

|   |  |  |
|---|--|--|
| <br><b>ABIFA</b><br><b>CEMP</b><br>Comissão de Estudos<br>de Matérias Primas | <b>RESINA CAIXA QUENTE PARA<br/>         FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR<br/>         DE CLORETO DE AMÔNIO NO<br/>         CATALISADOR</b> | <b>Recomendação</b><br><b>CEMP 114</b><br><b>Aprovada em: Ago/1984</b><br><b>Revisada em: Nov/2015</b> |
|   | <b>Método de Ensaio</b>  | <b>Folha : 1 de 4</b>  |

## SUMÁRIO

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

### 1\_ OBJETIVO

- 1.1\_ Esta recomendação prescreve o método de ensaio para determinação do teor cloreto de amônio em catalisador para resina caixa quente para fundição.

### 2\_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 2.1\_ Reação de precipitação entre o cloreto de amônio e o Nitrato de Prata ( $\text{AgNO}_3$ ), com separação do precipitado.

### 3\_ DEFINIÇÃO

- 3.1\_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
  - 3.1.1\_ Teor de cloreto de amônio em catalisador para resina caixa quente: Quantidade de amônio existente no catalisador e que tem ação catalítica na cura de resinas caixa quente para fundição.

### 4\_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 4.1\_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g;
- 4.2\_ Béquer de 250 ml;
- 4.3\_ Cálice graduado;
- 4.4\_ Chapa de aquecimento;
- 4.5\_ Cadinho de vidro com placa porosa;
- 4.6\_ Estufa de laboratório;
- 4.7\_ Dessecador;
- 4.8\_ Solução de Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) a 4 %;

|   |  |  |
|---|--|--|
| <br><b>ABIFA</b><br><b>CEMP</b><br>Comissão de Estudos<br>de Matérias Primas | <b>RESINA CAIXA QUENTE PARA<br/>         FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR<br/>         DE CLORETO DE AMÔNIO NO<br/>         CATALISADOR</b> | <b>Recomendação</b><br><b>CEMP 114</b><br><b>Aprovada em: Ago/1984</b><br><b>Revisada em: Nov/2015</b> |
|   | <b>Método de Ensaio</b>  | <b>Folha : 2 de 4</b>  |

4.9\_ Solução de Nitrato de Prata (AgNO<sub>3</sub>).

## 5\_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1\_ Pesar entre 8 à 10 g do catalisador no béquer.

5.2\_ Diluir com 50 à 60 ml de água destilada e adicionar 30 ml de Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>) 1:1.

5.3\_ Juntar 80 ml de Nitrato de Prata (AgNO<sub>3</sub>) à 4 % e aquecer brandamente durante cerca de 01 hora, até que todo precipitado de cloreto de prata esteja aglomerado.

5.4\_ Filtrar no cadinho de vidro de placa porosa, previamente tarado.

5.5\_ Lavar o resíduo com água quente.

5.6\_ Secar o resíduo na estufa, entre 105 e 130 °C, até massa constante.

5.7\_ Esfriar no dessecador, até temperatura ambiente.

5.8\_ Pesar e anotar a massa como sendo cloreto de prata.

## 6\_ RESULTADOS

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

$$CA = \frac{MR \times 0,3732}{MA} \times 100$$

Onde:

CA = teor de cloreto de amônio, em %;

MR = massa do resíduo de cloreto de prata, em g;

MA = massa da amostra, em g;

0,3732 = fator de conversão do cloreto de prata em cloreto de amônio.

|   |  |  |
|---|--|--|
| <br><b>ABIFA</b><br><b>CEMP</b><br>Comissão de Estudos<br>de Matérias Primas | <b>RESINA CAIXA QUENTE PARA<br/>         FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR<br/>         DE CLORETO DE AMÔNIO NO<br/>         CATALISADOR</b> | <b>Recomendação</b><br><b>CEMP 114</b><br><b>Aprovada em: Ago/1984</b><br><b>Revisada em: Nov/2015</b> |
|   | <b>Método de Ensaio</b>  | <b>Folha : 3 de 4</b>  |

**7\_ ANEXO A - RECUPERAÇÃO DE NITRATO E PRATA (AgNO<sub>3</sub>) (1) UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIO EM CATALISADOR PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE.**

**A.1\_ OBJETIVO**

A1.1\_ Este Anexo prescreve o procedimento para recuperação do Nitrato de Prata (AgNO<sub>3</sub>) utilizado na determinação do teor de cloreto de amônio em catalisador para processo caixa quente.

