 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 7

SUMÁRIO

- 1_ Objetivo
- 2_ Documentos a consultar
- 3_ Princípio do método
- 4_ Definição
- 5_ Aparelhagem / reagentes
- 6_ Execução do ensaio
- 7_ Resultados
- 8_ Anexos A e B

1_ OBJETIVO

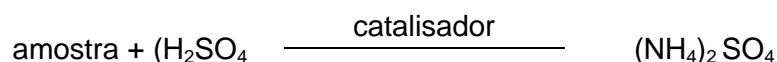
- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método para determinar o teor de nitrogênio total presente na resina e no catalisador para o processo caixa quente para fundição.

2_ DOCUMENTOS A CONSULTAR

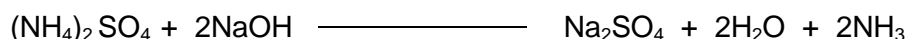
- 2.1_ CEMP 152 – Materiais para fundição – Amostragem de material na forma líquida ou lama – Procedimento.

3_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

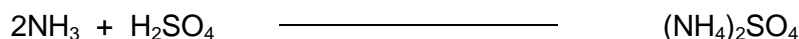
- 3.1_ Digestão da amostra com Ácido Sulfúrico (H_2SO_4), em presença de um catalisador, com a formação do respectivo sal de Amônia (NH_3):




- 3.2_ Deslocamento da Amônia (NH_3) do seu sal, pelo tratamento com hidróxido de sódio ($NaOH$):

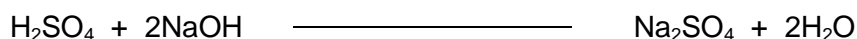


- 3.3_ Recepção da Amônia (NH_3) deslocada em quantidade conhecida, em excesso de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1N:



 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 7

3.4_ Titulação do excesso de Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 0,1N com hidróxido de sódio (NaOH) 0,1N:



4_ DEFINIÇÃO


4.1_ Teor de nitrogênio total em resina e catalisador: quantidade total de nitrogênio existente na resina e no catalisador.

5_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 5.1_ Balança analítica, com resolução mínima de 0,0001 g.;
- 5.2_ Pesa filtro, tipo forma média, de 20 x 20 mm, ou navícula de porcelana;
- 5.3_ Bico de Bunsen;
- 5.4_ Suporte universal e pinça universal com 2 dedos;
- 5.5_ Frasco de Kjeldahl de 500 ml;
- 5.6_ Funil de segurança de duas bolas;
- 5.7_ Conjunto destilador, conforme desenho do Anexo A;
- 5.8_ Bastão de vidro;
- 5.9_ Ácido sulfúrico (H₂SO₄) concentrado;
- 5.10_ Ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,1 N;
- 5.11_ Hidróxido de sódio (NaOH) a 50%;
- 5.12_ Hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N;
- 5.13_ Sulfato de cobre Pentahidratado (CuSO₄ . 5H₂O);
- 5.14_ Púrpura de bromocressol a 0,04% em água, ou alaranjado de metila 0,05 %.

6_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

6.1_ Coletar uma amostra conforme CEMP 152 e pesar uma quantidade definida da amostra no pesa filtro (para transferir a amostra ao pesa filtro, recomenda-se utilizar gotejamento por meio de bastão de vidro) previamente seco e tarado;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 7

Nota: Para teores de nitrogênio até 5 %, pesar 2 a 3 g, entre 5 e 10 %, pesar 1 a 2 g, e acima de 10 % pesar entre 0,1 e 0,5 g de amostra.

6.2_ Transferir o pesa filtro com a amostra para o frasco de Kjeldahl;

6.3_ Adicionar 0,5 a 1 g de sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$);

Nota: Essa ebulição deve ser mantida até o desaparecimento da coloração escura inicial, substituída por uma coloração amarela clara característica da decomposição total da matéria orgânica.

6.4_ Adicionar 60 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado;

6.5_ Fixar o frasco de Kjeldahl no suporte universal com auxílio das pinças universal e a de 2 dedos, em posição inclinada, conforme desenho do Anexo B;

6.6_ Levar o conteúdo do frasco até ebulição branda, com auxílio do bico de Bunsen, conforme desenho do anexo B;

Nota: Essa ebulição deve ser mantida até o desaparecimento da coloração escura inicial, substituída por uma coloração amarela clara característica da decomposição total da matéria orgânica.

6.7_ Levar o conteúdo do frasco a ebulição mais intensa, até reduzir o excesso de ácido sulfúrico (H_2SO_4);

6.8_ Deixar esfriar, mantendo a boca do frasco de kjeldahl vedada pelo funil de segurança;

Nota: O funil de segurança contendo ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1:1 tem como finalidade reter vapores amoniacaís, quando de esfriamento do frasco de Kjeldahl e consequentemente aspiração do ar externo pela contração do ar interno do frasco.


