

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE	Recomendação CEMP 192 Aprovada em: Jun/1996 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 5

SUMÁRIO

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

1_ OBJETIVO

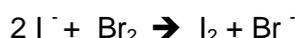
- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método para determinação do teor de fenol livre em resinas fenólicas (novalaca ou resois) por titulação após arraste com vapor de água.

2_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 2.1_ O Bromato de Potássio é um oxidante poderoso, várias substâncias não são oxidadas diretamente com Bromato, mas reagem quantitativamente com um excesso de Bromo (Br). As soluções ácidas de Bromo (Br) com concentrações exatamente conhecidas, podem ser obtidas a partir de uma solução padrão de Bromato de Potássio, adicionando-lhe ácido e um excesso de brometo.



Nota: O excesso de Bromo (Br) pode ser determinado iodometricamente por adição de um excesso de Iodeto de Potássio e titulação de Iodo liberado com solução padrão de Tiosulfato de Sódio.



3_ DEFINIÇÃO

- 3.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
 - 3.1.1_ Fenol livre em resinas fenólicas para fundição: Composto determinado na resina fenólica após arraste do fenol por vapor de água, o qual posteriormente entrará em reação com outros reagentes. O produto da reação é titulado com Tiosulfato de Sódio, utilizando-se amido como indicador.

4_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 4.1_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g;
- 4.2_ Gerador de vapor (balão de 3 l com 3 bocas);

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE	Recomendação CEMP 192 Aprovada em: Jun/1996 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 5

- 4.3_ Chapa de aquecimento ou bico de Bunsen;
- 4.4_ Condensador reto;
- 4.5_ Bureta de 50 ml;
- 4.6_ Balão volumétrico de 500 ml fundo chato;
- 4.7_ Balão volumétrico de 1000 ml fundo chato;
- 4.8_ Copos descartáveis;
- 4.9_ Proveta de 250 ml;
- 4.10_ Pipetas de 25 e 50 ml;
- 4.11_ Solução a 20 % de Iodeto de Potássio (Pesar 200 g de Iodeto de Potássio, dissolver com \pm 500 ml de água deionizada e completar o volume em balão volumétrico de 1000 ml);
- 4.12_ Solução de amido a 1 % (Pesar 1 g de amido dissolver com 50 ml de água deionizada quente, após esfriar, diluir para 100 ml com água);
- 4.13_ Solução a 10 % de ácido acético (Medir em proveta graduada 100 ml de ácido acético e completar o volume em balão volumétrico de 1000 ml com água);
- 4.14_ Solução de ácido clorídrico (HCl) 1:1 (Medir em proveta graduada 250 ml de água e completar o volume em balão volumétrico de 500 ml com Ácido Clorídrico (HCl) P.A.);
- 4.15_ Solução 0,1 N de Brometo (Br) e Bromato de Potássio P.A. (Pesar 2,8 g de Bromato de Potássio e 11,8 g de Brometo de Potássio , dissolver com \pm 500 ml de água deionizada e completar o volume em balão volumétrico de 1000 ml);
- 4.16_ Metanol;
- 4.17_ Ácido Clorídrico (HCl) P.A.;
- 4.18_ Clorofórmio P.A. ;
- 4.19_ Dicromato de Potássio ($K_2Cr_2O_7$) P.A.;
- 4.20_ Conexão Kjeldahl, tipo bola;
- 4.21_ Almofariz com pistilo;
- 4.22_ Mangueira de látex;
- 4.23_ pH-metro;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE	Recomendação CEMP 192 Aprovada em: Jun/1996 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 5

4.24_ Água deionizada, destilada ou de osmoze reversa;

4.25_ Preparo da solução de Tiossulfato de Sódio 0,1N:

4.25.1_ Solução 0,1 N de Tiossulfato de Sódio (Pesar 25 g de Tiossulfato de Sódio P.A. e dissolver em balão volumétrico de 1000 ml, com água deionizada. Adicionar 1 ml de clorofórmio para inibir o desenvolvimento de colonias de micro organismos, transferir para recipiente opaco/âmbar para evitar a decomposição pela luz. Deixar em repouso de 8 a 10 dias Padronização da solução de Tiossulfato de Sódio 0,1 N:

