

MT - DEPARTAMENTO NACIONAL DE ESTRADAS DE RODAGEM**Tinta para demarcação viária - determinação do dióxido de titânio no pigmento**

Norma rodoviária

Método de Ensaio

DNER-ME 238/94

p. 01/05

RESUMO

Este documento, que é uma norma técnica, fixa o procedimento a ser adotado na determinação do dióxido de titânio no pigmento de tinta para demarcação viária. Prescreve a aparelhagem, os reagentes empregados e a condição para obtenção do resultado e da repetibilidade.

ABSTRACT

This document presents the procedure for the dioxide of titanium determination in paint pigment used for pavement markings and prescribes the apparatus, reagents and the conditions for obtention of the result and repeatability.

SUMÁRIO

0 Apresentação

1 Objetivo

2 Referência

3 Aparelhagem

4 Reagentes

5 Amostragem

6 Ensaio

7 Cálculo

8 Resultado

9 Repetibilidade

Anexo normativo

0 APRESENTAÇÃO

Esta Norma decorreu da necessidade de se adaptar, quanto à forma, a DNER-ME 238/89 à DNER-PRO 101/93, mantendo-se inalterável o seu conteúdo técnico.

Macrodescriptores MT: ensaio, ensaio em laboratório, sinalização rodoviária, tinta**Microdescriptores DNER:** ensaio, ensaio em laboratório, sinalização rodoviária, tinta**Palavras-chave IRRD/IPR:** ensaio (6255), marcação da pista (0562), material refletor (0531), método de ensaio (6288), sinalização (0556), titânio (7129)**Descriptores SINORTEC:** ensaio, ensaio de laboratório, pigmentos, tintas, titânio

Aprovada pelo Conselho de Administração em 11/08/89

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

Processo nº 20100001154/89-7

Autor: DNER/DrDTc (IPR)

Adaptação da DNER-ME 238/89 à DNER-PRO 101/93,
aprovada pela DrDTc em 13/04/94.

1 OBJETIVO

Esta Norma prescreve o método para determinação do dióxido de titânio, no pigmento de tinta para demarcação viária, pelo método do redutor de Jones.

2 REFERÊNCIA

2.1 Norma complementar

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

DNER-ME 237/94 - Tinta para demarcação viária - determinação do teor de pigmento.

2.2 Referência bibliográfica

No preparo desta Norma foi consultado o seguinte documento:

DNER-ME 238/89, designada Tinta para demarcação viária - determinação do dióxido de titânio no pigmento.

3 APARELHAGEM

Aparelhagem necessária:

- a) balança analítica com resolução de 0,000 1 g;
- b) bureta de 50 ml;
- c) coluna redutora, conforme Figura anexa;
- d) papel de filtro de porosidade média - Whatman nº 40 ou similar.

4 REAGENTES

4.1 Amálgama de zinco

4.1.1 Pesar aproximadamente 600 g de zinco metálico p.a. de 20 mesh, adicionar HCl 1N até cobrir todo zinco e quantidade suficiente de HgCl_2 0,25 M, agitar durante 3 minutos. Lavar diversas vezes por decantação com H_2SO_4 (2:98) e em seguida com água destilada diversas vezes.

4.1.2 Ter o cuidado de deixar sempre a amálgama coberta com água destilada.

4.2 Ácido sulfúrico (1:19)

4.2.1 Misturar 1 volume de ácido sulfúrico em 19 volumes de água.

4.3 Sulfato férrico (1 ml = 0,02 g de Fe)

4.3.1 Dissolver 20 g de ferro p.a. ou aço carbono em um pequeno excesso de HCl, oxidar a amostra com aproximadamente 12 ml de HNO_3 , adicionar 80 ml de H_2SO_4 e aquecer até desprender densos fumos brancos.

4.3.2 Esfriar e diluir a 1 litro com água destilada.

4.3.3 Digerir em banho-maria até a dissolução completa do sulfato e filtrar, se necessário.

4.3.4 Para oxidar o sulfato ferroso presente, dicionar gota a gota de solução de KMnO_4 , até aparecimento de uma coloração rósea, persistente por 5 minutos.

