	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-01-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM LIGAS DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 1/4

1.0. OBJETIVO

Determinar teor de alumínio em ligas de Zinco na faixa de 0,5 a 4,5% de concentração.

2.0. ABRANGÊNCIA

Laboratório de Controle de Qualidade.

3.0 DEFINIÇÕES

Não se aplica.

4.0 NORMAS E PROCEDIMENTOS CORRELACIONADOS

- ASTM E 536-98.

5.0 RESPONSABILIDADES

Auxiliar de Laboratório: realizar análises de acordo com método definidos.

Gerente de Vendas: aprovar os certificados de qualidade.

6.0 DETALHAMENTO

6.1. EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

- Agitador magnético com barra magnética coberta com TFE-Fluorcarboneto.
- Balança Analítica.
- Balão volumétrico 200 e 250ml.
- Béquer 500ml Forma Alta.
- Bureta automática de 10, 20 ou 50ml.
- Chapa de Aquecimento.
- Pipeta volumétrica de 20ml.
- Proveta graduada de 50 ou 100ml.


6.2. REAGENTES

6.2.1. Solução indicador verde de bromocresol (0,4 g/l) – dissolva 0,04 g de verde de bromocresol em 6ml de solução de NaOH 0,01N e dilua para 100ml.

6.2.2. Solução de EDTA (90 g/l) – dissolva 90,0 g de ácido etilendiaminotetracético sal di-sódico di-hidratado (EDTA) em aproximadamente 800ml de água morna. Esfrie e dilua para 1 litro.

6.2.3. Solução indicador vermelho de metila (0,4 g/l) – dissolva 0,04 g de vermelho de metila em 14,80 ml de solução de NaOH 0,01 N e dilua para 100ml.

Elaborado por	Aprovado por
<i>DANIEL CARDOZO</i>	<i>PEDRO NAZARI</i>

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-01-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM LIGAS DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 2/4

6.2.4. Solução tampão de acetato de sódio (320 g/l) – dissolva 320 g de acetato de sódio tri-hidratado em aproximadamente 800ml de água e filtre. Usando um medidor de pH, ajuste o pH da solução a 5,5 ± 0,1 com solução de NaOH ou ácido acético e dilua a 1 litro.

6.2.5. Solução de fluoreto de sódio (saturada) – dissolva 60 g de fluoreto de sódio (NaF) em 1 litro de água fervendo. Esfrie e filtre através de um papel áspero. Armazene em um frasco de polietileno.

6.2.6. Solução indicador alaranjado de xilenol (10 g/l) – dissolva 0,250g de alaranjado de xilenol em 25ml de água. Não use uma solução com mais de um mês.

6.2.7. Solução padrão de Zinco (1ml = 1,00mg Al) – dissolva 2,423g de Zinco metálico (pureza: 99,99% min) em 20 ml de HCl. Dilua á 100ml. Adicione 3 gotas de solução indicador vermelho de metila e neutralize com NH₄OH. Adicione HCl até que a cor mude para vermelho. Transfira para um balão volumétrico de 1 litro, e dilua para o volume, homegeinize.

6.2.8. Hidróxido de Amônio P.A..

6.3. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO PADRÃO DE ZINCO

6.3.1. Pipetar 2ml de solução de EDTA 90g/l e transferir para um béquer de 500ml.

6.3.2. Adicionar 50ml de H₂O destilada, 5 gotas de vermelho de Metila. Neutralizar com Hidróxido de Amônio até que uma gota mude a cor da solução para amarelo.

6.3.3. Adicionar 25ml de Acetato de Sódio (30%), 25ml de Álcool Etilico, 0,5ml de solução Alaranjado de Xilenol e não mais que 0,5ml de verde de Bromocresol.

