

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 7

SUMÁRIO

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

1_ OBJETIVO

- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método de ensaio para avaliar em laboratório a capacidade que a bentonita possui em não sofrer alterações sensíveis de qualidade quando estiver sob a influência da ação do calor liberado pelo metal.

2_ DOCUMENTOS A CONSULTAR

- 2.1_ CEMP E-01 - Areia padrão para ensaio em fundição – Especificação;
- 2.2_ CEMP 063 - Bentonita para fundição - Determinação da adsorção de azul de metileno pelo método do pirofosfato de sódio e dispersão da bentonita com vibrador ultrassônico – Método de ensaio;
- 2.3_ CEMP 116 – Bentonita para fundição - Determinação do fator da solução de azul de metileno por titulação com solução de cloreto titanoso – Método de ensaio;
- 2.4_ CEMP 126 – Materiais para fundição – Amostragem de material na forma de pó - Procedimento;
- 2.5_ CEMP 206 - Bentonita para fundição - Determinação do teor de umidade – Método de ensaio.
- 2.6_ CEMP 216 – Materiais para fundição – Determinação do fator da solução de azul de metileno de forma indireta através de uma bentonita sódica natural - Procedimento.

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.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 7

3.3_ A saturação é atingida quando ocorre um halo ao redor da gota depositada num papel de filtro.

4_ DEFINIÇÃO

4.1_ Adsorção de azul de metileno após calcinação a 550 °C: quantidade máxima de azul de metileno adsorvido por uma amostra de bentonita após calcinação a 550 °C.

5_ APARELHAGEM/REAGENTES

5.1_ Forno Mufla;

5.2_ Recipiente de aço inoxidável conforme Anexo A;

5.3_ Dessecador;

5.4_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g.;

5.5_ Bureta graduada de 50 ml;

5.6_ Bastão de vidro;

5.7_ Papel de filtro faixa azul;

5.8_ Copo de aço inoxidável de 250 ml, utilizando-se fervura como método de dispersão, empregar um frasco erlenmeyer de 500 ml preferencialmente com anel de borracha anexo;

5.9_ Agitador eletromecânico ou eletromagnético com uma agitação entre 1500 e 2000 rpm;

5.10_ Vibrador ultrassônico que desenvolva um sinal entre 50 e 55 kHz;

Nota: Utilizando-se a fervura como método de dispersão, utilizar chapa de aquecimento.

5.11_ Solução aquosa centimolar de azul de metileno, fatorada conforme CEMP 116 ou CEMP 216;

5.12_ Solução aquosa de pirofosfato de sódio a 2 %;

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

5.13_ Areia de sílica isenta de argila, preferencialmente areia padrão produzida conforme especificação CEMP E-01;

5.14_ Água destilada, deionizada ou equivalente.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 7



Figura 1 – Imagem ilustrativa de um kit para determinação do azul de metileno

6_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

6.1_ Colocar a amostra de bentonita (amostra coletada conforme procedimento CEMP 126) no recipiente e distribuí-la com o raspador por igual, de modo que a espessura da camada de bentonita no recipiente seja de 10 mm;

Nota: O recipiente e o raspador devem ser construídos conforme o Anexo A.

6.2_ Colocar o recipiente no forno mufla, previamente regulado a 550 ± 5 °C, deixando-o por 60 minutos nessa temperatura, é importante manter esta faixa de temperatura, pois variações superiores à mesma, introduzem erros significativos no resultado do ensaio;

6.3_ Retirar o recipiente da mufla e deixá-lo esfriar ao ambiente até no mínimo 150 °C;

6.4_ Colocar o recipiente no dessecador e deixá-lo esfriar até temperatura ambiente;

Nota: Observar a coloração da sílica gel utilizada no dessecador, caso ela esteja na coloração rosa, isto indica que a sílica gel está saturada e necessita ser desidratada ou substituída.

