

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA CURA A FRIO PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 051 Aprovada em: Jun/1980 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 a determinação do teor de Ácidos Sulfônicos existentes e Sulfúrico (H_2SO_4) livre em catalisador para resina cura a frio para fundição.

2_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 2.1_ Titulação ácido / base com indicador fenolftaleína
- 2.2_ Posterior titulação com nitrato de chumbo

3_ DEFINIÇÃO

- 3.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
- 3.1.1_ Teor de ácidos sulfônicos: é a concentração do agente ativo do catalisador e teor de ácido sulfúrico (H_2SO_4) livre é o residual deste componente como resultado da reação química para obter o catalisador.

4_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 4.1_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g.;
- 4.2_ Pesa filtro de 10 ml ou seringa de 5 ml;
- 4.3_ Erlenmeyer de 250 ml;
- 4.4_ Pipeta volumétrica de 10 ml e pipeta graduada;volumétrica de 1 ml;
- 4.5_ Funil de vidro;
- 4.6_ Balão volumétrico de 500 ml;
- 4.7_ Proveta de 100 ml;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA CURA A FRIO PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 051 Aprovada em: Jun/1980 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 3

- 4.8_ Bureta de 50 ml;
- 4.9_ Microbureta de 10 ml;
- 4.10_ Solução de hidróxido de sódio 1 N;
- 4.11_ Ácido nítrico de 0,02 N;
- 4.12_ Ácido acético 20 %;
- 4.13_ Acetona PA;
- 4.14_ Solução padrão de nitrato de chumbo 0,03 N;
- 4.15_ Água destilada, deionizada ou de osmose reversa;
- 4.16_ Indicador azul de bromofenol 0,1 % em álcool;
- 4.17_ Indicador de fenolftaleína;
- 4.18_ Indicador de ditizona.

5_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

- 5.1_ Pesar 7 a 8 gramas de amostra, transferir para Erlenmeyer, diluir com 50 ml de água destilada
- 5.2_ Adicionar 6 gotas de fenolftaleína e titular com hidróxido de sódio (NaOH) até viragem para rosa e anotar o volume gasto (V1)
- 5.3_ Transferir esta solução para o balão volumétrico de 500 ml, lavando as paredes com água destilada; Completar o volume do balão com água destilada
- 5.4_ Pipetar 10 ml desta solução e transferir para o Erlenmeyer; adicionar 5 gotas de bromofenol; adicionar ácido nítrico gota a gota (com a pipeta graduada) até a viragem para amarelo;
- 5.5_ Adicionar 1 ml de ácido acético, 50 ml de acetona (se a cor ficar verde, gotejar ácido nítrico até se tornar amarelo); adicionar uma ponta de espátula de ditizona;
- 5.6_ Titular com solução de nitrato de chumbo (com a microbureta) até a viragem de verde para vermelho púrpura; anotar este volume (V2);

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA CURA A FRIO PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ÁCIDO SULFÚRICO LIVRE NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 051 Aprovada em: Jun/1980 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 3

6_ RESULTADOS

6.1_ O resultado é expresso em percentual e é obtido através da seguinte fórmula:

$$\%H_2SO_4 = \frac{V2 \times 7.35}{MA}$$

$$\text{ácidos sulfônicos} = \frac{(V1-V3) \times N \times FC}{MA}$$

$$V3 = \frac{V2 \times 1,5}{N}$$

onde:

$\%H_2SO_4$ = teor de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) livre, em % ;
 MA = massa da amostra, em g
 N = normalidade do hidróxido de sódio
 V1 = volume de hidróxido de sódio na titulação
 V2 = volume de nitrato de chumbo na titulação
 FC = fator de conversão:

FC = 18,6 se for ácido xileno sulfônico (AXS)
 FC = 17,2 se for ácido paratolueno sulfônico (APTS)