

ABRIL 1998	abpe/M010
Composto de polietileno PE - Determinação do teor de negro de fumo	
Método de Ensaio	
Origem: NBR 9058 : 1985 abpe - associação brasileira de tubos poliolefínicos e sistemas CTPE - Comissão Técnica de Polietileno abpe/M009 - Polyethylene PE resin - Determination of carbon black content Test Method Válida a partir de: 07/04/98	
Palavra Chave: Composto de Polietileno	4 páginas

SUMÁRIO

- 1 **Objetivo**
- 2 **Aparelhagem**
- 3 **Procedimento**
- 4 **Expressão dos resultados**
- 5 **Relatório de ensaio**

1 **Objetivo**

Esta Norma prescreve o método para determinação do teor de negro de fumo em composto para tubos de polietileno PE.

2 **Aparelhagem**

Para realização deste ensaio são necessários os seguintes aparelhos e/ou instrumentos, que através dos dispositivos de acoplamento e acessórios, satisfazem as condições abaixo:

- a) forno elétrico, adequado para emprego com o tubo de vidro, quartzo, ou de porcelana descrito em b);

- b) tubo de vidro, quartzo, ou de porcelana, resistente ao calor, de diâmetro externo adequado, com comprimento superior ao comprimento do forno elétrico descrito em a);
- c) duas rolhas de borracha, ou silicone, ou material resistente ao calor, adequadas, para fechar as extremidades do tubo descrito em b);
- d) tubo de vidro em quantidade suficiente para os diversos dispositivos e tubos flexíveis para os acoplamentos;
- e) navícula de combustão de porcelana vitrificada, vidro, ou quartzo com alto teor de sílica ou platina, com dimensões apropriadas para conter a quantidade de amostra especificada no ensaio;
- f) termopar acoplado a um termômetro eletrônico ou milivoltímetro adequado para determinar temperatura de ensaio na faixa de (300 a 700)°C;
- g) fluxímetro adequado para medir o fluxo de gás para vazões de (1 a 10) l/minutos;
- h) frasco para lavar gases, com sifão dotado de tubos de conexões para os tubos de vidro descritos em d);
- i) tubo dessecado em forma de “U”, com saídas laterais, medindo no mínimo (20x200) mm dotado de rolhas removíveis;
- j) lã de vidro;
- l) dessecado contendo substância dessecante adequada;
- m) balança analítica com resolução de 0,0001 g;
- n) bico de Bunsen ou mufla de aquecimento;
- o) nitrogênio purificado;
- p) solução de pirogalol-hidróxido de potássio, contendo 5 g de pirogalol e 50 g de hidróxido de potássio em 100 ml de água; e
- q) cloreto de cálcio anidro.

3 Procedimento

- 3.1. Encher o frasco para lavar gases até um terço de sua altura com a solução de pirogalol-hidróxido de potássio. Conectar a entrada do sifão ao nitrogênio e a saída ao tubo de secagem. Caso o nitrogênio possua comprovadamente teor de oxigênio menor que 0,01%, a operação de lavagem de gases pode ser suprimida.
- 3.2. Montar o aparelho como mostra a Figura 1. Encher o tubo dessecador em forma de “U” com cloreto de cálcio anidro até um nível de cerca de 30 mm das saídas laterais. Aprisionar o CaCl_2 com buchas de lã de vidro sem comprimi-las. Conectar o tubo dessecador ao fluxímetro.

