

ENSAIOS DE LABORATÓRIO

Análise Imediata de Carvão

(Método Brasileiro – MB-15)

Objetivo

Este método fixa o modo pelo qual deve ser feita a determinação da composição imediata do carvão mineral, para um melhor conhecimento do material que se considera.

A análise imediata do carvão mineral abrange a determinação das seguintes características:

Umidade
Matéria Volátil
Cinza
Carbono Fixo

umidade: (U)

Neste método, a amostra é moída e classificada em uma peneira de 60 mesh e a umidade é determinada secando-se a amostra a 105°C em uma estufa, e determinando-se a perda de massa.

determinação de umidade de equilíbrio

Obter a massa, com aproximação de 1 mg, de 1 a 2 g do carvão passado por pela peneira 60 * num cadinho sem tampa. Colocar na estufa a 105°C durante hora e meia. Retirar da estufa, colocar num dessecador e deixar esfriar até a temperatura ambiente.

Medir novamente a massa com a mesma aproximação.

cálculo de umidade de equilíbrio

Chamando-se de:

m_1 – massa de cadinho + massa de carvão antes da retirada de umidade na estufa.

m_2 – massa de cadinho + massa de carvão depois de retirada a umidade.

m – massa de carvão (amostra)

$$\%U = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

* Peneira malha 60 é aquela que tem 60 fios por polegada linear

matéria volátil (MV)

determinação da matéria volátil

- A porcentagem de matérias volátil é determinada a partir do carvão previamente seco pelo método da umidade.
- O aquecimento deve ser feito em uma mufla à 950°C sob os seguintes passos:

Com a **porta da mufla** aberta, por os cadinhos, **por dois minutos** na parte **externa da mufla** sobre a porta (temperatura aproximadamente 300°C);

Por **três minutos**, colocar os cadinhos **na beira da abertura da mufla** ainda **com a porta aberta** (temperatura aproximadamente 500°C);

Finalmente, colocar as amostras **no fundo da mufla por seis minutos**, com **a porta fechada**.

Esfriar as amostras no dessecador por 20 min e pesar, e através da fórmula determinar o teor de voláteis.

- Dá-se por encerrada a determinação da matéria volátil quando a chama amarela torna a ficar azul novamente.

cálculo da porcentagem de matéria volátil (MV_T).

m_2 – massa de cadinho + massa de carvão depois da retirada umidade na estufa

m_3 – massa de cadinho + massa de carvão depois de retirada da determinação de voláteis.

cinza (Z)

determinação da cinza

- A percentagem de cinzas é determinada a partir do carvão previamente calcinada pelo método dos voláteis;
- O teor de cinzas é determinado pela combustão do resíduo à **750° C, por seis horas** na mufla.
- Terminada a incineração, retirar o material da mufla, e colocar num dessecador por 20 min.
- Após resfriado medir a massa com a mesma aproximação inicial, calcular o teor de cinzas pela seguinte expressão:

$$\% \text{ cinzas} = \frac{\text{massa de cinza}(m_4)}{\text{massa da amostra}(m_3)} \times 100$$

m_3 – massa de cadinho + massa de carvão depois de retirada da determinação de voláteis.

M_4 – massa de cadinho + massa de carvão depois de retirada da determinação de cinzas.

- Para os carvões com menos de 15% de cinza é tolerada uma diferença de 0,3% entre duas determinações.
- Para os carvões com 15% ou mais a tolerância é de 0,5% nas condições estabelecidas.

$$\% MV_T = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100$$

carbono fixo

determinação do carbono fixo

- A determinação do carbono fixo é feita por diferença. Calculadas as porcentagens de umidade, de matéria volátil (propriamente dita) e de cinza, a diferença entre 100 e a soma dessas três porcentagens dará a porcentagem do carbono fixo.

cálculo da porcentagem de carbono fixo

$$\% \text{ CF} = 100 (\% \text{ U} + \% \text{ MV}_{\text{p.d}} + \% \text{ Z})$$

cálculo da porcentagem de carbono fixo considerando o enxofre

- No cálculo para obtenção do carbono fixo, quando o enxofre figurar com mais de 2% deve-se somar ao valor achado para a cinza o número dado pelo produto da porcentagem do enxofre pelo fator 0,625.
- Se o carvão contiver mais que 2% de enxofre normalmente proveniente de pirita de ferro FeS_2 (que se transforma pela calcinação em Fe_2O_3) deve-se dar:

Portanto, a %CF neste caso será:

$$\% \text{ CF} = 100 - (\% \text{ U} + \% \text{ MV} + \% \text{ Z} + 0,625 \times \% \text{ S})$$

enxofre

A determinação do enxofre pode ser feita por um dos dois processos seguintes:

a) Pelo processo clássico de Eschka, mede-se a massa com aproximação de 1 mg, de 0,5 a 2,0 g de carvão e adiciona-se o triplo da massa de mistura de Eschka;

b) Pelo processo da bomba calorimétrica, que pode ser usado qualquer teor de enxofre e indicado quando o teor presumível é superior a 8%:

