	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-10-01
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO USANDO DIFENILAMINA COMO INDICADOR INTERNO	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
		Pág.: 1/5

1.0. OBJETIVO

Determinar o teor Zinco em Óxido de Zinco, Pó de Zinco, ligas metálicas de Zinco e resíduos 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
- Kolthoff & Sandell, Text book of quantitative inorganic analysis.

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.
- Balão volumétrico de 100ml e 1000ml.
- Béquer F.A. 500ml.
- Bureta automática de 20ml ou 50ml.
- Chapa de aquecimento.
- Funil de haste longa.
- Papel de filtro faixa preta.
- Pipeta volumétrica de 20ml.
- Proveta graduada de 50 ou 100ml.
- Vidro relógio.

6.2. REAGENTES


6.2.1. Ácido Clorídrico P.A.

6.2.2. Ácido Sulfúrico concentrado P.A.

6.2.2. Hidróxido de Amônio P.A.

6.2.3. Peróxido de Hidrogênio P.A.

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

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-10-01
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO USANDO DIFENILAMINA COMO INDICADOR INTERNO	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
		Pág.: 2/5

6.2.4. Sulfato de Amônio ou Cloreto de Amônio P.A.

6.2.5. Solução de Ferrocianeto de Potássio – Pesar exatamente 21,38 g/l de Ferrocianeto de Potássio P.A, 0,3 g/l de Ferricianeto de Potássio P.A e 0,2 g/l de Carbonato de Sódio P.A. Transferir todos os reagentes para um balão volumétrico de 1000ml já com 500ml de água destilada, misturar até total dissolução dos reagentes sempre adicionando água destilada aos poucos, diluir para o volume e se necessário filtrar a solução.

6.2.6. Solução indicador Difenilamina 1% – Diluir exatamente 1g de Difenilamina para 100 ml de Ácido Sulfúrico P.A..

6.3. PADRONIZAÇÃO DA SOLUÇÃO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO

NOTA 1 – Para padronização da solução utiliza-se Óxido de Zinco P.A. (calcinado) ou Zinco Metálico P.A..

6.3.1. Pesar aproximadamente 0,1g de amostra de Óxido de Zinco previamente calcinado.

6.3.2. Transferir para um béquer de 500ml F.A ., adicionar 10ml de água destilada mais 5ml de H₂SO₄ P.A. e completar para aproximadamente 200ml com água destilada.

6.3.3. Aquecer a aproximadamente 60°C ou até dissolução total da amostra, adicionar 3 gotas da solução indicador Difenilamina e aproximadamente 2g de Sulfato de Amônio ou Cloreto de Amônio P.A.. Titular com solução de Ferrocianeto de Potássio.

6.3.4. Adicionar solução de Ferrocianeto de Potássio lentamente, surgindo inicialmente uma coloração azul e na sequência uma coloração púrpura (violeta). Uma mudança acentuada de cor é produzida a cada gota adicionada de solução.

6.3.5. O ponto final da titulação acontece quando a mudança acentuada de cor não mais é produzida, tornando-se uma coloração verde claro. Anotar o volume.

Obs.: Se a amostra padrão a ser utilizada for o Zinco Metálico a dissolução deve ser feita com ácido clorídrico conforme procedimento 6.6.

6.4. CÁLCULO DO FATOR DA SOLUÇÃO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO

$$K = \frac{Zn\% \times C}{V}$$

V = ml gasto na titulação com Ferrocianeto de Potássio.


K = Equivalente de zinco da solução de K₄Fe(CN)₆, em g/ml real.

C = Peso da amostra em análise.

Zn%= Porcentagem de Zinco na amostra padrão; para o caso do Óxido de Zinco P. A. calcinado é 80,26% e para o Zinco Metálico P.A. é 99,99%.

Nota 2: Ferro e outros metais que formam ferrocianetos insolúveis, precisam estar ausentes. O Fe⁺³ deve ser separado precipitando-o com NH₄OH concentrado. Adicionar NH₄OH em excesso para solubilizar o Zn(OH₂) formado, havendo assim a formação do complexo, hexamin zinco solúvel.

Nota 3: Para padronizar a solução de Ferrocianeto, pesar sempre (3) a (5) amostras. O valor

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-10-01
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO USANDO DIFENILAMINA COMO INDICADOR INTERNO	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
		Pág.: 3/5

(K) deverá ser a média dos valores encontrados.

Nota 4: A fim de obter resultados acurados (dentro de 0,3%) as condições sob as quais a titulação é conduzida devem ser rigidamente controladas e deverão ser exatamente as mesmas que na padronização.

6.5. PROCEDIMENTO PARA AMOSTRAS TOTALMENTE OXIDADAS E COM PRESENÇA DE FERRO INFERIOR 0,15%

6.5.1. Pesar aproximadamente 0,1g da amostra em um vidro relógio e anotar em ficha de análise FL-11, transferir quantitativamente para um béquer de 500ml F.A., adicionar 10ml de água destilada mais 5ml de Ácido Sulfúrico P.A. e completar para aproximadamente 200ml com água destilada.

