

RESUMO

Este documento, que é uma norma técnica, fixa o procedimento a ser adotado na determinação do teor de sílica em microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária. Prescreve a aparelhagem e materiais requeridos, os reagentes empregados e estabelece as condições para obtenção do resultado.

ABSTRACT

This document presents the procedure for determination of the silica content in retro-reflective glass microspheres used on pavement markings and prescribes the apparatus, the reagents and the conditions for obtention of the result.

SUMÁRIO

- 0 Apresentação
- 1 Objetivo
- 2 Referências
- 3 Aparelhagem e material
- 4 Reagentes
- 5 Amostragem
- 6 Ensaio
- 7 Resultado

0 APRESENTAÇÃO

A presente Norma decorreu da necessidade de se adaptar, quanto à forma, a DNER-ME 057/89 à DNER-PRO 101/93, mantendo-se inalterável o seu conteúdo técnico.

Macrodescriptores MT: ensaio, ensaio em laboratório, sinalização rodoviária, vidro

Microdescriptores DNER: ensaio, ensaio de laboratório, sinalização rodoviária, vidro

Palavras-chave IRRD/IPR: ensaio (6255), marcação da pista (0562), material refletor (0531), método de ensaio (6288), microesfera de vidro (4548), sinalização (0556), vidro (4547)

Descritores SINORTEC: ensaio, ensaio de laboratório, sílica, vidro

Aprovada pelo Conselho de Administração em 11/08/89

Resolução nº 1871/89 Sessão nº CA/ 30/89

Processo nº 20100001155/89-3

Autor : DNER/DrDTc (IPR)

Adaptação da DNER-ME 057/89 à DNER-PRO 101/93,
aprovada pela DrDTc em 21/03/94.

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método de determinação do teor de sílica em microesferas de vidro retrorrefletivas utilizadas em demarcação viária.

2 REFERÊNCIAS

2.1 Norma complementar

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

DNER-PRO 251/94 - Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária - amostragem.

2.2 Referência bibliográfica

No preparo desta Norma foi consultado os seguintes documentos:

- a) DNER-ME 057/89, designada Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária - determinação do teor de sílica;
- b) ABNT MB-1504, de 1984, registrada no SINMETRO como NBR-6828, designada Microesferas de vidro retrorrefletivas - determinação do teor de sílica.

3 APARELHAGEM E MATERIAL

Aparelhagem e materiais necessários:

- a) balança analítica com resolução de 0,000 1 g;
- b) peneira de malha quadrada, de caixilho circular, diâmetro de 205 mm e abertura de malha de 0,15 mm (nº 100);
- c) estufa capaz de manter a temperatura de $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- d) cápsulas ou cadinhos de platina, de 75 cm³ e 250 cm³, com tampas;
- e) alça de platina (Pt) ou níquel - cromo (Ni-Cr);
- f) bico de Bunsen ou similar;
- g) pinça com ponta de platina (Pt);
- h) triângulo de arame de aço, com tubos de porcelana;
- i) chapa aquecedora;
- j) frasco lavador;
- l) papel de filtro de porosidade média-Whatman nº 40 ou similar;
- m) bastão de vidro de ponta arredondada;
- n) funil de vidro;
- o) mufla com aquecimento até 1 200 °C;
- p) dessecador;

- q) banho-maria;
- r) espátula metálica;
- s) policial;
- t) tripé metálico;
- u) caçarola de porcelana com capacidade de 300 ml;
- v) almofariz de ágata com mão de ágata;
- x) suporte para filtração.

4 REAGENTES

- 4.1 Carbonato de sódio anidro p.a.
- 4.2 Ácido clorídrico (1 : 1).
- 4.3 Ácido clorídrico (2 : 98).
- 4.4 Ácido fluorídrico p.a.
- 4.5 Ácido sulfúrico (1 : 1).

5 AMOSTRAGEM

A amostragem de microesferas deve ser realizada de acordo com DNER-PRO 251/94 (ver 2.1).

