

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO PELO MÉTODO DO PIROFOSFATO DE SÓDIO E DISPERSÃO DA BENTONITA COM FERVURA	Recomendação CEMP 215 Aprovada em: Fev/2023 Revisada em: -
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 5

SUMÁRIO

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

1_ OBJETIVO

- 1_ Esta recomendação prescreve o método de ensaio para determinar, o teor de argilominerais esmectíticos da amostra; O grupo das argilas esmectíticas é constituído pelos argilominerais montmorilonita, saponita, sauconita, beidelita, nontronita e volsconcoita.

2_ DOCUMENTOS A CONSULTAR

- 2.1_ CEMP E-01 - Areia padrão para ensaio em fundição – Especificação;
- 2.2_ CEMP 116 – Materiais para fundição - Determinação do fator da solução de azul de metileno por titulação com solução de cloreto Titanoso (TiCl₃) – Método de ensaio;
- 2.3_ CEMP 126 – Materiais para fundição – Amostragem de material na forma de pó - Procedimento;
- 2.4_ CEMP 206 - Bentonita para fundição – Determinação do teor de umidade – Método de ensaio;
- 2.5_ CEMP 216 – Materiais para fundição – Determinação do fator da solução de azul de metileno de forma indireta através de uma bentonita sódica natural – Método de ensaio.

3_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 3.1_ A bentonita possui a propriedade de se deixar saturar com determinados íons e de mantê-los em estado permutável, isto é, com a capacidade de troca iônica.
- 3.2_ O azul de metileno em meio aquoso, é adsorvido pela argila conferindo-lhe uma coloração azul.
- 3.3_ A saturação é atingida quando ocorre um halo ao redor da gota depositada num papel de filtro.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO PELO MÉTODO DO PIROFOSFATO DE SÓDIO E DISPERSÃO DA BENTONITA COM FERVURA	Recomendação CEMP 215 Aprovada em: Fev/2023 Revisada em: -
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 5

3.4_ A dispersão da bentonita neste método será realizada por fervura.

4_ DEFINIÇÃO

4.1_ Adsorção de azul de metileno em bentonita: quantidade máxima de azul de metileno adsorvido por uma amostra de bentonita no seu estado natural de recebimento.

5_ APARELHAGEM E REAGENTES

5.1_ Balança semi-analítica;

5.2_ Bureta graduada de 50 ml;

5.3_ Bastão de vidro;

5.4_ Papel de filtro faixa azul;

5.5_ Copo de aço inoxidável ou vidro de 250 ml;

5.6_ Frasco Erlenmeyer de 500 ml;

5.7_ Agitador eletromecânico ou eletromagnético com uma rotação entre 1500 a 2000 rpm;

5.8_ Chapa de aquecimento com controle de temperatura;

5.9_ Termômetro de vidro ou digital para medição de uma temperatura entre 80 e 120 °C;

5.10_ Solução aquosa centimolar de azul de metileno, fatorada conforme CEMP 116 ou CEMP 216;

5.11_ Solução aquosa de pirofosfato de sódio a 2 %;

Nota 1: O pirofosfato de sódio utilizado deve ser P.A. (Para Análise), pois a qualidade do produto pode influenciar diretamente no resultado.

Nota 2: Quando se tratar de pirofosfato anidro ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$), misturar $20,0 \pm 0,5$ g do sal em 1.000 ml de água

Nota 3: Quando se tratar de pirofosfato decahidratado ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), misturar $33,5 \pm 0,5$ g do sal em 1.000 ml de água.

5.12_ Areia de sílica isenta de argila, preferencialmente areia padrão produzida conforme especificação CEMP E-1;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO PELO MÉTODO DO PIROFOSFATO DE SÓDIO E DISPERSÃO DA BENTONITA COM FERVURA	Recomendação CEMP 215 Aprovada em: Fev/2023 Revisada em: -
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 5

5.13_ Água destilada, deionizada ou equivalente.

6_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

6.1_ Pesar uma amostra de bentonita (amostra coletada conforme procedimento CEMP 126) compensando a umidade de recebimento para se obter 0,5 g na base seca e transferi-la para o frasco Erlenmeyer. A quantidade de bentonita em estado de umidade de recebimento é calculada pela seguinte fórmula.

$$B = \frac{50}{100 - U}$$

Onde:

B = massa de bentonita com umidade de recebimento, em g ;

U = teor de umidade de recebimento, em %.

Nota: Para se calcular o teor de umidade da bentonita vide a recomendação CEMP 206.

