

**Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária  
determinação do teor de sílica  
Norma Rodoviária**

**DNER-ME 057/94**

**Método de Ensaio**

Página 1 de 4

**RESUMO**

Este documento, que é uma norma técnica, fixa o procedimento a ser adotado na determinação do teor de sílica em microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária. Prescreve a aparelhagem e materiais requeridos, os reagentes empregados e estabelece as condições para obtenção dos resultados.

**ABSTRACT**

This document presents the procedure determination of the sílica content in retro-reflective glass microspheres used on pavement markings and prescribes the apparatus, the reagents and the conditions for obtention of the result.

**SUMÁRIO**

- 0 APRESENTAÇÃO
- 1 OBJETIVO
- 2 REFERÊNCIAS
- 3 APARELHAGEM E MATERIAL
- 4 REAGENTES
- 5 AMOSTRAGEM
- 6 ENSAIO
- 7 RESULTADO

**0 APRESENTAÇÃO**

A presente Norma decorreu da necessidade de se adaptar, quanto à forma, a DNER-ME 057/89 à DNER-PRO 101/93, mantendo-se inalterável o seu conteúdo técnico.

**1 OBJETIVO**

- 1.1 Esta Norma prescreve o método de determinação do teor de sílica em microesferas de vidro retrorrefletivas utilizadas em demarcação viária.

**Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária  
determinação do teor de sílica  
Norma Rodoviária**

**DNER-ME 057/94**

**Método de Ensaio**

Página 2 de 4

## **2 REFERÊNCIAS**

### **2.1 NORMA COMPLEMENTAR**

Na aplicação desta Norma é necessário consultar:

DNER-PRO 251/94 – Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária – amostragem.

### **2.2 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Na aplicação desta Norma foram consultados os seguintes documentos:

- a) DNER-ME 057/89, designada Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária – determinação do teor de sílica;
- b) ABNT MB-1504, de 1984, registrada no SINMETRO como NBR-6828, designada Microesferas de vidro retrorrefletivas – determinação do teor de sílica.

## **3 APARELHAGEM E MATERIAL**

Aparelhagem e materiais necessários:

- a) balança analítica com resolução de 0,0001 g;
- b) peneira de malha quadrada, de caixilho circular, diâmetro de 205 mm e abertura de malha de 0,15 mm (nº 100);
- c) estufa capaz de manter a temperatura de  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ;
- d) cápsulas ou cadinhos de platina, de 75 cm<sup>3</sup> e 250 cm<sup>3</sup>, com tampas;
- e) alça de platina (Pt) ou níquel – cromo (Ni-Cr);
- f) bico de Bunsen ou similar;
- g) pinça com ponta de platina (Pt);
- h) triângulo de arame de aço, com tubos de porcelana;
- i) chapa aquecedora;
- j) frasco lavador;
- k) papel de filtro de porosidade média – Whatman nº 40 ou similar;
- l) bastão de vidro de ponta arredondada;
- m) funil de viro;
- n) murfla com aquecimento até 1 200°C;
- o) dessecador;
- p) banho-maria;
- q) espátula metálica;
- r) policial;
- s) tripé metálico;
- t) caçarola de porcelana com capacidade de 300 ml;
- u) almofariz de ágata;
- v) suporte para filtração.

#### 4 REAGENTES

4.1 CARBONATO DE SÓDIO p.a.

4.2 ÁCIDO CLORÍDRICO (1 : 1)

4.3 ÁCIDO CLORÍDRICO (2 : 98)

4.4 ÁCIDO FLUORÍDRICO p.a.

4.5 ÁCIDO SULFÚRICO (1 : 1)

#### 5 AMOSTRAGEM

A amostragem de microesferas deve ser realizada de acordo com DNER-PRO 251/94 (ver 2.1).

#### 6 ENSAIO

##### 6.1 PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

6.1.1 Triturar em almofariz de ágata, até passar completamente pela peneira de 0,15 mm de abertura (nº 100), aproximadamente 1,000 g de amostra obtidas conforme Norma DNER-PRO 251/94 (ver 2.1).

