 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 1 de 6

SUMÁRIO

- 1_ Objetivo
- 2_ Documentos a consultar
- 3_ Princípio do método
- 4_ Definição
- 5_ Aparelhagem/reagentes
- 6_ Preparação das soluções
- 7_ Execução do ensaio
- 8_ Segurança
- 9_ Resultados
- 10_ Repetibilidade
- 11_ Reprodutibilidade

1_ OBJETIVO

- 1.1_ Esta recomendação prescreve o método de ensaio para determinação do teor de enxofre no carvão mineral com a finalidade de se evitar uma possível deterioração de aglomerantes no sistema de areia verde.

2_ DOCUMENTOS A CONSULTAR

- 2.1_ Na aplicação desta recomendação é necessário consultar:
 - 2.1.1_ CEMP 204 - Pó de carvão mineral para Fundição – Preparação de amostra de carvão mineral para análise.

3_ PRINCÍPIO DO MÉTODO


- 3.1_ Determinação gravimétrica que se baseia na eliminação dos componentes orgânicos e na transformação e fixação das diferentes formas de enxofre em sulfato, em atmosfera oxidante, através da mistura de eschka, em forno mufla, sobre condições, tempo e temperatura controlados.

4_ DEFINIÇÃO


- 4.1_ Para os efeitos desta recomendação é adotada a definição:
 - 4.1.1- Enxofre total no carvão mineral: Determinação da quantidade total de enxofre existente no carvão mineral pelo processo Eschka (gravimétrico).

5_ APARELHAGEM/REAGENTES

- 5.1_ Aquecedor elétrico ou chapa elétrica;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 2 de 6

- 5.2_ Forno mufla com temperatura controlável até 1200 °C;
- 5.3_ Balança analítica, com uma resolução mínima de 0,0001 g;
- 5.4_ Aquecedor elétrico ou chapa elétrica;
- 5.5_ Estufa de laboratório com temperatura regulável até 250 °C;
- 5.6_ Cadinho de porcelana ou platina com capacidade de 30 ml;
- 5.7_ Dessecador;
- 5.8_ Placa refratária;
- 5.9_ Espátula de aço inoxidável (meia cana);
- 5.10_ Fio de platina ou níquel cromo;
- 5.11_ Pincel de cerdas macias;
- 5.12_ Luva de proteção para altas temperaturas;
- 5.13_ Pinça metálica revestida de borracha para manusear o béquer;
- 5.14_ Pinça metálica de cabo longo;
- 5.15_ Pinça metálica de cabo curto;
- 5.16_ Béquer com capacidade de 400 e 600 ml;
- 5.17_ Vidro de relógio com diâmetro adequado;
- 5.18_ Bastão de vidro com ponta de borracha;
- 5.19_ Funil analítico com diâmetro de 80 mm;
- 5.20_ Pipeta graduada de 10 ml;
- 5.21_ Papel de filtro analítico faixa preta ou de textura aberta;
- 5.22_ Papel de filtro analítico faixa azul ou de textura fechada;
- 5.23_ Polpa de papel de filtro analítico;
- 5.24_ Ácido Clorídrico (HCl) P.A.;
- 5.25_ Bromo ou água oxigenada 120 volumes;
- 5.26_ Carbonato de Sódio (Na₂CO₃) anidro P.A.;

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 3 de 6


- 5.27_ Nitrato de prata P.A.;
- 5.28_ Alaranjado de metila P.A.;
- 5.29_ Mistura de eschka;
- 5.30_ Cloreto de Bário P.A.;
- 5.31_ Óxido de Magnésio P.A.

6_ PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES.

- 6.1_ Proceder ao preparo das soluções, como segue:
- 6.1.1_ Cloreto de bário a 10 % dissolver 100 g de $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ em água destilada e completar o volume para 1000 ml.
- 6.1.2_ Água de bromo saturada: adicionar 100 g de bromo em água destilada e completar o volume para 500 ml.
- 6.1.3_ Mistura Eschka: misturar duas partes de MgO (ligeiramente calcinado) em uma parte de Na_2CO_3 anidro;
- 6.1.4_ Ácido clorídrico 1:9 misturar 1 volume de HCl concentrado em 9 volumes de água destilada ou equivalente.
- 6.1.5_ Ácido clorídrico 1:1 misturar volumes iguais de ácido clorídrico concentrado e água destilada;
- 6.1.6_ Alaranjado de metila a 0,02 %: dissolver 0,02 g de alaranjado de metila em 100 ml de água destilada quente e filtrar em seguida;
- 6.1.7_ Carbonato de sódio a 10 % dissolver 100 g de Na_2CO_3 anidro em água destilada, completando o volume para 1000 ml;
- 6.1.8_ Nitrato de prata a 0,2 %: dissolver 0,2 g de $AgNO_3$ em água destilada, completando o volume para 100 ml.


7_ EXECUÇÃO DO ENSAIO

- 7.1_ Pesar 0,5 g de mistura de Eschka, cobrindo o fundo do cadinho de porcelana previamente calcinado. Pesar 1,0 g de amostra preparada conforme CEMP 204 e adicionar sobre a mistura de Eschka. Adicionar mais 2,5 g de mistura de Eschka, no mesmo cadinho. Homogeneizar a massa total pesada, usando fio de platina ou níquel-cromo, nivelando a superfície e adicionando mais 1,0 g de mistura de Eschka.
- 7.2_ Colocar o cadinho no interior do forno mufla à temperatura de 100 °C, no máximo. Elevar gradualmente a temperatura do forno mufla até 800 ± 25 °C. Manter nessa temperatura por 2 horas. Retirar o cadinho do forno mufla e revolver a massa com

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 4 de 6

auxílio do fio de platina ou níquel-cromo, a fim de constatar se houve combustão completa. No caso de incompleta (existência de partículas escuras), retornar o cadinho ao forno mufla por mais 30 minutos.