6.5_ Pesar uma amostra homogeneizada de 0,5 g de bentonita calcinada e 0,25 g (na base seca) de bentonita em seu estado original, esta adição de bentonita em seu estado original tem por finalidade auxiliar a visualização do halo sendo necessário

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 7

conhecer o valor a adsorção da bentonita em seu estado original, para descontar os ml referentes aos 0,25 g no cálculo final, transferir ambas para o copo de aço inoxidável;

Nota 1: A quantidade de bentonita em estado original 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 2: Caso o valor do teor de umidade da bentonita em estado original não seja conhecido, determinar o teor de umidade através da recomendação CEMP 206.

- 6.6_ Pesar 5,0 g de areia de sílica isenta de argila, juntando-a a amostra, preferencialmente areia padrão conforme CEMP E-01;
- 6.7_ Adicionar 50 ml da solução de pirofosfato de sódio e levar o conjunto ao vibrador ultrassônico, deixando vibrar por 5 minutos, utilizando-se fervura como método de dispersão, adicionar à amostra de 80 a 100 ml de água destilada, e 20 ml da solução de pirofosfato de sódio, levar a fervura branda durante 2 a 3 minutos e esfriar;
- 6.8_ Posicionar o copo 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;
- 6.9_ Agitar a amostra mecanicamente (podendo ser um agitador eletromecânico ou eletromagnético) por 5 minutos;
- 6.10_ Depositar com o auxílio de um bastão de vidro, uma gota da solução sobre o papel de filtro;
- 6.11_ Esperar cerca de 30 segundos e observar se houve formação de um halo azul ao redor da gota 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 6.12;
- 6.12_ 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;
- 6.13_ Repetir o item 6.12 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, dispendo-as sequencialmente na periferia do mesmo;
- 6.14_ Após o aparecimento do halo, agitar a amostra mecanicamente durante 2 minutos e depositar uma gota sobre o papel de filtro observando se houve a persistência do halo;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 5 de 7

6.15_ Caso o halo desapareça, repetir os itens 6.12 até que a segunda agitação para a mesma quantidade da solução de azul de metileno não faça desaparecer o halo azul;

6.16_ Anotar o volume total da solução de azul de metileno gasto, Descontar os ml correspondentes aos 0,25 g bentonita no estado original, que deverá ser calculado da seguinte forma: ml gastos da adsorção de azul de metileno original dividido por 2.

7_ RESULTADOS

7.1_ O resultado da adsorção de azul de metileno é expresso em mililitros e corresponde ao volume da solução fatorada de azul de metileno gastos na saturação de 0,5 g de bentonita na base seca.

7.2_ O índice de estabilidade térmica é expresso em porcentagem, com precisão de 0,01 e é calculado através da seguinte fórmula:

$$I.E.T = \frac{VC}{Vr} \times 100$$

Onde:

I.E.T. = índice de estabilidade térmica, em %;

VC = volume gasto de solução de azul de metileno na bentonita calcinada, em ml;