**A.2\_ PRINCÍPIO DO MÉTODO**

A.2.1\_ Redução do cloreto de prata a prata metálica, solubilização em Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>) e cristalização por vaporização.

**A.3\_ APARELHAGEM/REAGENTES**

A.3.1\_ Dois béqueres de 600 ml;

A.3.2\_ Cálice graduado;

A.3.3\_ Funil de vidro;

A.3.4\_ Chapa de aquecimento;

A.3.5\_ Papel de filtro quantitativo;

A.3.6\_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001g;

A.3.7\_ Solução de Sulfato Ferroso (FeSO<sub>4</sub>) à 10 %;

A.3.8\_ Solução de Ácido Sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 1:1;

A.3.9\_ Zinco granulado;

A.3.10\_ Ácido Nítrico (HNO<sub>3</sub>) concentrado.

(1) Este procedimento é compensador para quantidades acima de 100 g de cloreto de prata a ser recuperado.

|   |  |  |
|---|--|--|
| <br><b>ABIFA</b><br><b>CEMP</b><br>Comissão de Estudos<br>de Matérias Primas | <b>RESINA CAIXA QUENTE PARA<br/>         FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR<br/>         DE CLORETO DE AMÔNIA NO<br/>         CATALISADOR</b> | <b>Recomendação</b><br><b>CEMP 114</b><br><b>Aprovada em: Ago/1984</b><br><b>Revisada em: Nov/2015</b> |
|   | <b>Método de Ensaio</b>  | <b>Folha : 4 de 4</b>  |

#### A.4\_ PROCEDIMENTO

A.4.1\_ Transferir o cloreto de prata sólido para um béquer.

A.4.2\_ Adicionar 20 à 30 ml de solução de Sulfato Ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ) a 10% e 5 ml de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1:1 .

Nota: Solução adicionada para dissolver impurezas contidas no cloreto de prata.

A.4.3\_ Lavar o resíduo com água destilada até eliminar totalmente o Sulfato Ferroso ( $\text{FeSO}_4$ ) e o Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

Nota: Deve-se lavar de cinco a dez vezes.

A.4.4\_ Diluir com água até cerca de 300 ml.

A.4.5\_ Adicionar 10 ml de Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 1:1 e 10 à 20 g de zinco granulado.

Nota: Granulometria do zinco deve ser entre 0,6 e 2,0 mm.

A.4.6\_ Terminada a reação de excesso de zinco com Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), lavar a prata metálica formada em água corrente, por 5 à 10 vezes, a fim de eliminar o Ácido Sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) e o cloreto de zinco formado.

A.4.7\_ Escorrer o excesso de água, deixando a prata no béquer.

Nota: A prata possui aspecto esponjoso e coloração cinza escuro.

A.4.8\_ Adicionar Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) concentrado lentamente e em quantidade suficiente para solubilizar toda a prata.

A.4.9\_ Diluir a solução com 50 à 100 ml de água destilada e filtrada para o outro béquer de 600 ml, a fim de eliminar possíveis resíduos de cloreto de prata não reduzidos.

A.4.10\_ Aquecer a solução em chapa de aquecimento, entre 100 e 120°C, para evaporar o excesso de Ácido Nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) e água contidos na solução.

A.4.11\_ Quando o volume estiver bastante reduzido, retirar do aquecimento e esfriar em banho de água contidos na solução.

A.4.12\_ Preparar uma solução de Nitrato de Prata ( $\text{AgNO}_3$ ) a 4% com o sal de prata cristalizado, para reutilizá-la em outra análise.