

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS PARA OS PROCESSOS DE CURA A FRIO E CAIXA FRIA (COLD BOX)	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Ago/2024
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 3

SUMÁRIO

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

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

3_ PRINCÍPIO DO MÉTODO

- 3.1_ 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.

4_ DEFINIÇÃO

- 4.1: Isocianato como NCO ou amina equivalente: é quantidade percentual de amina presente na resina que é liberada pela reação do NCO com a solução de dibutylamina.

5_ APARELHAGEM / REAGENTES

- 5.1_ Balança analítica.;
- 5.2_ 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;
- 5.3_ Chapa de aquecimento;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS PARA OS PROCESSOS DE CURA A FRIO E CAIXA FRIA (COLD BOX)	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Ago/2024
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 3

- 5.4_ Termômetro de contato, escala de 0/400 °C;
- 5.5_ Suporte de ferro para fixação do termômetro;
- 5.6_ Garra para termômetro;
- 5.7_ Pipeta volumétrica com capacidade de 25 ml;
- 5.8_ Bureta de 50 ml com divisão 0,1 ml;
- 5.9_ Balão volumétrica de 1000 ml;
- 5.10_ Balão volumétrico de 100 ml;
- 5.11_ Dibutylamina P.A.; Dissolver 120 g de dibutylamina em tolueno anidro, completar o volume para 1000 ml com tolueno anidro em balão volumétrico;
- 5.12_ Tolueno anidro P.A.;
- 5.13_ Álcool isopropílico P.A.;
- 5.14_ Solução de ácido clorídrico (HCl) 0,5 N;
- 5.15_ Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N;
- 5.16_ Solução indicadora verde de bromocressol. Misturar 0,1g do indicador verde de bromocressol 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.

6_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

- 6.1_ Coeltar uma amostra conforme CEMP 152 e 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 ± 5 g.
 - para resinas com % NCO de 20 a 30 % - pesar de 2,5 a 3,0 g.

- 6.2_ Pipetar 25 ml da solução de dibutylamina, transferir a amostra para o frasco e tampá-lo. Agitar até que toda a amostra seja dissolvida;
- 6.3_ Preparar uma prova em branco com todos os reagentes, omitindo a amostra;
- 6.4_ 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 ± 10 °C;
- 6.5_ Retirá-los da chapa e deixá-los esfriar por 15 minutos a temperatura ambiente;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	MATERIAIS PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO ISOCIANATO COMO NCO OU AMINA EQUIVALENTE NAS RESINAS PARA OS PROCESSOS DE CURA A FRIO E CAIXA FRIA (COLD BOX)	Recomendação CEMP 148 Aprovada em: Fev/1991 Revisada em: Ago/2024
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 3

6.6_ 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).

7_ RESULTADOS

7.1_ O resultado do isocianato é expresso em % com precisão de 0,1 % e é calculado através da seguinte fórmula:

$$NCO = \frac{(A - B) \cdot C \cdot 0,042}{W}$$

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.

7.2_ O resultado da amina equivalente é expresso em % e é calculado através da seguinte fórmula:

$$A \cdot E = \frac{4200}{NCO}$$

Onde:

A . E = teor de amina, em %;
 4200 = equivalência do NCO;
 NCO = teor de isocianato.

HISTÓRICO DAS REVISÕES		
REVISÃO	ITENS REVISADOS	JUSTIFICATIVA
Ago/2024	Título e 2 6.1	Inclusão de documentos a consultar; Inclusão do procedimento de coleta.