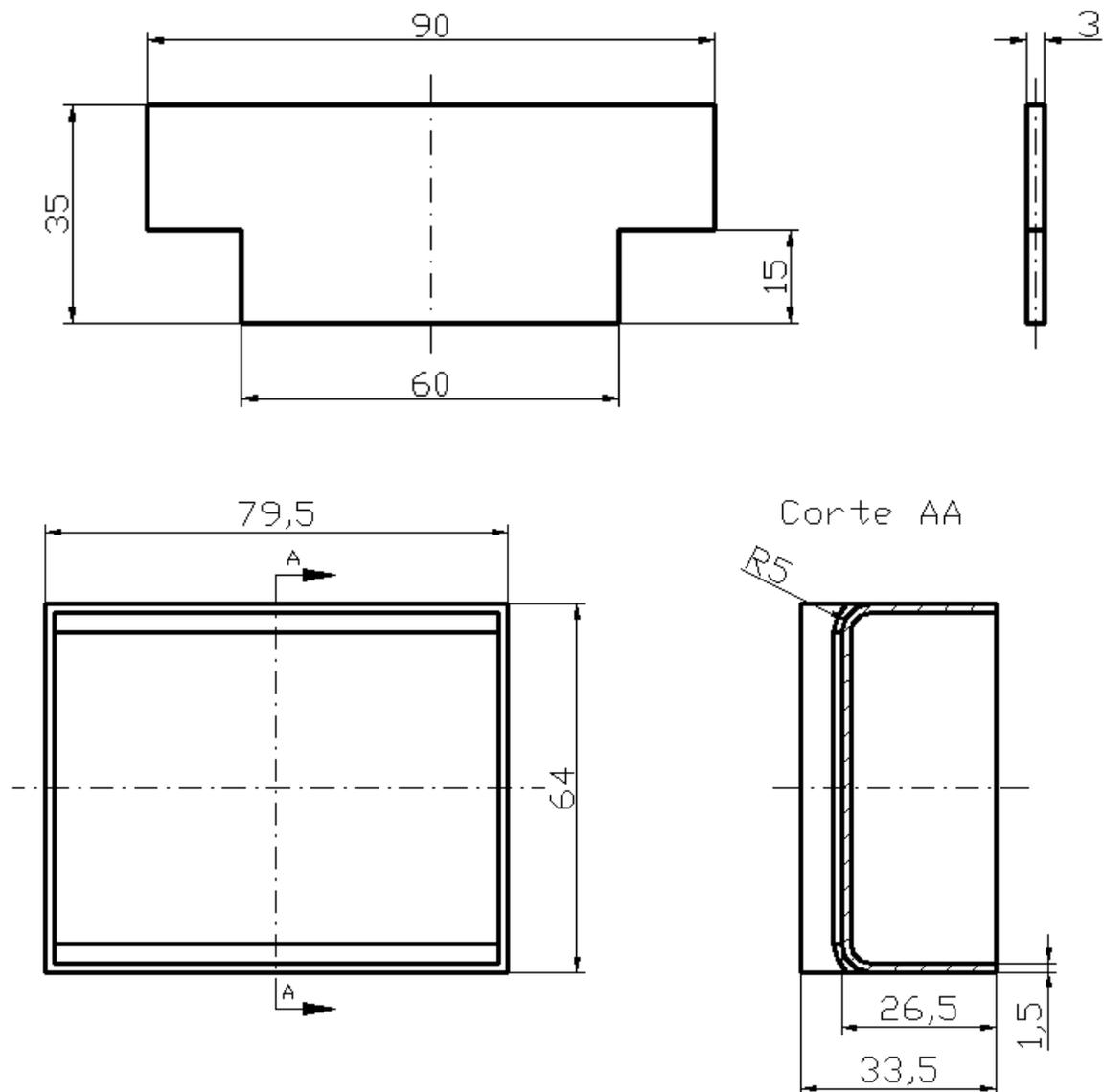
VR = volume gasto de solução de azul de metileno na bentonita em estado de recebimento, em ml.

HISTÓRICO DAS REVISÕES		
REVISÃO	ITENS REVISADOS	JUSTIFICATIVA
Fev/2023	6.1	Retirado o peso da amostra mantendo o volume.. E retirada a palavra recomendação da nota.
	2	Revisão dos documentos a consultar;
	5.12	Inclusão do método CEMP 216
	6.1	Coleta da amostra conforme CEMP 126
	6.5	Inclusão das Notas 1 e 2;
	6.9	Tempo para 5 minutos e agitação mecânica.
	6.14	Agitação mecânica
	6.4	Inclusão de observação para o uso da sílica gel no dessecador.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 6 de 7

8_ ANEXO

8.1_ ANEXO A - RECIPIENTE PARA CALCINAÇÃO DE BENTONITA



 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	BENTONITA PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO E DO ÍNDICE DE ESTABILIDADE TÉRMICA APÓS CALCINAÇÃO A 550 °C	Recomendação CEMP 078 Aprovada em: Mar/1987 Revisada em: Fev/2023
	Método de Ensaio	Folha : 7 de 7

8.2_ ANEXO B – GUIA PARA COMPARAÇÃO DO PONTO FINAL 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.



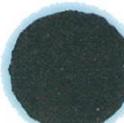
Sem nenhum halo

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.