6.1.2 Secar a amostra em estufa a  $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , até obter massa constante.

##### 6.2 PROCEDIMENTO

6.2.1 Pesar no cadinho de platina aproximadamente 0,5 g da amostra previamente preparada, com aproximação de 0,000 1 g (A). Juntar 0,5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

6.2.2 Homogeneizar o conteúdo com a alça da platina, acumulando-o no centro do cadinho; cobrir a mistura com 0,5 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

6.2.3 Aquecer gradualmente a mistura no cadinho tampado, no bico de Bunsen, até a fusão; manter nesta temperatura por 10 minutos.

6.2.3.1 Para melhor fusão da massa, deve-se agitar cuidadosamente o cadinho de platina em movimentos circulares, for a da fonte aquecedora, com o auxílio da pinça com ponta de platina

6.2.4 Retirar a fonte aquecedora e deixar o cadinho coberto, esfriar à temperatura ambiente.

6.2.5 Adicionar 200 ml de HCl (1 : 1) à massa fundida. Cobrir o cadinho e digerir em banho-maria até a completa desintegração do material. Eventualmente, pode-se dissolver a massa fundida em água destilada quente antes de adicionar o ácido. A ação do ácido pode ser acelerada

**Microesferas de vidro retrorrefletivas para demarcação viária  
determinação do teor de sílica  
Norma Rodoviária**

**DNER-ME 057/94**

**Método de Ensaio**

Página 4 de 4

por esmagamento, com bastão de vidro, da camada de material insolúvel que tende a cobrir a porção não atacada da massa fundida.

- 6.2.6 Tão logo a desintegração do material esteja completa, transferi-lo para a caçarola de porcelana tomando cuidado de lavá-lo com água destilada, a fim de evitar perdas. Evaporar o material em banho-maria até secá-lo, em seguida, resfriá-lo.
- 6.2.7 Adicionar 5 ml de HCl (1 : 1) ao resíduo de 15 ml de água destilada morna. Manter o conjunto em banho-maria, por alguns minutos. Filtrar através do papel de filtro.
- 6.2.8 Lavar a caçarola, o resíduo e o papel com porções de 3 ml de HCl (2 : 98), tomando o cuidado de transferir todo o resíduo da caçarola, para o papel de filtro, e em seguida lavá-lo com água destilada quente, até a eliminação total de cloretos.
- 6.2.9 Colocar o papel de filtro, contendo o resíduo, no cadinho de platina, no qual a fusão foi feita. Evaporar o filtrado em cápsula de platina, em banho-maria, até secura.
- 6.2.10 Aquecer o resíduo em estufa a  $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  durante 15 min, e resfriar a seguir. Adicionar HCl (1 : 1) ao resíduo seco, filtrando o conjunto através do papel de filtro. Lavar como em 6.2.8; transferir todo o resíduo obtido na 2ª desidratação para o cadinho contendo o papel de filtro de 1ª desidratação.
- 6.2.11 Queimar brandamente o conteúdo do cadinho até atingir  $600^{\circ}\text{C}$  e até todo o carbono sair. Adicionar quatro gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 : 1). Se for esperado um alto resíduo que não sílica, aquecer brandamente de início; deixar atingir  $1\ 200^{\circ}\text{C}$ , de 30 min. a 60 min. Resfriar o resíduo final em dessecador, pesar. Repetir a ignição até obter um valor constante para a massa ( $B_2$ ).
- 6.2.12 Tratar o resíduo final com algumas gotas de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 : 1) e cerca de 10 ml de HF.
- 6.2.12.1 Evaporar brandamente os constituintes voláteis usando banho-maria e finalmente aquecer a  $1\ 200^{\circ}\text{C}$ , durante 1 min a 2 min.
- 6.2.12.2 Resfriar o novo resíduo final em dessecador, pesar e anotar ( $B_1$ ).
- 6.2.13 A diferença entre as duas pesagens representa a massa de sílica da amostra ensaiada ( $B_2 - B_1$ ).

**7 RESULTADO**

O resultado é dado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{B_2 - B_1}{A}$$