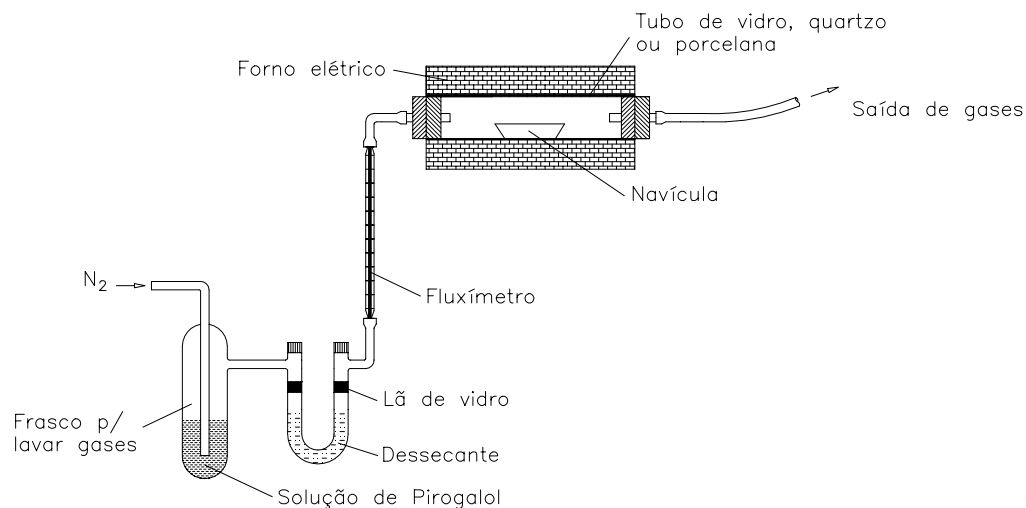


Figura 1 - Esquema do aparelho de ensaio

- 3.3** Aquecer a navícula de combustão até o vermelho em bico de Bunsen ou na mufla de aquecimento mantida a uma temperatura superior a 600°C. Em seguida transferir a navícula de aquecimento para o dessecador e deixá-la descansar até atingir a temperatura ambiente, permanecendo nesta temperatura por pelo menos por 15 minutos.
- 3.4** Remover a navícula do dessecador e imediatamente determinar a sua massa até o décimo de milésimo de grama (0,0001g) mais próximo. Imediatamente colocar (0,4 a 1,1) g de PE para ensaio na navícula e rapidamente determinar a massa para o décimo de milésimo de grama (0,0001g) mais próximo.
- 3.5** Aquecer o forno elétrico até a temperatura constante de 600°C. Ajustar a faixa de vazão do nitrogênio para que a velocidade do mesmo no interior do tubo, conforme 2 b), seja de (2400 ± 400,0)mm/minutos. Abrir a extremidade do tubo descrito em b), rapidamente colocar no seu interior a navícula de combustão com a amostra e ajustar o termopar de modo que a sua extremidade fique em contato com aquele tubo. Fechar o tubo e deslocá-lo para o interior do forno de modo que a navícula de combustão fique no centro do forno. Deixar aquecer por 15 minutos no mínimo.
- NOTA** - A temperatura exata de aquecimento não é crítica na faixa de 500°C a 700°C, embora um aquecimento mínimo de 30 minutos seja necessário para temperaturas mais baixas. A amostra pode ser colocada no forno a 300°C, ou menos, e a temperatura do forno é então programada para um aquecimento da amostra a 350°C durante 10 minutos, 450°C durante outros 10 minutos e 500°C para completar o tempo de 30 minutos; finalmente, manter o aquecimento à temperatura de ensaio por um tempo adicional de 15 minutos.
- 3.6** Deslocar o tubo ao longo do forno de aquecimento, de modo que a navícula de combustão fique longe da região de aquecimento máximo e possibilitar um resfriamento nessa situação por, pelo menos 5 minutos, mantendo o fluxo de nitrogênio.
- 3.7** Remover a navícula de combustão do tubo e rapidamente colocar em dessecador deixando resfriar por 15 minutos no mínimo. Tomar cuidado para que durante a remoção a navícula de combustão não seja contaminada por qualquer depósito sobre a parede do tubo.
- 3.8** Rapidamente determinar a massa da navícula de combustão e seu conteúdo para o 0,0001g mais próximo.

3.9 Recolocar a navícula com a amostra na mufla de aquecimento à temperatura de $(900 \pm 50)^\circ\text{C}$ e calcinar até que todos os traços de negro de fumo tenham desaparecido. Permitir secar no dessecador e determinar a massa da navícula de combustão e seu conteúdo para o décimo de milésimo de grama (0,0001g) mais próximo.

3.10 Fazer o ensaio de duplicata.

4 Expressão dos resultados

Calcular a percentagem do teor de negro de fumo conforme a expressão:

$$\text{Percentagem de negro de fumo (\%)} = \frac{M_2 - M_3}{M_1} 100$$

onde:

M_1 é a massa da amostra, em gramas;

M_2 é a massa da navícula contendo a amostra, em gramas, medida em 3.9

M_3 é a massa da navícula após calcinação, em gramas, medida em 3.10.

4 Relatório de ensaio

O relatório do ensaio deve conter as seguintes informações:

- a) identificação completa da amostra
- b) os valores individuais calculados como descrito em 3.2
- c) a média dos valores relatados em b;
- d) data do ensaio
- e) referencia a esta Norma