6.3.4. Titular com solução padrão de Zinco até viragem para vermelho púrpura, obtendo o volume V2.

6.4. CÁLCULO DO FATOR DA SOLUÇÃO PADRÃO DE ZINCO

$$F = \frac{V1}{V2} \quad \text{onde } V1 = \text{Volume (teórico) de solução de Zinco (M/20) , que deve ser gasto para titular 2ml de EDTA = 8 ml.}$$

$$V2 = \text{Volume (real) de solução de Zinco (M/20) gasto para titular 2ml de solução de EDTA (M/5).}$$

$$F = \text{Fator de correção da solução.}$$


6.5. PROCEDIMENTO

6.5.1. Selecione e pese uma amostra com precisão de 1 mg, de acordo com o seguinte:

Alumínio %	Amostra (peso, g)	Alíquota (mL)	EDTA(adição, ml)
0,5 a 1,5	12,5	50	165 a 168
1,5 a 2,5	7,5	50	103 a 106
2,5 a 4,5	6,5	40	72 a 75

Transfira a amostra em um bequer de 400 mL, e tampe.

6.5.2. Adicione 100ml de HCl (1+1). Aqueça até a completa dissolução e ferva de 2 a 3 minutos. Se um resíduo remanescer, adicione 1ml de H₂O₂ e ferva a solução por 5 minutos para destruir o excesso H₂O₂

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-01-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM LIGAS DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 3/4

e para expelir o cloro livre.

Nota 1 - O excesso de peróxido e cloro livres devem ser removidos para impedir o desvanecimento dos indicadores.

6.5.3. Transfira a solução á um balão volumétrico de 250ml, dilua ao volume, e misture.

6.5.4. Usando uma pipeta, transfira a alíquota especificada em 6.5.1 para um bequer de forma alta de 500ml.

6.5.5. Adicione o volume de solução de EDTA especificado em 6.5.1 e dilua a 200ml.

Nota 2 - A quantidade de EDTA adicionada deve ser suficiente para complexar o zinco e o alumínio, com algum excesso. A quantidade de EDTA requerida é 5.7mg para cada miligrama de zinco e 14.0mg para cada miligrama de alumínio.

6.5.6. Adicione 5 ou 6 gotas da solução vermelho metila. Adicione NH₄OH até que a cor mude para laranja.

6.5.7. Adicione 25ml da solução tampão de acetato do sódio e ferva-os por 3 a 5 minutos. Esfrie em banho de água.

6.5.8. Adicione 4 gotas de solução alaranjado de xilenol e 5 ou 6 gotas da solução de verde de bromocresol.

6.5.9. Usando uma barra agitadora coberta de TFE-fluorocarbono - e um agitador magnético, agite a solução adicionando gradualmente a solução padrão do zinco com uma bureta para complexar o EDTA adicional. Adicione a solução gotejando até próximo do ponto final. Continue a titulação até que a cor mude de verde para vermelho. Reencha a bureta.

6.5.10. Adicione 25ml da solução de NaF e ferva-os de 3 a 5 minutos. Esfrie em um banho de água.

6.5.11. Titule com solução padrão do zinco como dirigido em 6.3.9 e anote o volume com precisão de 0.01ml.

6.6. CÁLCULOS

Calcule a porcentagem do alumínio como segue:

$$\text{Alumínio, \%} = \frac{V.F. \cdot 0,1348}{MA}$$


Onde:

V = solução padrão do zinco usada no item 6.5.11, em mL,

0,1348 = alumínio equivalente da solução padrão do zinco, g/mL,

MA = amostra representada na alíquota tomada, g, e

F = fator da solução padrão de Zinco.

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-01-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO EM LIGAS DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 4/4

6.7. PRECISÃO E EXATIDÃO

6.7.1. Precisão – oito laboratórios cooperaram em testar este método e obtiveram os resultados sumariados na Tabela 1.

6.7.2 Exatidão – nenhuma informação a respeito da exatidão deste método está disponível porque os materiais de referência certificados e apropriados para métodos químicos, não estavam disponíveis quando o teste interlaboratorial foi executado. O analista é incitado a usar um material de referência aceito, se disponível, determinar se a exatidão dos resultados é satisfatória.

TABELA 1 Informações Estatísticas

Amostra	Alumínio Encontrado, %	Repetibilidade (R ₁ , E 173)	Reprodutibilidade (R ₂ ,)
G-3	0,3998	0,0190	0,0254
H-2	4,04	0,052	0,074

7.0. REGISTROS

Ficha de análise FL-11

8.0. CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO

CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO	CÓPIAS
LCQ	1

9.0. CONTROLE DAS REVISÕES

Revisão	Data	Histórico das Alterações
00	18/04/2007	Emissão inicial