6.9_ Adicionar 150 a 200 ml de água destilada, a fim de solubilizar os sais;

6.10_ Adaptar o frasco de Kjeldahl, com a solução fria, no conjunto destilador na posição F, conforme pode ser visto no desenho do anexo A;


6.11_ Colocar no frasco receptor K uma quantidade conhecida, em excesso de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N e 2 ml do indicador púrpura de bromocressol ou alaranjado de metila;

6.12_ Completar a montagem do destilador, seguindo o esquema do desenho do anexo A;

6.13_ Através do funil D, juntar 100 ml de hidróxido de sódio (NaOH) a 50 % ao conteúdo do frasco de Kjeldahl F e agitar o mesmo até homogeneização dos componentes, evitando assim reações violentas;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 7

- 6.14_ Ajustar um fluxo de água conveniente, através do condensador H;
- 6.15_ Ligar os aquecedores elétricos C (no frasco B será produzido vapor d'água, cuja finalidade é arrastar a amônia desprendida no frasco de Kjeldahl F para o frasco receptor K);
- 5.16_ O sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) possui ação catalítica; para amostras que apresentem maiores dificuldades na fase de digestão, isto é, na transformação de nitrogênio orgânico em sulfato de amônio, poderão ser utilizados catalisadores mais ativos, tais como: selênio + sulfato de potássio, sulfato de potássio + sulfato de cobre, etc;
- 5.17_ Destilar tão rápido quanto possível, até que se tenha coletado 100 a 110 ml do destilado, facilmente controlável pela graduação no frasco receptor K;
- 5.18_ Interromper a destilação e desconectar o frasco K;
- 5.19_ Titular o excesso de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N, no frasco receptor K, com hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N;
- 5.20_ Efetuar uma determinação em branco, com o uso de todos os reagentes, seguindo o procedimento dos itens 6.3 a 6.19.
- Nota: Caso se constate a presença de nitrogênio na determinação em branco o volume de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N encontrado na titulação desta deve ser subtraído do volume na titulação da amostra.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 5 de 7

7_ RESULTADOS

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

$$TN = \frac{(A - B) \times 0,1401}{MA}$$

onde:

TN → teor de nitrogênio total, em %;


A → volume de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,1N adicionando, em ml;

B → volume de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1N consumido, em ml;

MA → massa da amostra, em g;

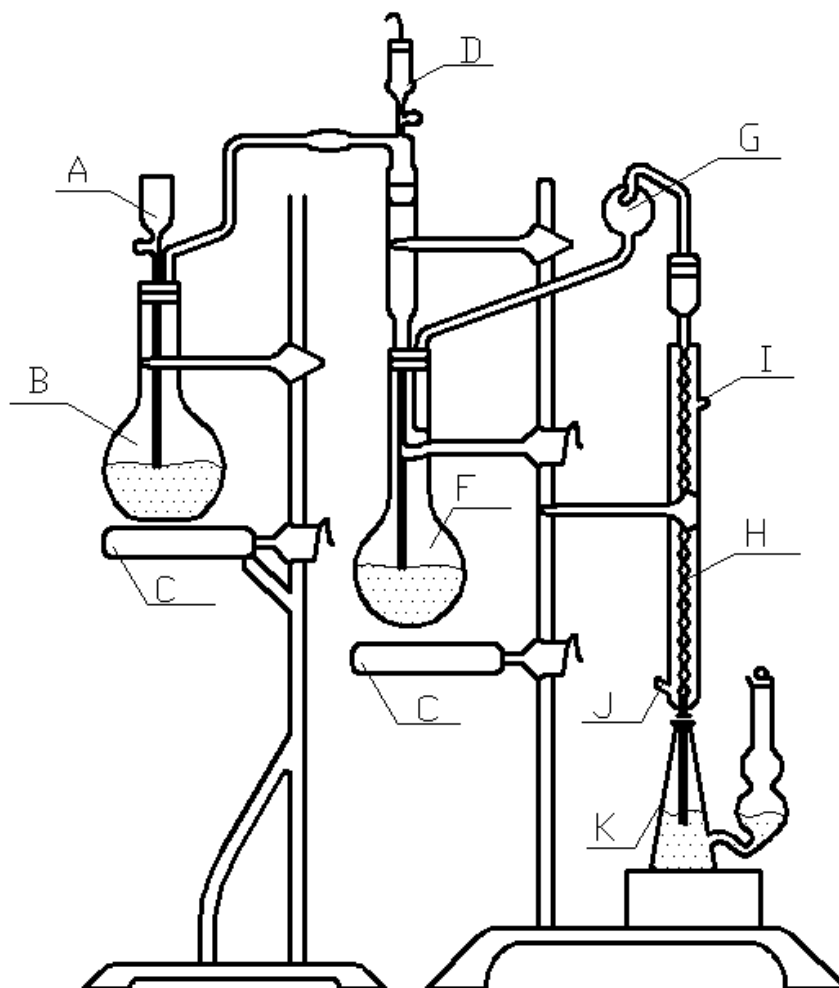
0,1401 → fator de conversão, sendo que 1 ml de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 0,1 N corresponde a 0,1401 % de nitrogênio, em %.

HISTÓRICO DAS REVISÕES		
REVISÃO	ITENS REVISADOS	JUSTIFICATIVA
Fev/2023	Todos	Inclusão do item 2 (documentos a consultar)


 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 6 de 7

8_ ANEXOS

8.1_ ANEXO A - CONJUNTO DESTILADOR



- A-D → Funil separador de 150 ml;
- B → Frasco Florecente de 1000 ml;
- C → Aquecedor Elétrico;
- F → frasco de Kjeldahi de 500 ml;
- G → Bulbo armadilha, Kjeldahi, tipo bola;
- H → Condensador;
- I → Daída de Água;
- J → Entrada de Água;
- K → Frasco receptor de Nitrogênio de 500 ml.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR	Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Fev/2023
Método de Ensaio		Folha : 7 de 7

8.2_ ANEXO B - POSICIONAMENTO DO FRASCO KJELDAHL

