 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS CURA A FRIO E CAIXA FRIA	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 3

SUMÁRIO

- 1_ Objetivo
- 2_ Princípio do método
- 3_ Definição
- 4_ Aparelhagem/reagentes
- 5_ Execução do ensaio
- 6_ Resultados

1_ OBJETIVO

- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método de ensaio para determinação do isocianato como NCO ou amina equivalente em resinas para o processo cura a frio e/ou caixa fria.

2_ PRINCÍPIO DO MÉTODO


- 2.1_ Consiste na determinação da reação do isocianato com a solução de dibutylamina, liberando a amina que depois é titulada com ácido clorídrico 0,5 N até viragem, da cor azul para amarelo limão, o qual representa o ponto de equivalência.

3_ DEFINIÇÃO

- 3.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
- 3.1.1: Isocianato como NCO ou amina equivalente: A porcentagem de NCO ou amina equivalente, é a quantidade de amina presente na resina que é liberada pela reação do NCO com a solução de dibutylamina.

4_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 4.1_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g.;
- 4.2_ Erlenmeyer de 250 ml, gargalo curto com rolha esmerilhada; Os frascos de vidro deverão ser rigorosamente lavados, enxaguados com álcool e secos em estufa a no máximo 60 °C, para eliminar qualquer contaminação;
- 4.3_ Chapa de aquecimento;
- 4.4_ Termômetro de contato, escala de 0/400 °C;
- 4.5_ Suporte de ferro para fixação do termômetro;
- 4.6_ Garra para termômetro;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS CURA A FRIO E CAIXA FRIA	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 3


- 4.7_ Pipeta volumétrica com capacidade de 25 ml;
- 4.8_ Bureta de 50 ml com divisão 0,1 ml;
- 4.9_ Balão volumétrica de 1000 ml;
- 4.10_ Balão volumétrico de 100 ml;
- 4.11_ Dibutylamina P.A; Dissolver 120 g de dibutylamina em tolueno anidro, completar o volume para 1000 ml com tolueno anidro em balão volumétrico;
- 4.12_ Tolueno anidro P.A.;
- 4.13_ Álcool isopropílico P.A.;
- 4.14_ Solução de Ácido Clorídrico (HCl) 0,5 N;
- 4.15_ Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 0,1 N;
- 4.16_ Solução indicadora verde de bromocressol. Misturar 0,1g do indicador verde de bromocresol seco com 1,5 ml de solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) 0,1 N. Transferir a solução para balão volumétrico de 100 ml e completar o volume com água destilada.

5_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

- 5.1_ Pesar uma quantidade adequada da amostra com precisão de 0,005 g em um erlenmeyer de 250 ml e tampá-lo.

Nota: - para resinas com % NCO de 4 a 11 % - pesar ± 5 g.
 - para resinas com % NCO de 20 a 30 % - pesar de 2,5 a 3,0 g.

- 5.2_ Pipetar 25 ml da solução de dibutylamina, transferir a amostra para o frasco e tampá-lo. Agitar até que toda a amostra seja dissolvida.
- 5.3_ Preparar uma prova em branco com todos os reagentes, omitindo a amostra.
- 5.4_ Colocar os frascos tampados com a rolha inclinada para permitir a saída dos gases sem perda da solução e aquecer por 5 minutos a 150 ± 10 °C.
- 5.5_ Retirá-los da chapa e deixá-los esfriar por 15 minutos a temperatura ambiente.
- 5.6_ Adicionar 25 ml. de álcool isopropílico na prova em branco e na amostra. Titular com Ácido Clorídrico (HCl) 0,5 N padronizado usando 1 ml do indicador verde de bromocressol até que a cor vire de azul para amarelo limão (constante).

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS CURA A FRIO E CAIXA FRIA	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 3

6_ RESULTADOS

6.1_ O resultado do isocianato é expresso em % com precisão de 0,1 % e é calculado através da seguinte fórmula:

$$\text{NCO} = \frac{(A - B) \cdot C \cdot 0,042}{W}$$

Onde:

NCO = teor do isocianato, em %;
 A = prova em branco - volume de HC1 0,5 N consumidos, em ml;
 B = amostra - volume de HC1 0,5 N consumidos, em ml;
 C = normalidade do HC1;
 0,042 = miliequivalente do NCO;
 W = peso da amostra, em g.

6.2_ O resultado da amina equivalente é expresso em % e é calculado através da seguinte fórmula:

$$A \cdot E = \frac{4200}{\text{NCO}}$$

Onde:

A . E = teor de amina, em %;
 4200 = equivalência do NCO;
 NCO = teor de isocianato,