6.5.2. Aquecer até total dissolução (50°á 60°C) , adicionar aproximadamente 2g de Cloreto de Amonêo P.A. ou Sulfato de Amôneo P.A. mais 3 gotas da solução indicador Difenilamina.

6.5.3. Adicionar solução de Ferrocianeto de Potássio lentamente, surgindo inicialmente uma coloração azul e na sequência uma coloração púrpura (violeta). Uma mudança acentuada de cor é produzida a cada gota adicionada de solução.

6.5.4. O ponto final da titulação acontece quando a mudança acentuada de cor não mais é produzida, tornando-se uma coloração verde claro. Anotar o volume na ficha de análise FL-11.

6.6. PROCEDIMENTO PARA AMOSTRAS COM PRESENÇA DE METAL E COM FERRO INFERIOR 0,15%

6.6.1. Pesar aproximadamente 0,1g da amostra em um vidro relógio e anotar em ficha de análise FL-11, transferir quantitativamente para um béquer de 500ml F.A., adicionar aproximadamente 10ml de água destilada e mais 20ml de Ácido Clorídrico P.A, gotas de Peróxido de Hidrogênio e concentrar em chapa de aquecimento, até obter consistência xaroposa.

6.6.2. Deixar esfriar, adicionar aproximadamente 10ml de água destilada, 5ml de Ácido Sulfúrico P.A. e completar o volume para aproximadamente 200ml com água destilada.


6.6.3. Aquecer a aproximadamente 60°C, adicionar aproximadamente 2g de Cloreto de Amonêo P.A. ou Sulfato de Amôneo P.A. e mais 3 gotas da solução indicador Difenilamina.

6.6.4. Adicionar solução de Ferrocianeto de Potássio lentamente, surgindo inicialmente uma coloração azul e na sequência uma coloração púrpura (violeta). Uma mudança acentuada de cor é produzida a cada gota adicionada de solução.

6.6.5. O ponto final da titulação acontece quando a mudança acentuada de cor não mais é produzida, tornando-se uma coloração verde claro. Anotar o volume em ficha de análise FL-11.

6.7. PROCEDIMENTO PARA AMOSTRAS COM PRESENÇA DE METAL E COM FERRO SUPERIOR A 0,15%

6.7.1. Pesar aproximadamente 0,5g da amostra em um vidro relógio e anotar em ficha de análise FL-11, transferir quantitativamente para um béquer de 500ml F.A., adicionar aproximadamente 10ml de água destilada e 20 ml de Ácido Clorídrico P.A., adicionar gotas Peróxido de Hidrogênio e concentrar em chapa de aquecimento, até obter consistência xaroposa.

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-10-01
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO USANDO DIFENILAMINA COMO INDICADOR INTERNO	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
		Pág.: 4/5

6.7.2. Deixar esfriar, transferir para um balão volumétrico de 100ml, juntamente com 20ml de Hidróxido de Amônio P.A., acertar o volume e agitar.

6.7.3. Filtrar a solução do balão volumétrico e tomar uma alíquota de 20ml do filtrado para um béquer de 500ml F.A..

6.7.4. Adicionar à alíquota 5ml de Ácido Sulfúrico PA. e acertar o volume para aproximadamente 200ml com água destilada.

6.7.5. Aquecer á aproximadamente 60°C, adicionar aproximadamente 2g de Cloreto de Amônio P.A. ou Sulfato de Amônio P.A. mais 3 gotas do indicador Difenilamina.

6.7.6. Adicionar a solução de Ferrocianeto de Potássio lentamente, surgindo inicialmente uma coloração azul e na sequência uma coloração púrpura (violeta). Uma mudança acentuada de cor é produzida a cada gota adicionada de solução.

6.7.6. O ponto final da titulação acontece quando a mudança acentuada de cor não mais é produzida, tornando-se uma coloração verde claro. Anotar o volume na ficha de análise FL-11.

6.8. CÁLCULOS

$$\% \text{ Zn} = \frac{V \cdot K}{C}$$

$$\% \text{ ZnO} = \frac{V \cdot K \cdot 1,2447}{C}$$

Onde:

V = ml gasto na titulação com Ferrocianeto de Potássio.

K = Equivalente de zinco da solução de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, em g/ml real.

C = Peso da amostra em análise.


Obs.: para procedimento 6.7 o peso da amostra a ser utilizado no cálculo é o referente a alíquota tomada, isto é 20% do peso.

7.0. REGISTROS

Ficha de análise FL-11

8.0. CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO

CONTROLE DE DISTRIBUIÇÃO	CÓPIAS
LCQ	01

	MÉTODO DE ANÁLISE	MA-10-01
	TÍTULO: DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ZINCO PELO MÉTODO VOLUMÉTRICO DE FERROCIANETO DE POTÁSSIO USANDO DIFENILAMINA COMO INDICADOR INTERNO	Emissão inicial: 23.04.2007 Última revisão: 25.07.2012
		Pág.: 5/5

9.0. CONTROLE DAS REVISÕES

Revisão	Data	Histórico das Alterações
00	23.04.2007	Emissão inicial
01	25.07.2012	Substituição da ASTM D 3280 por NBR 6639/1985.

CÓPIA CONTROLADA