


| | | |
|---|--|--|
|  ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas | RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 1 de 6 |

SUMÁRIO

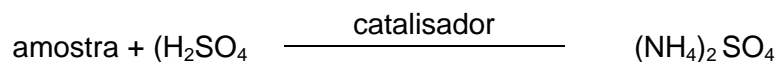
- 1_ Objetivo
- 2_ Princípio do método
- 3_ Definição
- 4_ Aparelhagem / reagentes
- 5_ Execução do ensaio
- 6_ Resultados
- 7_ Anexos A e B

1_ OBJETIVO

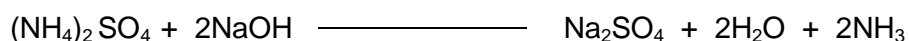
- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método para determinar o teor de nitrogênio total presente na resina e no catalisador para fundição.

2_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

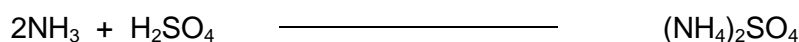
- 2.1_ Digestão da amostra com Ácido Sulfúrico (H_2SO_4), em presença de um catalisador, com a formação do respectivo sal de Amônia (NH_3):



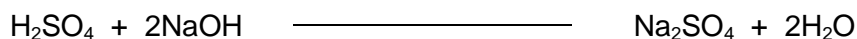
- 2.2_ Deslocamento da Amônia (NH_3) do seu sal, pelo tratamento com hidróxido de sódio ($NaOH$):




- 2.3_ Recepção da Amônia (NH_3) deslocada em quantidade conhecida, em excesso de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1N:



- 2.4_ Titulação do excesso de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1N com hidróxido de sódio ($NaOH$) 0,1N:



| | | |
|---|--|--|
|  ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas | RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 2 de 6 |

3_ DEFINIÇÃO

3.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição abaixo:

3.1.1_ Teor de nitrogênio total em resina e catalisador: Quantidade total de nitrogênio existente na resina e no catalisador.

4_ APARELHAGEM / REAGENTES

4.1_ Balança analítica, com resolução mínima de 0,0001 g.;

4.2_ Pesa filtro, tipo forma média, de 20 x 20 mm, ou navícula de porcelana;

4.3_ Bico de Bunsen;

4.4_ Suporte universal e pinça universal com 2 dedos;

4.5_ Frasco de Kjeldahl de 500 ml;

4.6_ Funil de segurança de duas bolas;

4.7_ Conjunto destilador, conforme desenho do Anexo A;

4.8_ Bastão de vidro;

4.9_ Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) concentrado;

4.10_ Ácido Sulfúrico (H₂SO₄) 0,1 N;

4.11_ Hidróxido de sódio (NaOH) a 50%;

4.12_ Hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N;


4.13_ Sulfato de Cobre Pentahidratado (CuSO₄ . 5H₂O);

4.14_ Púrpura de bromocressol a 0,04% em água, ou alaranjado de metila 0,05 %.

5_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1_ 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.

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.

| | | |
|---|--|--|
|  ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas | RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 3 de 6 |

5.2_ Transferir o pesa filtro com a amostra para o frasco de Kjeldahl.

5.3_ 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.

5.4_ Adicionar 60 ml de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

5.5_ 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.

5.6_ 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.

5.7_ Levar o conteúdo do frasco a ebulição mais intensa, até reduzir o excesso de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4).

5.8_ 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.

5.9_ Adicionar 150 a 200 ml de água destilada, a fim de solubilizar os sais.


5.10_ Adaptar o frasco de Kjeldahl, com a solução fria, no conjunto destilador na posição F, conforme pode ser visto no desenho do Anexo A.

5.11_ 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

5.12_ Completar a montagem do destilador, seguindo o esquema do desenho do Anexo A.

5.13_ 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.

5.14_ Ajustar um fluxo de água conveniente, através do condensador H.

| | | |
|---|--|--|
|  ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas | RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 4 de 6 |

- 5.15_ 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 5.3 a 5.19.

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.

6_ RESULTADOS


- 6.1_ O resultado é expresso em porcentagem, com aproximação de 0,01 e é calculado através da seguinte fórmula:

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

onde:

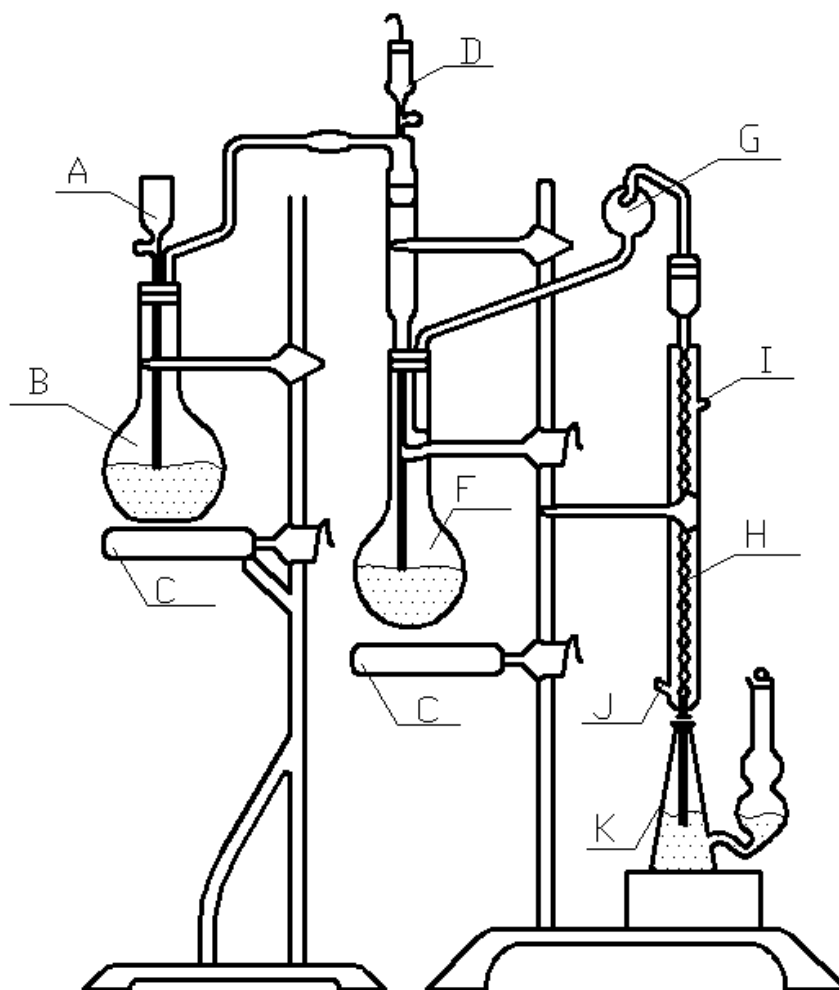
- TN → teor de nitrogênio total, em %;
- A → volume de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1N adicionando, em ml;
- B → volume de Hidróxido de Sódio (NaOH) 0,1N consumido, em ml;
- MA → massa da amostra, em g;

0,1401 → fator de conversão, sendo que 1 ml de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N corresponde a 0,1401 % de nitrogênio, em %.


| | | |
|---|--|--|
|  ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas | RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 5 de 6 |

7_ ANEXOS

7.1_ 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 FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL DA RESINA E DO CATALISADOR | Recomendação CEMP 048 Aprovada em: Out/1979 Revisada em: Nov/2015 |
| | Método de Ensaio | Folha : 6 de 6 |

7.2_ ANEXO B - POSICIONAMENTO DO FRASCO KJELDAHL

