na titulação da amostra, em ml;
 B = volume gasto de dicromato de potássio na titulação da prova em branco, em ml;;
 T = título da solução de dicromato de potássio, obtido na nota de rodapé Nº 5
 MA = massa da amostra, em g.

Nota: Fatores de conversão de ferro para os diversos tipos de óxido de ferro:

- A_ de Fe para FeO: multiplicar o resultado de ferro obtido na fórmula por 1,28648;
 B_ de Fe para Fe₂O₃: multiplicar o resultado de ferro obtido na fórmula por 1,42972;
 C_ de Fe para Fe₃O₄: multiplicar o resultado de ferro obtido na fórmula por 1,38198.