	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-02-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 1/8

1.0. OBJETIVO

Determinar a área superficial tal como o tamanho médio de partículas do Óxido de Zinco.

2.0. ABRANGÊNCIA

Laboratório de Controle de Qualidade.

3.0 DEFINIÇÕES

Área superficial é um sinônimo de área específica que significa a área que o material pode ocupar.

4.0 NORMAS E PROCEDIMENTOS CORRELACIONADOS

- ASTM D 1366-86 (2003).
- DURHAM CHEMICALS LIMITED, The Zinc Dust Process, Birtley, Tyne and Wear, England.

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

- Balança Semi-analítica ou Analítica.
- Bomba de Vácuo.
- Cronômetro.
- Morsa.
- Micro espátula.
- Tubo de permeabilidade em aço inox (conforme item xx).

6.2. REAGENTES

Não aplicável.

6.3. PROCEDIMENTO


– PORCEDIMENTOS PARA PREPARAÇÃO DO PELLET DE ZnO:

6.3.1. CARGA DO TUBO DE PERMEABILIDADE

6.3.1.1. Assegurar que o tubo de permeabilidade (C) esteja totalmente limpo, tanto por dentro quanto por fora.

6.3.1.2. Pesar o tubo vazio; isto deve ser feito antes de cada teste.

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

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-02-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 2/8

6.3.1.3. Pesar aproximadamente 1,30g da amostra, adicionar a amostra ao tubo e comprimí-lo, após cada adição apertar os terminais (B) com as mãos. Este procedimento assegurará que toda amostra possa ser adicionada ao tubo.

6.3.1.4. O Óxido de Zinco contido no tubo é então comprimido em uma morsa até um comprimento de pellet de 1cm.

6.3.1.5. Os terminais (B) são removidos do tubo e todo o excesso de Óxido de Zinco nas paredes do tubo deve ser removido com uma micro espátula. É importante observar para a espátula não arranhar a superfície do pellet e da peça. O melhor método para isso é retirar o Óxido de Zinco das paredes do tubo, usando a micro espátula, até bem próximo do pellet. Após isto, caso haja ainda algum Óxido de Zinco remanescente, pode ser removido introduzindo e girando um batoque de papel bem macio até a superfície do pellet.

6.3.1.6 Finalmente o tubo é pesado com o pellet de Óxido de Zinco, e o mesmo estará pronto para ser colocado no aparelho de medida.

NOTA 1 - Até aqui temos as seguintes informações:

- a) Peso do tubo vazio.
- b) peso do tubo + pellet de ZnO
- a - b = Peso do pellet.

Obviamente se qualquer excesso de Óxido de Zinco for deixado na parede do tubo, isto produzirá um peso irreal do pellet e levará a erros na determinação da área superficial.

NOTA 2 - A faixa de pesos que podem ser usados para o pellet de Óxido de Zinco é de 1,10 a 1,45g, contudo, isso dependerá do tipo de Óxido de Zinco a ser determinado.

NOTA 3 - É boa a prática em colocar-se ZnO aos poucos no tubo para evitar-se que o terminal (B) fique preso após compactação na morsa.

NOTA 4 - Para ter-se um pellet de 1cm de comprimento é necessário marcar-se o lado externo do tubo envoltório (A). Isto é feito colocando-se todo o sistema, inclusive com o pellet de aço inox (D) no interior do tubo, na morsa. A posição do envoltório pode ser marcado fazendo um risco ou uma trava. Assim, o tubo quando comprimido a esta marca ou trava, com ZnO no interior, dará um pellet de 1cm.


6.3.2. OPERAÇÃO DO APARELHO DE MEDIDA:

6.3.2.1. O tubo (com ZnO) é colocado no aparelho, assegurando-se que o mesmo esteja firmemente preso pelos extremos das mangueiras.