- 7.3_ Aguardar o resfriamento do cadinho à temperatura ambiente. Limpá-lo externamente e transferi-lo, com a massa fundida, para um béquer de 400 ml contendo aproximadamente 100 ml de água destilada quente.
- 7.4_ Após a remoção do cadinho, aquecer a solução à fervura, por um tempo de 30 a 45 minutos, protegida com o vidro de relógio, agitando-a, ocasionalmente, com o bastão de vidro.
- 7.5_ Decantar e filtrar a solução para o béquer de 600 ml, através de papel de filtro de textura aberta, lavando-o com água destilada aquecida, de modo que o volume do filtrado não exceda 250 ml. Descartar o insolúvel.
- 7.6_ Adicionar 2 ou 3 gotas do indicador alaranjado de metila e acidular levemente com HCl 1:1 a solução filtrada, até a viragem para cor avermelhada.
- 7.7_ Aquecer a solução em chapa elétrica e adicionar 10 ml de água de bromo ou 1 ml de água oxigenada 120 volumes.
- 7.8_ Aquecer e manter a solução à fervura, por um tempo mínimo de 15 minutos, para eliminação do excesso de bromo ou de oxigênio.
- Nota: A ausência de bromo é verificada através do não descoramento do alaranjado de metila.
- 7.9_ Aguardar o resfriamento da solução à temperatura ambiente, neutralizar com solução de carbonato de sódio a 10 % a adicionar ácido clorídrico 1:9 até leve acidez.
- 7.10_ Aquecer novamente a solução à fervura, adicionar lentamente 10 ml de cloreto de bário a 10 %, agitar a solução constantemente, mantendo-a em ebulição durante 10 minutos.
- 7.11_ Deixar a solução em repouso a uma temperatura próxima à temperatura de ebulição por um tempo mínimo de 2 horas.
- 7.12_ Filtrar a solução através de papel de filtro de textura fechada, ou com polpa de papel, de modo a assegurar completa retenção do precipitado.
- 7.13_ Lavar o béquer e o retirado no filtro, com água destilada quente, até que uma porção de 8 a 10 ml do filtrado não fique turva quando adicionada uma gota de nitrato de prata.
- 7.14_ Transferir o papel de filtro com o resíduo para um cadinho previamente calcinado e tarado. Levar o cadinho à estufa com temperatura entre 105 e 110 °C por um tempo de aproximadamente 1 hora, para eliminação do excesso de água.

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 5 de 6

7.15_ Transferir o cadinho para o forno mufla e aquecer lentamente até a temperatura de 800 a 925 °C, de modo que o filtro carbonize sem inflamar. Manter a esta temperatura por aproximadamente 30 minutos. Calcinar até obter massa constante.

7.16_ Retirar o cadinho do forno mufla, colocando-o no interior do dessecador para resfriar.

7.17_ Pesar e anotar a sua massa.

7.17_ Efetuar uma prova em branco utilizando todos os reagentes, conforme as seções 7.1 a 7.16 e anotar a sua massa final.

8_ SEGURANÇA

8.1_ Ao introduzir ou retirar os cadinhos do forno mufla, deve-se usar pinça metálica de cabo longo e ter a mão protegida com luva de amianto. Deixar a pinça em local adequado a fim de evitar danos pessoais e/ou materiais.

8.2_ Ao retirar os cadinhos do forno mufla, deixá-los em local adequado, a fim de evitar danos pessoais e/ou materiais.

8.3_ Ao realizar a dissolução da amostra, filtração e lavagem com produtos voláteis, fazê-lo no interior da capela.

9_ RESULTADO

9.1_ O resultado é expresso em % com uma resolução mínima de 2 (duas) casas decimais, e é obtido através da seguinte fórmula:

$$\% S = \frac{0,1373 (m_1 - m_2)}{M_3} 100$$


Onde:

% S = teor de enxofre;

m_1 = massa de sulfato de bário precipitada na amostra (g);

m_2 = massa de sulfato de bário precipitada na prova em branco (g);

m_3 = massa da amostra (g).

 ABIFA CEMP Comissão de Estudos de Matérias Primas	PÓ DE CARVÃO MINERAL PARA FUNDIÇÃO - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE ENXOFRE TOTAL PELO PROCESSO DE ESCHKA (GRAVIMETRIA)	Recomendação CEMP 135 Aprovada em: Out/1987 Revisada em: Nov/2015
	Método de Ensaio	Folha : 6 de 6

10_ REPETIBILIDADE

10.1_ Utilizando-se o mesmo laboratório, o mesmo operador, os mesmos equipamentos e reagentes sobre duas porções representativas de uma mesma amostra, os resultados não devem diferir em valores absolutos de mais do que:

- a) 0,05 para carvão contendo até 2 % de enxofre;
- b) 0,10 para carvão contendo mais de 2 % de enxofre.

Nota: Se a diferença dos resultados na repetibilidade é menor ou igual aos valores acima, obtém-se como resultado final a média aritmética das duas determinações. Se a diferença é maior que os valores indicados, efetua-se uma terceira análise. Se persistir a diferença, obtém-se, como resultado final a média aritmética das determinações que mais se aproximem da tolerância permitida.

11_ REPRODUTIBILIDADE

11.1_ Utilizando parte da mesma amostra em laboratórios diferentes, os resultados não devem diferir os valores absolutos de mais do que:

- a) 0,10 para carvão contendo até 2 % de enxofre;
- b) 0,20 para carvão contendo mais de 2 % de enxofre.