6 ENSAIO

6.1 Preparação da amostra

6.1.1 Triturar em almofariz de ágata, até passar completamente pela peneira de 0,15 mm de abertura (n° 100), aproximadamente 1,000 0 g de amostra obtidas conforme Norma DNER-PRO 251/94 (ver 2.1).

6.1.2 Secar a amostra em estufa a $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, até obter massa constante.

6.2 Procedimento

6.2.1 Pesar no cadinho de platina aproximadamente 0,5 g da amostra previamente preparada, com aproximação de 0,000 1 g(A). Juntar 0,5 g de Na_2CO_3 .

6.2.2 Homogeneizar o conteúdo com a alça de platina, acumulando-o no centro do cadinho; cobrir a mistura com 0,5 g de Na_2CO_3 .

6.2.3 Aquecer gradualmente a mistura no cadinho tampado, no bico de Bunsen, até a fusão; manter nesta temperatura por 10 minutos.

6.2.3.1 Para melhor fusão da massa, deve-se agitar cuidadosamente o cadinho de platina em movimentos circulares, fora da fonte aquecedora, com o auxílio da pinça com ponta de platina.

- 6.2.4 Retirar a fonte aquecedora e deixar o cadinho coberto; esfriar à temperatura ambiente.
- 6.2.5 Adicionar 20 ml de HCl (1 : 1) à massa fundida. Cobrir o cadinho e digerir em banho-maria até a completa desintegração do material. Eventualmente, pode-se dissolver a massa fundida em água destilada quente antes de adicionar o ácido. A ação do ácido pode ser acelerada por esmagamento, com bastão de vidro, da camada de material insólvel que tende cobrir a porção não atacada da massa fundida.
- 6.2.6 Tão logo a desintegração do material esteja completa, transferi-lo para a caçarola de porcelana tomando o cuidado de lavá-lo com água destilada, a fim de evitar perdas. Evaporar o material em banho-maria até secá-lo; em seguida, resfriá-lo.
- 6.2.7 Adicionar 5 ml de HCl (1 : 1) ao resíduo e 15 ml de água destilada morna. Manter o conjunto em banho-maria, por alguns minutos. Filtrar através do papel de filtro.
- 6.2.8 Lavar a caçarola, o resíduo e o papel de filtro com porções de 3 ml de HCl (2 : 98), tomando o cuidado de transferir todo o resíduo da caçarola, para o papel de filtro, e em seguida lavá-lo com água destilada quente, até a eliminação total de cloretos.
- 6.2.9 Colocar o papel de filtro, contendo o resíduo, no cadinho de platina, no qual a fusão foi feita. Evaporar o filtrado em cápsula de platina, em banho-maria, até secura.
- 6.2.10 Aquecer o resíduo em estufa a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 min, e resfriar a seguir. Adicionar HCl (1 : 1) ao resíduo seco, filtrando o conjunto através do papel de filtro. Lavar como em 6.2.8; transferir todo o resíduo obtido na 2ª desidratação para o cadinho contendo o papel de filtro da 1ª desidratação.
- 6.2.11 Queimar brandamente o conteúdo do cadinho até atingir $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ e até todo o carbono sair. Adicionar quatro gotas de H_2SO_4 (1 : 1). Se for esperado um alto resíduo que não sílica, aquecer brandamente de início; deixar atingir $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$, de 30 min a 60 min. Resfriar o resíduo final em dessecador, pesar. Repetir a ignição até obter um valor constante para a massa (B2).
- 6.2.12 Tratar o resíduo final com algumas gotas de H_2SO_4 (1 : 1) e cerca de 10 ml de HF.
- 6.2.12.1 Evaporar brandamente os constituintes voláteis usando banho-maria e finalmente aquecer a $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 1 min a 2 min.
- 6.2.12.2 Resfriar o novo resíduo final em dessecador, pesar e anotar (B1).
- 6.2.13 A diferença entre as duas pesagens representa a massa de sílica da amostra ensaiada ($B_2 - B_1$).

7 RESULTADO

O resultado é dado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{B_2 - B_1}{A} \times 100$$