6.3.2.2. Ligue a bomba de vácuo e introduza vácuo de 600 mmHg no sistema.

6.3.2.3. A torneira de três (3) vias (Tap.A) é acionada de modo a fazer vácuo na microbureta de 1ml.

6.3.2.4. O nível do líquido no tubo de DBP (Dibutil ftalato) é marcado com um lápis ou caneta de cor

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-02-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 3/8

facilmente distinguível do líquido.

6.3.2.5. A torneira (Tap.B) é aberta permitindo o mercúrio subir na bureta, até o último menisco.

6.3.2.6. A torneira (Tap.B) é fechada e (Tap.A) é aberta de modo que a microbureta seja aberta a atmosfera. O mercúrio é então ajustado no zero na escala da microbureta manipulando-se a torneira (Tap.B).

6.3.2.7. A torneira (Tap.C), que esteve aberta todo o tempo é agora fechada e, ao mesmo tempo, dispara-se um cronômetro e abre-se a torneira (Tap.B) até que 1ml de mercúrio desça ao reservado. Isto desloca 1 ml de ar o qual força o líquido (DBP) para baixo. O cronômetro é então parado quando o nível do líquido retornar novamente a marca feita anteriormente. Este tempo é anotado, tempo qual é requerido para o ar passar através do pellet de ZnO.

6.3.2.8. A torneira (Tap.C) é aberta após o líquido ter chegado a marca. Isto é para evitar que o líquido seja succionado através do aparelho.

6.3.2.9. Finalmente o vácuo é desligado. O tubo é removido do aparelho e limpo com uma micro espátula.

NOTA 5 - No líquido de Dibutil ftalato pode ser adicionado uma pequena quantidade de corante, podendo ser qualquer cor facilmente visível.

6.4. CÁLCULOS

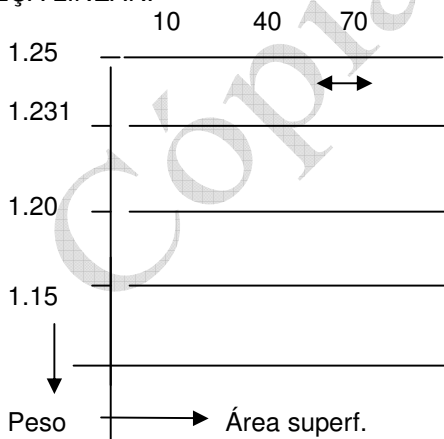
EXEMPLO:

Peso da amostra.....1,2314 g

Tempo..... 64,8 seg.

64,8 segundos está entre 40 e 70 segundos no gráfico.

DIFERENÇA LINEAR:



30s _____ 31mm

A) (64,8-40s)


24,8s _____ xmm

30s _____ 31mm

$$B) x = \frac{24,8 \cdot 31}{30} = 25,6\text{mm}$$

C) 15 div. _____ 1mm
11 div. _____ x

$$x = \frac{11}{15} = 0,73$$

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-02-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 4/8

RESULTADO FINAL: Pegar a linha referente ao peso e medir o valor encontrado conforme item B, descer uma linha reta em direção da linha de área superficial, este caíra em uma faixa de área superficial, contar quantas divisões até a divisão que coincide com a linha traçada, fazer a conta conforme item C sendo que cada faixa de área superficial contém 15 divisões. O resultado de C deve ser somado a faixa de área em que a linha traçada se enquadrou. Por exemplo se caiu na faixa de área superficial de 9, e contou-se 11 divisões conforme exemplo em C:

$$\text{Área Superficial} = 9,0 + 0,73 = 9,3 \text{ m}^2 / \text{g}.$$

6.5. CURVA DE OBTENÇÃO DO TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULAS

Pontos para a plotagem da curva.