6.2_ Pesar 5 g de areia de sílica isenta de argila, juntando à amostra no frasco Erlenmeyer, preferencialmente areia padrão (CEMP E-01);

6.3_ Adicionar entre 80 e 100 ml de água destilada e 20 ml da solução de pirofosfato de sódio e levar o frasco Erlenmeyer à chapa de aquecimento que deve estar regulada em uma temperatura que provoque fervura branda na amostra;

6.4_ Aguardar o aquecimento da amostra e verificar com o auxílio de um termômetro que a temperatura da amostra durante a fervura branda esteja entre 88 e 92 °C, temperatura que deve ocorrer em um tempo médio de 10 a 12 minutos;

6.5_ Retirar a amostra da chapa e aguardar o resfriamento até a temperatura ambiente;

6.6_ Transferir a amostra do frasco Erlenmeyer para o copo de aço inoxidável;

6.7_ Posicionar o copo de aço inoxidável sob a bureta e adicionar a solução de azul de metileno em quantidade suficiente para reagir com 80 a 90 % do previsto para a saturação;

6.8_ Agitar a amostra mecanicamente (podendo ser um agitador eletromecânico ou eletromagnético) por 5 minutos;

6.9_ Depositar, com auxílio do bastão de vidro, uma gota da solução sobre o papel de filtro;

6.10_ Esperar cerca de 30 segundos e observar se houve formação de um halo azulado ao redor da mancha existente no papel de filtro. Se houver formação do halo, desconsiderar o teste e reiniciar outro com uma quantidade inicial menor da solução de azul de metileno, caso contrário prosseguir o ensaio conforme o item 6.11;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO PELO MÉTODO DO PIROFOSFATO DE SÓDIO E DISPERSÃO DA BENTONITA COM FERVURA	Recomendação CEMP 215 Aprovada em: Fev/2023 Revisada em: -
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 5

Nota: O anexo A deste desta recomendação apresenta um guia para auxiliar na interpretação e aparecimento do halo.

- 6.11_ Adicionar mais 1 ml da solução de azul de metileno, agitar mecanicamente durante 2 minutos e depositar nova gota da solução no papel de filtro, observando se houve formação do halo;
- 6.12_ Repetir o item 6.9 até que haja o aparecimento do halo. Procurar obter o ponto final (aparecimento do halo) com 4 ou 5 gotas no máximo, por papel de filtro, dispondo-as sequencialmente na periferia do mesmo;
- 6.13_ Após o aparecimento do halo, agitar a solução durante 2 minutos e depositar uma gota sobre o papel de filtro observando se houve a persistência do halo;
- 6.14_ Caso o halo tenha desaparecido, repetir os itens 6.11 a 6.13 até que a segunda agitação para a mesma quantidade da solução de azul de metileno não faça desaparecer o halo azul;
- 6.15_ Anotar o volume total da solução de azul de metileno gasto.

7_ RESULTADO

- 7.1_ O resultado é expresso em ml (mililitros), com resolução de 0,1 ml e corresponde ao volume de solução fatorada de azul de metileno gasto na saturação de 0,5 g de bentonita em base seca.
- 7.2_ O resultado é obtido através da seguinte formula:

$$A = \quad \text{ml} \times F$$

Onde :

A = adsorção de azul de metileno, em ml;

ml = volume de solução de azul de metileno gasto na titulação, em ml;

F = fator de correção da solução de azul de metileno.

HISTÓRICO DAS REVISÕES		
REVISÃO	ITENS REVISADOS	JUSTIFICATIVA

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO – DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO PELO MÉTODO DO PIROFOSFATO DE SÓDIO E DISPERSÃO DA BENTONITA COM FERVURA	Recomendação CEMP 215 Aprovada em: Fev/2023 Revisada em: -
	Método de Ensaio	Folha : 5 de 5

8_ ANEXO A: Guia de referência para aparecimento do halo.



**COMISSÃO DE ESTUDOS
DE MATÉRIAS PRIMAS**

GUIA DO HALO PARA AAM



Início

Prepare uma amostra para o teste de Adsorção de Azul de Metileno, conforme descrito nos procedimentos CEMP ou norma ABNT. É recomendado que 4 ou 5 gotas sejam usadas para alcançar um bom halo como ilustrado neste guia.



Sem nenhum halo

Continue adicionando a solução de azul de metileno (AM) de 1 em 1 até que o halo apareça.



Início do aparecimento do halo

Agite mais dois minutos, sem adicionar a solução de AM. Se o halo desaparecer, adicione mais 1 ml e tirar nova gota depois de esperar.



Halo correto

Quando a Adsorção de Azul de Metileno alcançar o ponto ótimo agitar durante mais dois minutos. Após esperar retire nova gota se o halo permanecer registre o volume gasto para obter um halo correto.



Saturação

Excesso de solução de AM adicionada à amostra. Se o halo aumentar este é o primeiro ponto que indica a saturação após o começo do halo ótimo.