4.25.2_ Pesar entre 0,120 e 0,150 g de Dicromato de Potássio ($K_2Cr_2O_7$) em erlenmeyer de 500 ml com 150 a 200 ml de água deionizada. Adicionar 15 ml de HCl 1:1 (em água) e 25 a 30 ml de solução de KI a 20%. Deixar em repouso por 2 minutos. Titular com a solução de Tiossulfato de Sódio até quase desaparecer a cor avermelhada do Iodo (I) (verde-claro), adicionar de 3 a 5 ml de amido. Continuar a titulação até viragem de azul amido para verde claro. Calcular o título da solução de Tiossulfato de Sódio como sendo:

$$FC = \frac{VT}{VR} \qquad VT = \frac{1000 \times p.a}{4,9-32}$$

Onde:

FC = fator de correção;

VT = volume teórico;

VR = volume real (gasto na titulação);

p.a. = peso da amostra;

4,9032 = miliequivalente do Tiossulfato de Sódio.

4.26_ Erlenmeyer de 250 ml de iodometria

4.27_ Erlenmeyer de 1000 ml

4.28_ Caixa com tampa (câmara escura)

4.29_ Rolhas de borracha;

4.30_ Tubo de vidro em L.

5_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

5.1_ Pesar no copo descartável 2 a 3 g de resina líquida (resol) ou resina em pedra (novalaca) previamente triturada.

5.2_ Transferir a amostra para um erlenmeyer de 1000 ml e repesar o copo descartável. Por diferença com o peso do item 5.1 obtém-se a massa real da amostra.

5.3_ Adicionar 20 ml de metanol para dissolver a resina.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE	Recomendação CEMP 192 Aprovada em: Jun/1996 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 5

- 5.4_ Adicionar 250 ml de água deionizada (na maioria das soluções haverá turvação).
- 5.5_ Em soluções cujo pH estiver maior do que 5,0, acertar o pH em torno de 5,0 com solução a 10 % de Ácido Acético.
- 5.6_ Conectar o erlenmeyer ao gerador de vapor, conforme figura do Anexo A.
- 5.7_ Iniciar a geração de vapor para o processo de arraste.
- 5.8_ Arrastar 500 ml para balão volumétrico de 500 ml.
- 5.9_ Homogeneizar.
- 5.10_ Pipetar 50 ml da solução para um erlenmeyer de 250 ml de iodometria, adicionar 50 ml da solução Brometo Bromato e 10 ml de Ácido Clorídrico (HCl) concentrado.
- 5.11_ Tampar com rolha esmerilhada e deixar em repouso por 10 minutos em câmara escura.
- 5.12_ Adicionar em seguida 2 ml da solução de KI a 20 %.
- 5.13_ Titular com solução padronizada de Tiossulfato de Sódio 0,1 N usando amido como indicador, Anotar o volume gasto de Tiossulfato de Sódio (Vg).
- 5.14_ Em paralelo fazer uma prova em branco, usando 50 ml de água deionizada, 1 ml de metanol, 50 ml de Brometo Bromato e 10 ml de Ácido Clorídrico (HCl) concentrado, usando amido como indicador. Anotar o volume gasto na titulação em ml (Vgb).

6_ RESULTADOS

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

$$\% \text{ Fenol livre} = \frac{(V_{gb} - V_g) \times 1,567 \times 500 \times N}{50 \times P_a}$$

Onde:

- V_{gb} = volume gasto de Tiossulfato de Sódio na titulação da prova em branco, em ml;
- V_g = volume gasto de Tiossulfato de Sódio na titulação da amostra, em ml;
- 1,567 = miliequivalente do fenol;
- 500 = fator de diluição;
- N = normalidade do Tiossulfato de Sódio;
- 50 = alíquota utilizada na análise;
- P_a = peso da amostra.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA FENÓLICA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE	Recomendação CEMP 192 Aprovada em: Jun/1996 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 5 de 5

7_ ANEXO A - ESQUEMA DE MONTAGEM DAS VIDRARIAS PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR DE FENOL LIVRE