TMP	Área
0,6	1,8
0,512	2,12
0,412	2,6
0,372	2,92
0,3	3,6
0,2	5,3
0,136	8
0,112	9,48
0,098	10,2



MÉTODO DE ANÁLISE

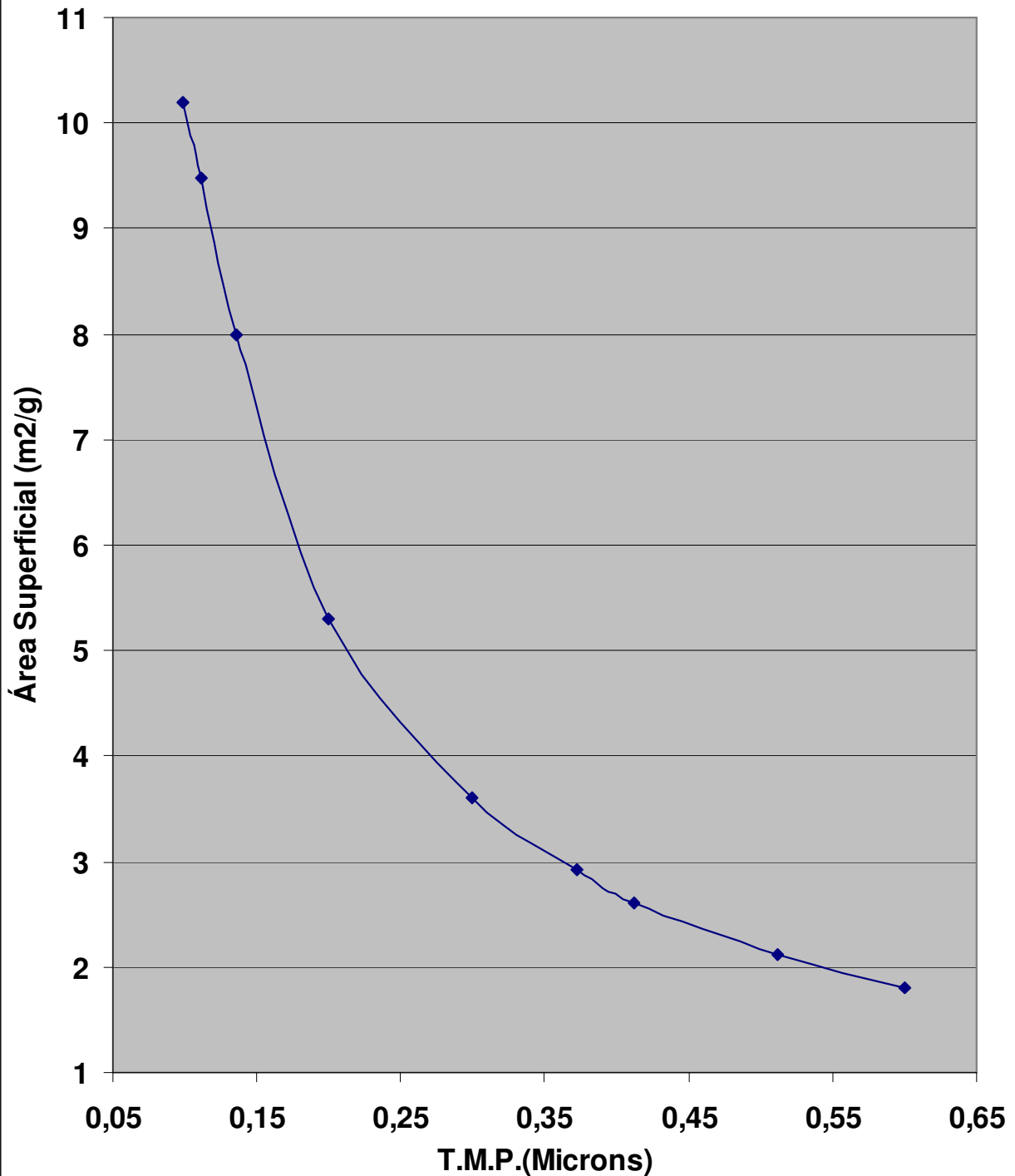
MA-02-00

**TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA
SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO
MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE**

**Emissão inicial: 18.04.2007
Última revisão: 18.04.2007**

Pág.: 5/8

Curva: Área Superficial x Tamanho Médio de Partículas (para Óxido de Zinco)