- b₁) medir a massa de 0,5 a 2,0 g de carvão;
- b₂) colocar na bomba, com alguns centímetros cúbicos de água destilada;
- b₃) queimar em oxigênio a 30 atmosferas;
- b₄) depois da combustão, manter a bomba fechada durante cerca de 20 minutos; em seguida, deixar escapar os gases, abrir, lavar cuidadosamente com água o interior da bomba, devendo-se ter cuidado de lavar o anel de chumbo com alguns centímetros cúbicos de solução quente de carbonato de sódio a 10%.
- b₅) reunir as águas da lavagem e adicionar cerca de 20 cm³ de ácido clorídrico;
- b₆) ferver e filtrar;
- b₇) juntar cloreto de bário necessário a precipitação dos sulfatos;
- b₈) dosar, como habitualmente, o enxofre sob essa forma.

EXEMPLOS DE CÁLCULO

3.b A Análise Imediata de um carvão mineral, foi realizada em laboratório utilizando-se uma única amostra do carvão, contida em um cadinho. As massas obtidas foram as seguintes:

Cadinho com a amostra inicial.....	20,220 g
Cadinho com a amostra após 1,5h em estufa a105°C.....	20,103 g
Cadinho com o resíduo após queima da matéria volátil.....	19,779 g
Cadinho com o resíduo após queima total em mufla a 950°C..	18,912 g
Cadinho utilizado na experiência.....	18,720 g

- a) dar os resultados da análise na base seca;
- b) dar os resultados da análise na base seca e sem cinza.

$$\% U = \frac{20,220 - 20,103}{20,220 - 18,720} \times 100 = 7,8 \%$$

$$\% MV_{pd} = \frac{20,103 - 19,779}{20,220 - 18,720} \times 100 = 21,6 \%$$

$$\% Z = \frac{18,912 - 18,720}{20,220 - 18,720} \times 100 = 12,8 \%$$

$$CF = 100 - (7,8 + 21,6 + 12,8) = 57,8 \%$$

b)

$$MV' = 21,6 \times \frac{100}{100 - 7,8} = 23,4 \%$$

$$Z' = 12,8 \times \frac{100}{100 - 7,8} = 13,9 \%$$

$$CF' = 100 - 23,4 - 13,9 = 62,7 \%$$

$$c) \quad MV'' = 21,6 \times \frac{100}{100 - (7,8 - 12,8)} = 27,2 \%$$

$$CF'' = 100 - MV'' = 72,8 \%$$

Poder de Coqueificação de Carvões

(teste do “número de inchamento”)

Coqueificação

- Chamamos de coque, como o produto restante da destilação seca do carvão, sendo então constituído por carbono fixo e cinzas. As propriedades de coqueificação ou de aglutinação de um carvão têm grande importância para a fabricação de coque ou de gás.
- O carvão coqueificável é carvão que apresenta propriedades aglutinantes, que acredita-se ser principalmente alto teor de betume e alcatrão, e quando aquecido em ausência de ar em temperatura de 350 a 400°C ele se torna pastoso (amolecido), devido justamente aos componentes descritos, e com saída de materiais voláteis nesta temperatura haverá um inchamento do mesmo, e ao chegar à temperatura de cerca de 500°C, o coque formado endurece, dando o que nos chamamos de **botão de coque**.
- Quanto mais plástico ou pastoso se torna o carvão pelo aquecimento, maior será seu poder de coqueificação, sendo então uma propriedade do carvão, muito importante esta de ter um índice de plasticidade alto ou baixo, para auxiliar a decidir sobre a utilização básica de um carvão especialmente na área de siderurgia, onde há necessidade de formação de um coque de alta resistência mecânica e boa porosidade como exemplificaremos adiante.
- O carvão possui baixo teor de matéria volátil tende a expandir-se durante o aquecimento, sendo muito pouco seu rendimento em produtos de destilação do carvão.
- Os carvões de alto teor de matéria volátil dão coque de baixa resistência mecânica e em geral são usados misturados a outros carvões de menor teores de matéria voláteis onde irão dar um coque de dureza intermediária, mas que satisfaça os requisitos para ser usado no alto forno em siderurgia.

Então o coque metalúrgico a que nos referimos tem três funções principais no alto forno:

- 1) é o combustível para servir como fator energético produzindo calor para a fusão do minério de ferro.
- 2) gera o gás redutor CO, para reduzir o óxido de ferro a ferro gusa.
- 3) dá uma elevada permeabilidade à coluna de carga descrita.

teste do “número de inchamento”

Nestas circunstâncias todos os carvões, exceto aqueles que não apresentam o poder de coqueificação, amolecem produzindo um resíduo de coque que comparado com a massa original apresenta um inchamento ou expansão em maior ou menor escala.

Existem vários tipos de carvões e estes apresentam variações nas suas características de coqueificação, sendo que alguns carvões se expandem não se modificando e outros se contraem.

Quando um carvão tem alto teor de matéria volátil, tem-se como resultado, os aquecimentos de uma massa plástica relativamente fluida da qual os gases liberam-se rapidamente. O carvão não se expande, isto é tem um baixo inchamento podendo até ter contração de volume.

