	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO</b>	<b>Emissão inicial:</b> 23.04.2007 <b>Última revisão:</b> 25.07.2012
		<b>Pág.:</b> 1/6

### 1.0. OBJETIVO

Determinar o teor de Zinco metálico em Óxido de Zinco e Pó de Zinco.

### 2.0. ABRANGÊNCIA

Laboratório de Controle de Qualidade.

### 3.0 DEFINIÇÕES

Não se aplica.

### 4.0 NORMAS E PROCEDIMENTOS CORRELACIONADOS

- NBR 6639/1985
- DURHAM CHEMICALS LIMITED, The Zinc Dust Process, Birtley, Tyne and Wear, England.
- Perry, J.H. Chemical Engineers Handbook, 3° edição, Editora McGraw Hill.

### 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 Analítica.
- Navícula ou compartimento de papel.
- Balão Volumétrico de 1000ml.
- Proveta graduada 100ml.
- Aparelhagem Evolução de Hidrogênio.


#### 6.2. REAGENTES

6.2.1. Solução de Ácido Clorídrico catalisada – Dissolver 0,05g de Cloreto Cuproso em 700 ml de Ácido Clorídrico P.A e diluir para 1000ml com água.

#### 6.3. PROCEDIMENTO

6.3.1. Pesar com precisão de  $\pm 0,001g$  cerca de 20,000g (pode variar dependendo da concentração de Zinco Metálico) da amostra dentro da Navícula ou compartimento de papel. Introduzir 70ml da solução de HCl dentro do frasco de reação.

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

	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO</b>	<b>Emissão inicial:</b> 23.04.2007 <b>Última revisão:</b> 25.07.2012
		<b>Pág.:</b> 2/6

6.3.2. Fazer circular água de resfriamento e vaselinar a tampa do frasco de reação.

6.3.3. Mantendo em posição horizontal, introduzir a navícula com amostra (com cuidado) de modo que ele não entre em contato com a solução ácida e conectar a tampa.

6.3.4. Aliviar a pressão interna no tubo graduado, manuseando a torneira de 3 vias de modo a desviar seu fluxo interno para o ambiente.

6.3.5. Isolar o fluxo no tubo graduado e liberar a pressão do frasco de reação manuseando a torneira de 3 vias de modo a desviar seu fluxo interno para o ambiente.

6.3.6. Manusear a torneira de 3 vias de modo a interligação frasco de reação com tubo graduado.

6.3.7. Abaixar o Bulbo ao segundo ponto de garra da estrutura, e verificar se solução da coluna graduada esteja de forma estática.