MÉTODO DE ANÁLISE

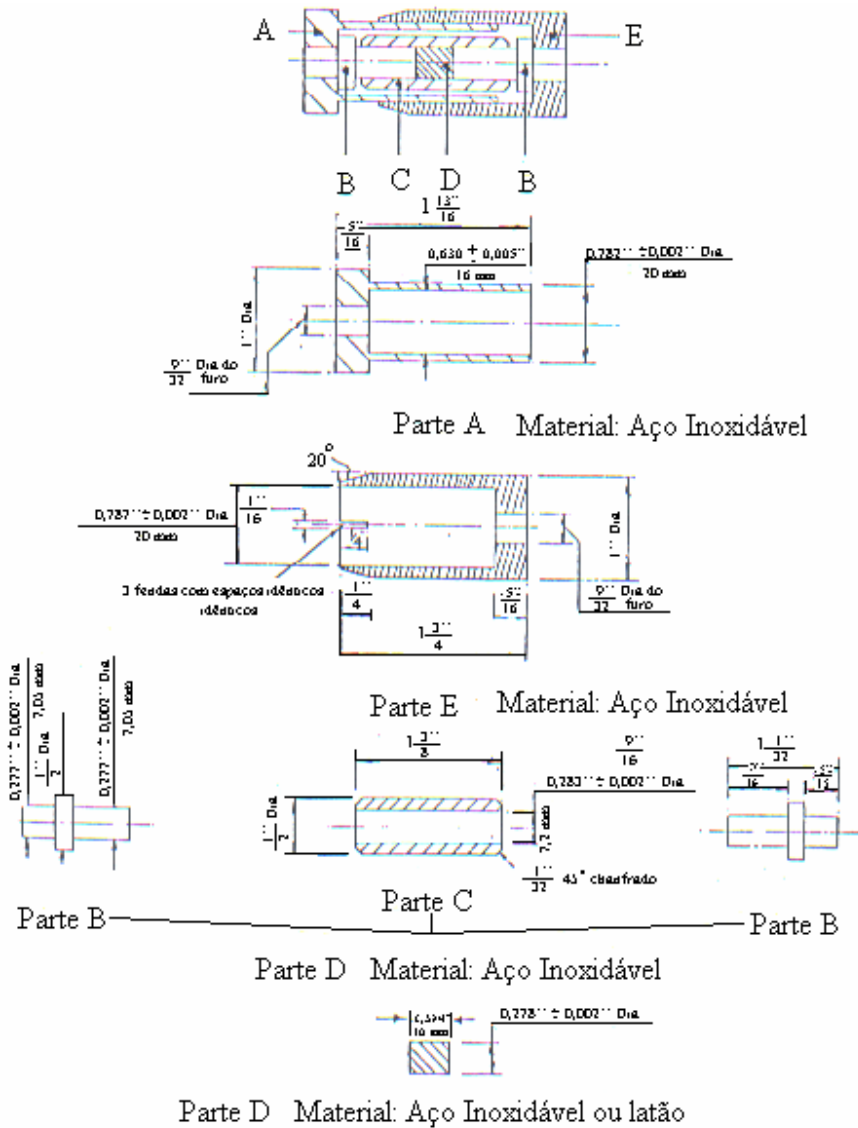
MA-02-00

TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE

**Emissão inicial: 18.04.2007
Última revisão: 18.04.2007**

Pág.: 6/8

6.6. DESENHO DO TUBO DE PERMEABILIDADE





MÉTODO DE ANÁLISE

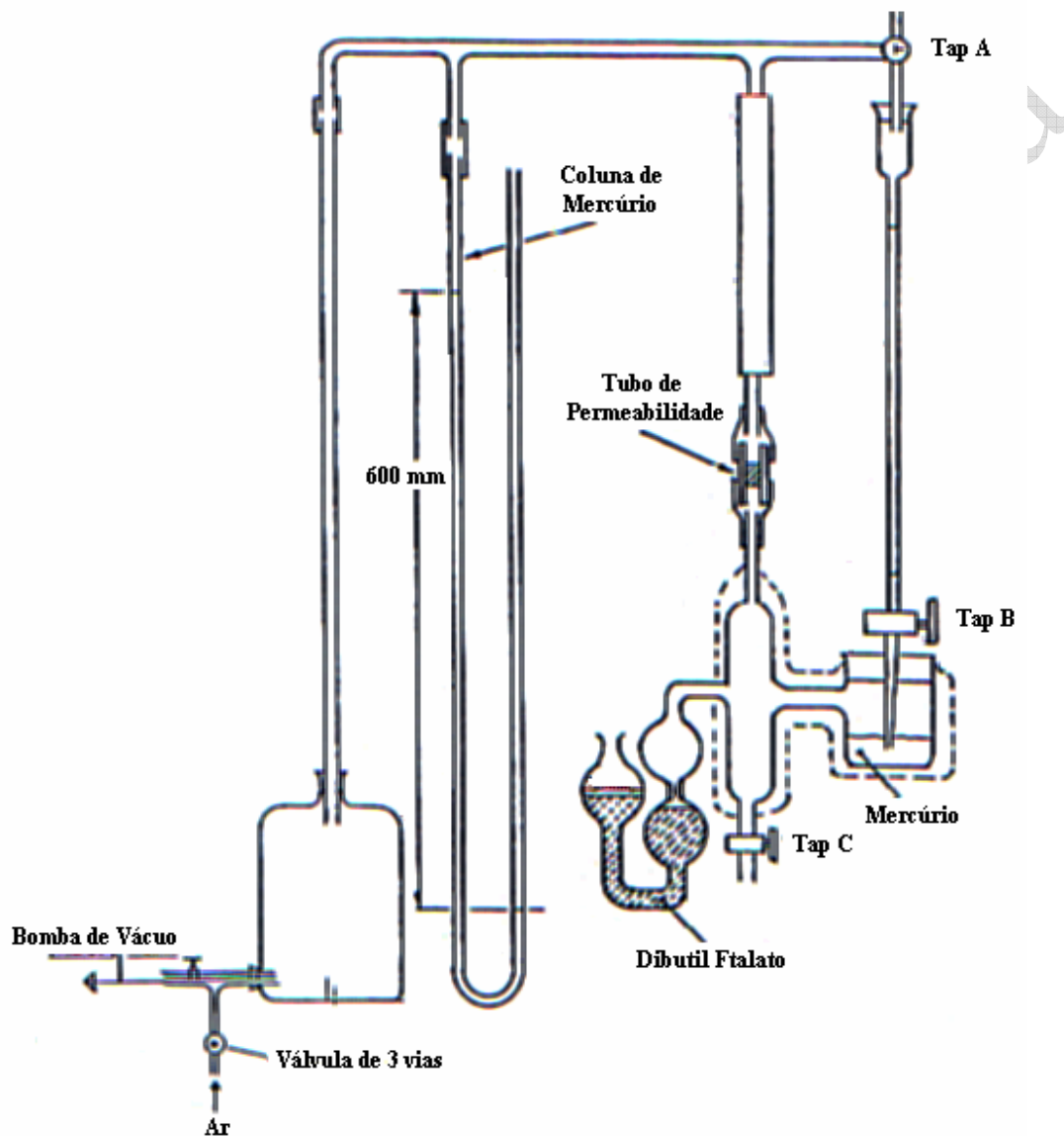
MA-02-00

TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA
SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO
MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE

Emissão inicial: 18.04.2007
Última revisão: 18.04.2007


Pág.: 7/8

6.7. DESENHO DA APARELHAGEM DE MEDIDA



7.0. REGISTROS

Ficha de análise FL-11

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-02-00
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DA ÁREA SUPERFICIAL DO ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO ABSORÇÃO E PERMEABILIDADE	Emissão inicial: 18.04.2007 Última revisão: 18.04.2007
		Pág.: 8/8

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

Cópia Controlada