4.4 Sulfato de amônio PA.

4.5 Hidróxido de amônio PA.

4.6 Permanganato de potássio - solução padrão (0,1 N, 1 ml = 0,008 g TiO_2)

4.6.1 Dissolver cerca de 3,16 g de permanganato de potássio em água e diluir a 1 litro.

4.6.2 Deixar em repouso durante 8 a 14 dias, filtrar usando funil de vidro sinterizado.

4.7 A padronização é feita com oxalato de sódio, como se segue:

a) em um bécher de 400 ml dissolver 0,250 0 g a 0,300 0 g de oxalato de sódio puro p.a. seco a 105 °C - 110 °C em 250 ml de água quente (80 °C a 90 °C) e adicionar 15 ml de H_2SO_4 (1:1);

b) manter a temperatura acima de 60 °C durante a titulação com a solução de permanganato de potássio.

4.7.1 Calcula-se a equivalência da solução de KMnO_4 , mediante a seguinte fórmula:

$$T = \frac{W \times 1,192}{V_p}$$

onde:

T - equivalente em gramas de TiO_2 por mililitro de solução de KMnO_4 ;

W - massa de $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, em gramas;

V_p - mililitros de solução de KMnO_4 usado na padronização.

Nota: Recomenda-se padronizar pelo menos bimensalmente.

5 AMOSTRAGEM

5.1 A amostragem de pigmento é feita em conformidade com a DNER-ME 237/94 (ver 2.1).

5.2 Preparação da amostra

5.2.1 Desagregar em gral a amostra de pigmento obtida conforme item 5.1.

6 ENSAIO

6.1 Pesar 0,300 0 g da amostra preparada conforme item 5.2.1 e colocá-la em um Erlenmeyer de 250 ml seco e adicionar 20 ml de H_2SO_4 e 8 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

6.2 Colocar o Erlenmeyer sobre uma chapa quente e levar a densos fumos brancos.

6.3 Em seguida, aquecer a mistura com agitação constante sobre a chapa de um bico de gás, até solubilização completa da amostra.

- 6.4 Esfriar a solução e adicionar 100 ml de água, aquecendo cuidadosamente até a ebulição.
- 6.5 Retirar da chapa e filtrar em papel de textura média, lavando-se o resíduo insolúvel com H_2SO_4 (1:19) a quente.
- 6.6 Diluir o filtrado até o volume de 200 ml e adicionar 5 ml de NH_4OH , para diminuir a acidez entre aproximadamente 10% a 15% de H_2SO_4 em volume.
- 6.7 Lavar o redutor de Jones (ver Anexo-Figura) com ácido sulfúrico (1:19) e água, colocando-se água suficiente para cobrir totalmente a amálgama de zinco.
- 6.8 Colocar no frasco recebedor 25 ml de solução de sulfato férrico.
- 6.9 Reduzir a solução de titânio obtida de 6.1 a 6.6 da seguinte maneira:
- passar 50 ml de H_2SO_4 (1:19) através do redutor, regulando-se a velocidade de passagem de modo que a solução demore de 5 minutos a 10 minutos para escoar totalmente;
 - em seguida, passar a solução de titânio de modo que requeira 10 minutos para a passagem;
 - lavar com 100 ml de H_2SO_4 (1:19);
 - finalmente, passar 100 ml de água;
 - ter o cuidado para que a coluna do redutor permaneça sempre cheia d'água.
- 6.10 Aos poucos, desligar a sucção e lavar o tubo de vidro que esteve na solução de sulfato férrico; em seguida, retirar o frasco recebedor e titular imediatamente com solução de $KMnO_4$ 0,1N (V).
- 6.11 Fazer uma prova em branco, usando-se os mesmos reagentes usados na determinação e fazendo-se passar através do redutor (B).

7 CÁLCULO

7.1 Percentagem de TiO_2 na matéria mineral:

$$TiO_2 \% = \frac{(V - B) \times T}{S} \times 100$$

onde:

V - mililitros de solução de $KMnO_4$ usados na titulação da amostra;

B - mililitros de solução de $KMnO_4$ usados na titulação da prova em branco;

T - equivalente em TiO_2 da solução de $KMnO_4$, em gramas por mililitro;

S - gramas da amostra usada.