6.3.8. Colocar a amostra em contato com a solução de Ácido Clorídrico com o sistema todo fechado, agitar bem.

6.3.9. Aguardar 10 minutos para efetuar a leitura do volume, temperatura da água de resfriamento e pressão barométrica.

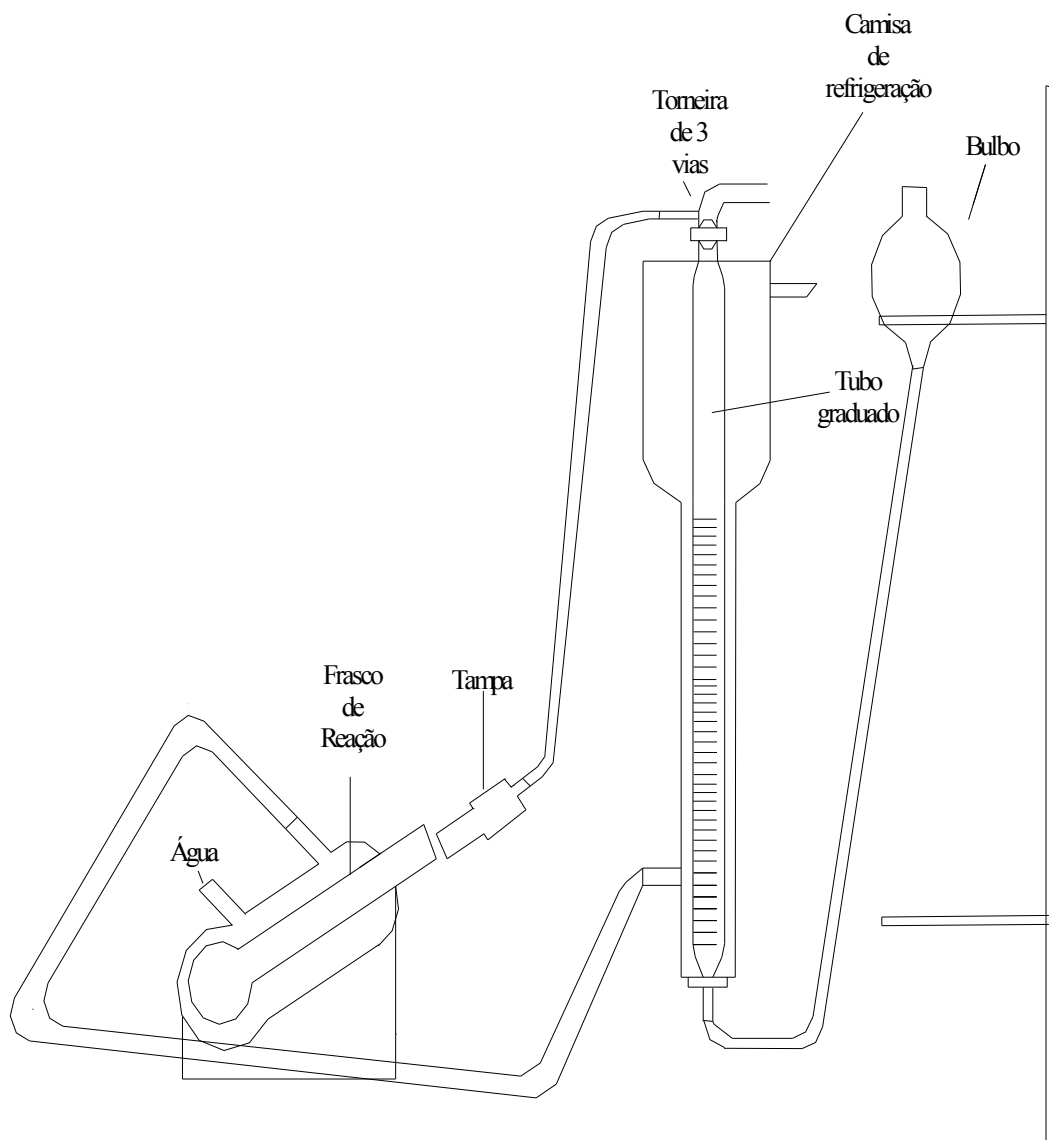
6.3.10. Para efetuar a leitura do volume, eleva-se o bulbo da solução ao lado do tubo que contém a escala mantendo o menisco das duas soluções na mesma linha horizontal, lendo em seguida, o volume referente à altura do menisco.


Reação:



	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO</b>	<b>Emissão inicial:</b> 23.04.2007 <b>Última revisão:</b> 25.07.2012
		<b>Pág.:</b> 3/6

#### 6.4. DESENHO DA APARELHAGEM EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO



	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO</b>	<b>Emissão inicial:</b> 23.04.2007 <b>Última revisão:</b> 25.07.2012
		<b>Pág.:</b> 4/6

## 6.5. CÁLCULOS

$$\% \text{ Zn (M)} = \frac{V \cdot (B - \text{PVA}) \cdot 0,1048}{(T + 273) \cdot A}$$

ONDE:

V = Volume de H<sub>2</sub> medido + padrão do aparelho (volume do frasco de reação).

B= Pressão barométrica em mmHg.

T= Temperatura em °C da água de refrigeração.

A= Peso da amostra.

PVA= Pressão de vapor de água (relaciona-se com a temperatura, lido em tabela 6.9 correção de temperatura).

## 6.6. PADRONIZAÇÃO DO APARELHO – VOLUME DO FRASCO DE REAÇÃO

6.6.1. Pesar aproximadamente 0,9 ± 0,001g de Zinco eletrolítico (99,99%).

6.6.2. Seguir conforme item 6.3.

## 6.7. CÁLCULO DO FATOR DO APARELHO EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO

$$F = \frac{(273 + T) \cdot A \cdot 99,90}{(B - \text{PVA}) \cdot 0,1048} - \text{volume lido do padrão}$$

ONDE:

F= Valor da padronização do aparelho.

V = Volume de H<sub>2</sub> medido + padrão do aparelho (volume do frasco de reação).

B= Pressão barométrica em mmHg.

T= Temperatura em °C da água de refrigeração.


A= Peso da amostra.

PVA= Pressão de vapor de água (relaciona-se com a temperatura, lido em tabela 6.9 correção de temperatura).

## 6.8. OBSERVAÇÕES


6.8.1. Se a solução da coluna graduada não se apresente em forma estática conforme item 6.3.7, é necessário verificar se a tampa do frasco de reação não apresente vazamento e se as mangueiras estejam bem conectadas e sem avarias.

6.8.2. A solução usada na coluna graduada é composta por água levemente acidulada com Ácido Clorídrico, e corante vermelho de metila.

