

## APÊNDICE A - Calibração do Forno de Redução

A calibração do forno de redução Combustol para o conhecimento da temperatura real em seu centro, foi realizada com base num indicador digital de temperatura, o qual foi calibrado com um milivoltímetro potencimétrico, tendo como referência uma junta fria num recipiente com gelo.

Obteve-se uma relação entre as temperaturas indicadas no controlador de temperatura e as registradas no indicador de temperatura, calibrado com potenciômetro, as quais seriam as temperaturas reais no centro do forno.

Os resultados estão apresentados no gráfico na figura 4.34.

A distribuição longitudinal do forno, isto é, o seu perfil térmico, foi também medido através da colocação de um termopar em distâncias crescentes a partir do centro do forno e medição da temperatura em cada ponto, após o tempo necessário para o equilíbrio térmico. Este procedimento foi repetido para algumas temperaturas próximas as temperaturas dos experimentos.

O perfil térmico do forno é apresentado na figura 4.35 resultados da calibração do indicador estão apresentados no gráfico 4.34

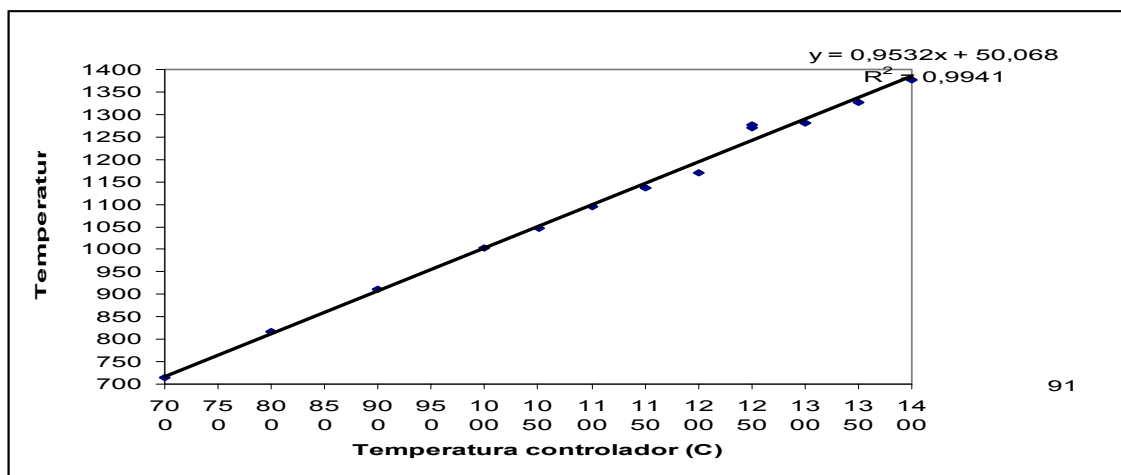


Figura A1 - Calibração do forno de redução.

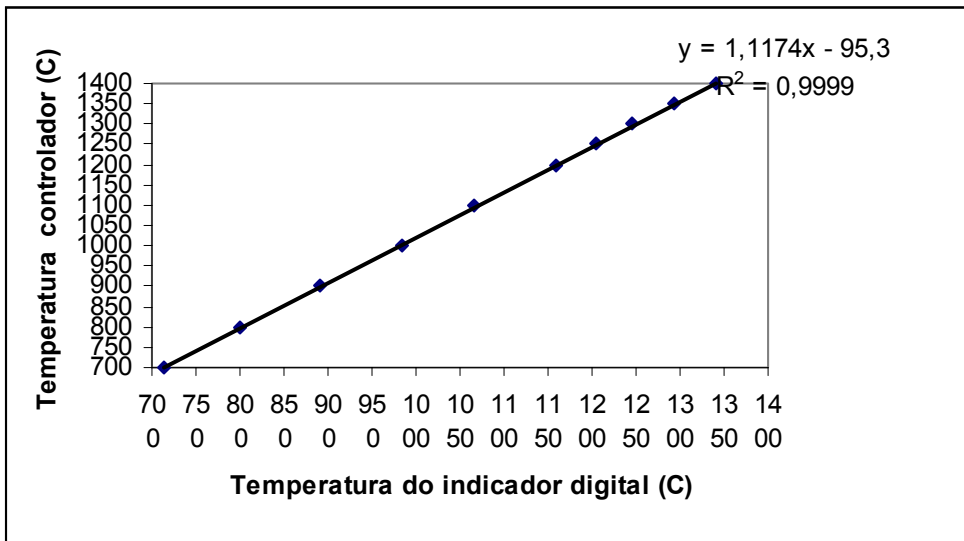


Figura A2 - Perfil térmico do forno de redução.

