

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

## 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;

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

- 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  $\pm 5$  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  $150 \pm 10$  °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).

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

## 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,