	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE</b>	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
	<b>HIDROGÊNIO</b>	Pág.: 5/6

### 6.9. TABELA DE CORREÇÃO DE TEMPERATURA/ PRESSÃO DE VAPOR DA ÁGUA

T(°C)	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
0	4,579	4,613	4,647	4,681	4,715	4,750	4,785	4,820	4,855	4,890
1	4,926	4,962	4,998	5,034	5,070	5,107	5,144	5,181	5,219	5,256
2	5,094	5,332	5,370	5,408	5,447	5,486	5,525	5,565	5,605	5,645
3	5,685	5,725	5,766	5,807	5,848	5,889	5,931	5,973	6,015	6,058
4	6,101	6,144	6,187	6,230	6,274	6,318	6,363	6,408	6,453	6,498
5	6,543	6,589	6,635	6,681	6,728	6,775	6,822	6,869	6,917	6,965
6	7,013	7,062	7,111	7,160	7,209	7,259	7,309	7,360	7,411	7,462
7	7,513	7,565	7,617	7,669	7,722	7,775	7,828	7,882	7,936	7,990
8	8,045	8,100	8,155	8,211	8,267	8,323	8,380	8,437	8,494	8,551
9	8,609	8,668	8,727	8,786	8,845	8,905	8,965	9,025	9,086	9,147
10	9,209	9,271	9,333	9,395	9,458	9,521	9,585	9,649	9,714	9,779
11	9,844	9,910	9,976	10,042	10,109	10,176	10,244	10,312	10,380	10,449
12	10,518	10,588	10,658	10,728	10,799	10,870	10,941	11,013	11,085	11,158
13	11,231	11,305	11,379	11,453	11,528	11,604	11,680	11,756	11,833	11,910
14	11,987	12,065	12,144	12,223	12,302	12,382	12,462	12,543	12,624	12,706
15	12,788	12,870	12,953	13,037	13,121	13,205	13,290	13,375	13,461	13,547
16	13,634	13,721	13,809	13,898	13,898	14,076	14,166	14,256	14,347	14,438
17	14,530	14,622	14,715	14,809	14,809	14,997	15,092	15,188	15,284	15,380
18	15,477	15,575	15,673	15,772	15,772	15,971	16,071	16,171	16,272	16,374
19	16,477	16,581	16,685	16,789	16,685	16,999	17,105	17,212	17,319	17,427
20	17,535	17,644	17,753	17,863	17,974	18,085	18,197	18,309	18,422	18,536
21	18,650	18,765	18,765	18,996	19,113	19,231	19,349	19,468	19,587	19,707
22	19,827	19,948	19,948	20,193	20,316	20,440	20,565	20,690	20,815	20,941
23	21,068	21,196	21,324	21,453	21,583	21,714	21,845	21,977	22,110	22,243
24	22,377	22,512	22,648	22,785	22,922	23,060	23,198	23,337	23,476	23,616
25	23,756	23,897	24,039	24,182	24,326	24,471	24,617	24,764	24,912	25,060
26	25,209	25,359	25,509	25,660	25,812	25,964	26,117	26,271	26,426	26,582
27	26,739	26,897	27,055	27,214	27,374	27,535	27,696	27,858	28,021	28,185
28	28,349	28,514	28,680	28,847	29,015	29,184	29,354	29,525	29,697	29,870
29	30,043	30,217	30,392	30,568	30,745	30,923	31,102	31,281	31,461	31,642
30	31,824	32,007	32,191	32,376	32,561	32,747	32,934	33,122	33,312	33,503
31	33,695	33,888	34,082	34,276	34,471	34,667	34,864	35,062	35,261	35,462
32	35,663	35,865	36,068	36,272	36,477	36,683	36,891	37,099	37,308	37,518
33	37,729	37,942	38,155	38,369	38,584	38,801	39,018	39,237	39,457	39,677
34	39,898	40,121	40,344	40,569	40,796	41,023	41,251	41,480	41,710	41,942
35	42,175	42,409	42,644	42,880	43,117	43,355	43,595	43,836	44,078	44,320

	<b>MÉTODO DE ANÁLISE</b>	<b>MA-08-01</b>
	<b>TÍTULO: DETERMINAÇÃO DE ZINCO METÁLICO PELO MÉTODO DE EVOLUÇÃO DE HIDROGÊNIO</b>	<b>Emissão inicial:</b> 23.04.2007 <b>Última revisão:</b> 25.07.2012
		<b>Pág.:</b> 6/6

## 7.0. REGISTROS

Ficha de análise FL-11

## 8.0. CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO

CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO	CÓPIAS
LCQ	01

## 9.0. CONTROLE DAS REVISÕES

Revisão	Data	Histórico das Alterações
00	23.04.2007	Emissão inicial
01	25.07.2012	Substituição da norma ASTM D 521 para NBR 6639/1985