

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIA NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 114 Aprovada em: Ago/1984 Revisada em: Fev/2024
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 4

SUMÁRIO

- 1_ Objetivo
- 2_ Documentos a consultar
- 3_ Princípio do método
- 4_ Definição
- 5_ Aparelhagem/reagentes
- 6_ Execução do ensaio
- 7_ Resultados
- 8_ 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_ DOCUMENTO A CONSULTAR

- 2.1_ CEMP 152 – Materiais para fundição – Amostragem de material na forma líquida ou lama – Procedimento.

3_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 3.1_ Reação de precipitação entre o cloreto de amônio e o nitrato de prata (AgNO_3), com separação do precipitado.

4_ DEFINIÇÃO

- 4.1_ 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.

5_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 5.1_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g;
- 5.2_ Béquer de 250 ml;
- 5.3_ Cálice graduado;
- 5.4_ Chapa de aquecimento;
- 5.5_ Cadinho de vidro com placa porosa;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIA NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 114 Aprovada em: Ago/1984 Revisada em: Fev/2024
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 4

- 5.6_ Estufa de laboratório;
- 5.7_ Dessecador;
- 5.8_ Solução de ácido nítrico (HNO₃) a 4 %;
- 5.9_ Solução de nitrato de prata (AgNO₃).

6_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

- 6.1_ Pesar entre 8 à 10 g do catalisador no béquer.
- 6.2_ Diluir com 50 à 60 ml de água destilada e adicionar 30 ml de ácido nítrico (HNO₃) 1:1.
- 6.3_ Juntar 80 ml de nitrato de prata (AgNO₃) à 4 % e aquecer brandamente durante cerca de 01 hora, até que todo precipitado de cloreto de prata esteja aglomerado.
- 6.4_ Filtrar no cadinho de vidro de placa porosa, previamente tarado.
- 6.5_ Lavar o resíduo com água quente.
- 6.6_ Secar o resíduo na estufa, entre 105 e 130 °C, até massa constante.
- 6.7_ Esfriar no dessecador, até temperatura ambiente.
- 6.8_ Pesar e anotar a massa como sendo cloreto de prata.

7_ RESULTADOS

- 7.1_ 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.

HISTÓRICO DAS REVISÕES		
REVISÃO	ITENS REVISADOS	JUSTIFICATIVA
Fev/2024	Todos	- Estrutura do documento - Inclusão do item 2 (documentos a consultar)

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIA NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 114 Aprovada em: Ago/1984 Revisada em: Fev/2024
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 4

8_ ANEXO A - RECUPERAÇÃO DE NITRATO E PRATA (AgNO₃) UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIO EM CATALISADOR PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE.

Nota: Este procedimento é compensador para quantidades acima de 100 g de cloreto de prata a ser recuperado.

A.1_ OBJETIVO

A1.1_ Este anexo prescreve o procedimento para recuperação do nitrato de prata (AgNO₃) 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 (HNO₃) 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 (FeSO₄) a 10 %;

A.3.8_ Solução de ácido sulfúrico (H₂SO₄) 1:1;

A.3.9_ Zinco granulado;

A.3.10_ ácido nítrico (HNO₃) concentrado.

A.4_ PROCEDIMENTO

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

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	RESINA PARA O PROCESSO CAIXA QUENTE (HOT BOX) PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CLORETO DE AMÔNIA NO CATALISADOR	Recomendação CEMP 114 Aprovada em: Ago/1984 Revisada em: Fev/2024
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 4

A.4.2_ Adicionar 20 à 30 ml de solução de sulfato ferroso (FeSO_4) a 10% e 5 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_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 (FeSO_4) e o ácido sulfúrico (H_2SO_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 (H_2SO_4) 1:1 e 10 à 20 g de zinco granulado.

Nota: A 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 (H_2SO_4), lavar a prata metálica formada em água corrente, por 5 à 10 vezes, a fim de eliminar a ácido sulfúrico (H_2SO_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 (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 (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 (AgNO_3) a 4% com o sal de prata cristalizado, para reutilizá-la em outra análise.