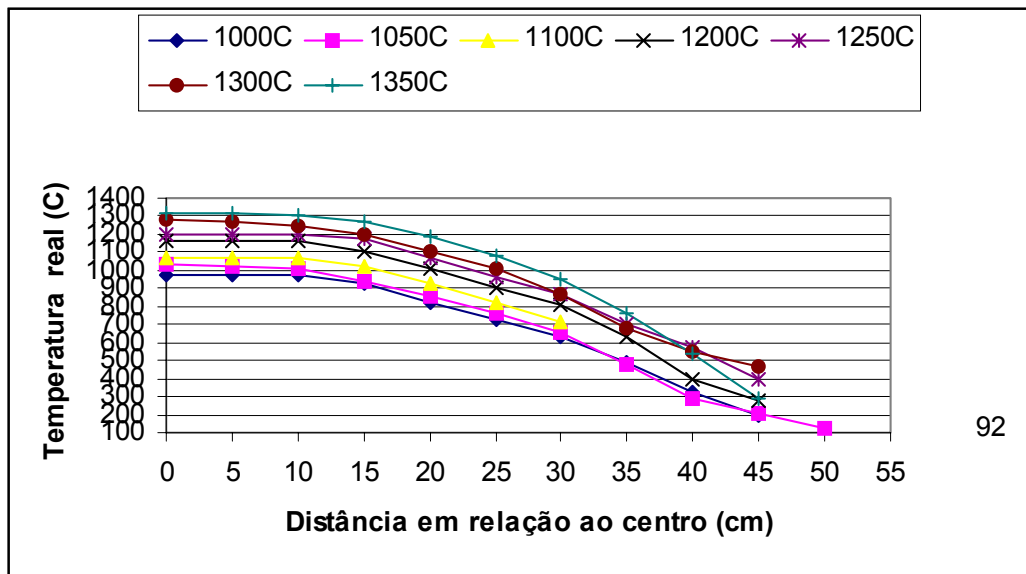


Figura A3 - Calibração do indicador digital de temperatura

## APÊNDICE B – Análise Química

### Determinação do Ferro total

- Reagentes Necessários

- a) Ácido Clorídrico p.a (HCl);
- b) Cloreto estanoso a 10% – pesar 2,5g e dissolver em 30ml de ácido clorídrico. Após dissolução adicionar mais de 20ml de água deionizada;
- c) Cloreto de mercúrio a 5% (HgCl<sub>2</sub>) – pesar 5g e dissolver em 100ml de água deionizada;
- d) Solução sulfo-fosfórica – 300ml de água deionizada, 300ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e 300ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Adicionar o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lentamente na água, esperar esfriar e adicionar o H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>;
- e) Solução indicadora – pesar 0,1g de difenilamino sulfonato de sódio em 100ml de água;
- f) Solução de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 0,1N – secar o bicromato de potássio a 140-150C por 1 hora. Pesar exatamente 4,904g e dissolver com água em balão volumétrico de 1 litro.

- Procedimentos de análise

- a) Pesar 0,25g de amostra e transferir para Erlenmeyer de 500ml contendo um pouco de água (5-10ml);
- b) Adicionar 20ml de HCl e 3 gotas de solução de cloreto estanoso 10%;
- c) Aquecer em chapa branda (80-90C) até a decomposição total da amostra;

- d) Retirar da chapa e adicionar, sob agitação, gota a gota, solução de cloreto estânico até o desaparecimento da coloração amarelada. Adicionar uma gota em excesso;
- e) Lavar as paredes do Erlenmeyer com água fria até  $\pm 50$ ml;
- f) Resfriar em água corrente até temperatura ambiente e então adicionar 10ml de solução de cloreto mercúrico 5%, agitar brandamente e deixar em repouso por 5 minutos;
- g) Diluir com água fria até  $\pm 200$ ml;
- h) Adicionar 15ml de solução sulfo-fosfórica;
- i) Adicionar 3 gotas de solução indicadora;
- j) Titular com solução de  $K_2Cr_2O_7$  0,1N até viragem do indicador de verde para violeta.

$$\%Fe = \frac{\text{Volume}_{K_2Cr_2O_7} \times 0,1 \times 0,055845 \times 100}{\text{peso}_{da}_{amostra}}$$

### Determinação do Ferro metálico

- Reagentes Necessários

- a) solução de sulfato de Cu a 4%
- b) ácido sulfúrico p.a ( $H_2SO_4$ )
- c) zinco metálico p.a (em pó)

- Procedimentos de análise

- a) Pesar 0,5g de amostra e transferir para o copo de Becker de 300ml;
- b) Adicionar 50ml de solução de sulfato de cobre a 4%;

- c) Aquecer e manter em ebulição branda por 60 min. Manter o volume com adições de água quente durante aquecimento;
  - d) Diluir com 30 ml de água fria e filtrar para separar o resíduo, recebendo o filtrado em copo de Becker de 600ml (usar papel de filtro de média porosidade);
  - e) Lavar o resíduo várias vezes com água, até um volume de  $\pm 500$ ml;
  - f) Eliminar resíduo;
  - g) Ao filtrado, adicionar 10ml de  $H_2SO_4$  e zinco metálico e cobrir o Becker com vidro de relógio;
  - h) Deixar em repouso por no mínimo 5 horas até que a reação cesse e desapareça todo e qualquer vestígio de coloração azulada (cor azul indica presença de cobre não reduzido. Caso persista a cor azulada, adicionar mais zinco e aguardar novamente);
  - i) Filtrar em papel de baixa porosidade e lavar o resíduo com água quente ( $\pm 600$ -700ml);
  - j) Esfriar;
  - k) Adicionar 20 ml de solução sulfo-fosfórica;
  - l) Adicionar 3 gotas de solução indicadora;
  - m) Titular com  $K_2Cr_2O_7$  até virar a cor de verde para violeta.
- Cálculo da percentagem de ferro metálico

$$\%Fe = \frac{V \times (0,1 \times 0,055845 \times 100)}{m}$$

onde :

V - volume gasto de solução de  $K_2Cr_2O_7$  (0,1N)

m - massa de amostra tomada para análise