Quando um carvão tem baixo teor de matéria volátil, a massa plástica é mais viscosa sendo que a retenção de gases é maior, não escapam, proporcionando ao se expandirem um aumento de volume, com inchamento grande.

modo de operação

1. Medir a massa de cerca de 1 grama de carvão seco ao ar, moído e peneirado em malha 60, em um cadinho de porcelana com tampa.
2. Aquecer o cadinho tampado por meio da chama volumosa de um bico de gás tipo Mecker, durante 2 $\frac{1}{2}$ minutos, ao até que não se desprenda mais material volátil (término de chama amarela).
3. Resfriar em dessecador até a temperatura ambiente.
4. Retirar o “botão de coque” de dentro do cadinho.
5. Comparar o perfil do botão de coque com a serie de perfis padrões. Os perfis padrões apresentam números de 1 (não inchado) até 9 (inchado até preencher todo cadinho).

Os números padrões que correspondem a cada tamanho de coque obtido são:
1, 1 $\frac{1}{2}$, 2 $\frac{1}{3}$, 3 $\frac{1}{4}$, 4 $\frac{1}{5}$, 5 $\frac{1}{6}$, 6 $\frac{1}{7}$, 7 $\frac{1}{8}$, 8 $\frac{1}{9}$.

Os números de inchamento podem ser usados para indicar, de modo geral, os fins industriais para os quais o carvão é adequado ou inadequado.

classificação

número de inchamento até 2 ½(inclusive)

Não coqueificável ou propriedades de coqueificação muito fracas. Carvões adequados para produção de vapor de água em caldeiras e para queima em outras fornalhas (geralmente de alimentação mecânica móvel) porém, inadequados para qualquer forma de carbonização, ou seja, aquecimento fora do contato do ar de modo que o carvão se decompõe termicamente, produzindo coque, combustível líquidos e combustíveis gasosos.

número de inchamento 3 e 3 ½

Carvões de poder de coqueificação fraco e moderado. São carvões s para todos os fins de combustão: adequados para carbonização para produção de gás, porém, inadequados para fabricação de coque metalúrgico.

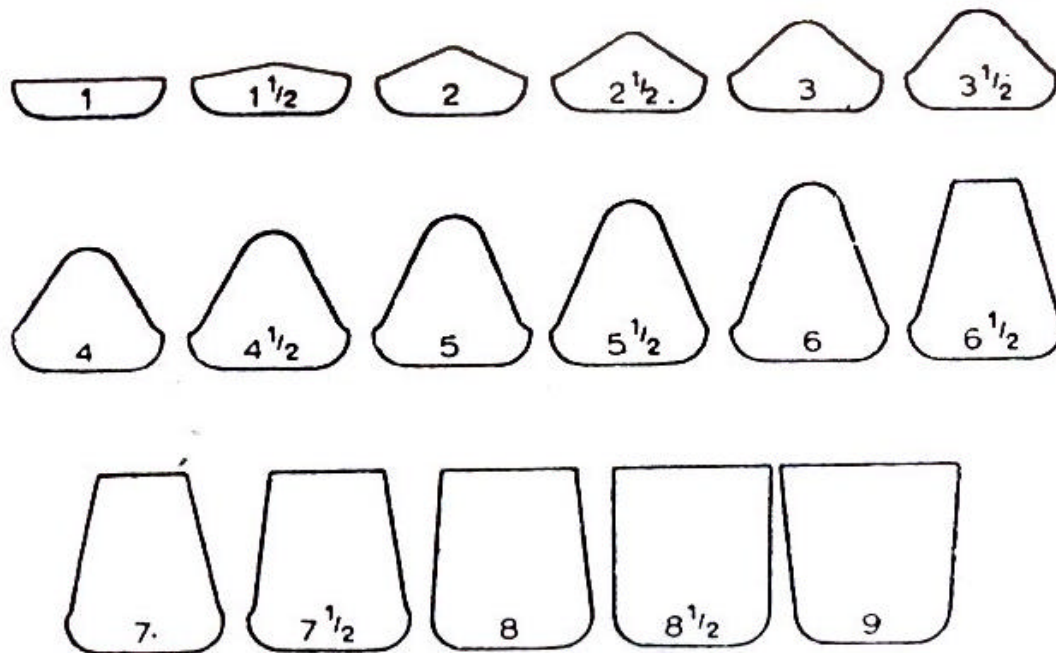
número de inchamento de 4 a 6 ½

Carvões de poder de coqueificação moderado. São adequados para fins de combustão porém são um tanto fortemente coqueificáveis para algumas formas de alimentadores mecânicos. São usados para produção de gás combustível e para fabricação de coque metalúrgico de segunda qualidade.

número de inchamento de 7 a 9

Carvões fortemente coqueificáveis. Estes carvões são muito coqueificáveis para serem adequados para combustão em fornalhas e ainda fortemente coqueificáveis para uso em produção de gás.

Essa classe inclui os carvões que são os melhores para a fabricação de coque metalúrgico em coqueiras.



Perfis padrões do Teste de Número de Inchamento
(da British Standard specification 101⁶)