8 RESULTADO

O resultado é expresso em porcentagem de dióxido de titânio no pigmento.

9 REPETIBILIDADE

A diferença entre os resultados de duas determinações efetuadas pelo mesmo operador não deve ser superior a 0,61%.

ANEXO NORMATIVO - FIGURA

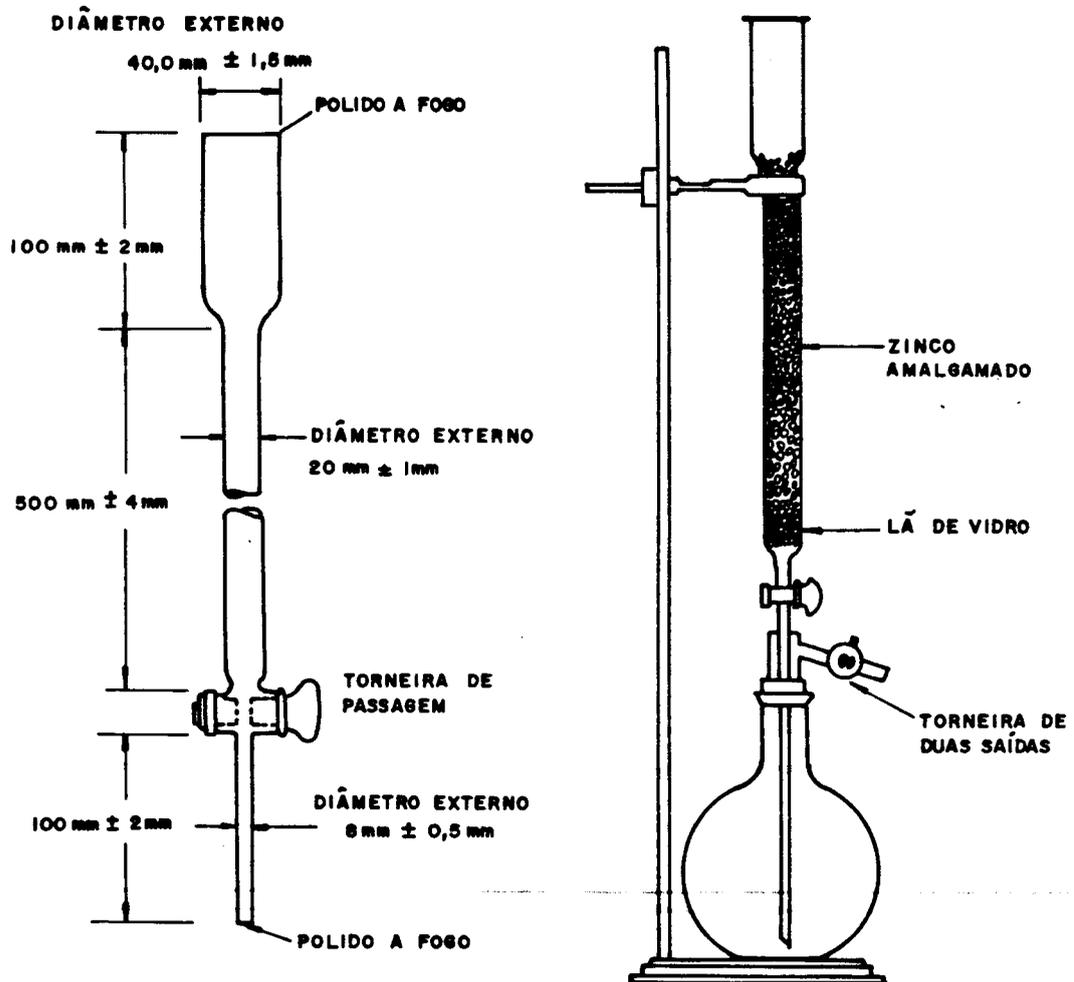


FIGURA - REDUTOR DE JONES