

CENTRO UNIVERSITÁRIO DE FORMIGA - UNIFOR-MG

CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA

ALINE SILVA LOREGIAN

**AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PÓLVORA NEGRA PARA FINS
PIROTÉCNICOS ATRAVÉS DE ANÁLISES ESPECÍFICAS**

FORMIGA - MG

2017

ALINE SILVA LOREGIAN

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PÓLVORA NEGRA PARA FINS
PIROTÉCNICOS ATRAVÉS DE ANÁLISES ESPECÍFICAS

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Engenharia Química do UNIFOR - MG, como requisito parcial para obtenção do título de bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Antônio José dos Santos Júnior

FORMIGA - MG

2017

L868

Loregian, Aline Silva.

Avaliação do processo de produção de pólvora negra para fins pirotécnicos através de análises específicas / Aline Silva Loregian. – 2017.

53 f.

Orientador: Antônio José dos Santos Júnior

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química)-Centro Universitário de Formiga-UNIFOR, Formiga, 2017.

1. Análises específicas. 2. Avaliação. 3. Pólvora negra. I. Título.

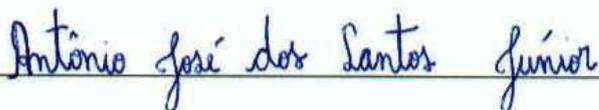
CDD 660.2815

ALINE SILVA LOREGIAN

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PÓLVORA NEGRA PARA FINS
PIROTÉCNICOS ATRAVÉS DE ANÁLISES ESPECÍFICAS

Trabalho de conclusão de curso
apresentado ao Curso de Engenharia
Química do UNIFOR - MG, como
requisito parcial para obtenção do título
de bacharel em Engenharia Química.

BANCA EXAMINADORA



Prof. Me. Antônio José dos Santos Júnior

Orientador



Prof. M^a. Christiane Pereira Rocha Sousa

UNIFOR - MG



Prof. Esp. Rosiene Gonzaga de Jesus Pimenta

UNIFOR - MG

Formiga, 31 de outubro de 2017.

AGRADECIMENTOS

Como não iniciar um agradecimento com o Soberano, o meu Amor Maior, meu Deus... Eu agradeço e louvo a Ele por essa conquista, por ter me dado forças para chegar até onde cheguei, por ter me dado capacidade que eu mesma não sabia que tinha. Meu Senhor, eu te agradeço de todo meu coração, com toda minha alma e com todo meu ser, obrigada por estar sempre comigo.

Aos meus pais não poderia deixar de expressar a minha gratidão, eles me educaram e foi através deles que eu aprendi a viver e a lidar com o mundo. Aprendi também, que tudo que se começa se termina. Obrigada a você minha mãe Maria Antônia e a você pai Wander por todo incentivo, cuidados e paciência comigo, eu amo vocês.

Aos meus amigos de classe, porque é assim que eu os vejo, os amigos que ganhei ao longo de toda minha jornada. Obrigada Bárbara, Bruna, Gabriella e Rangel vocês foram essenciais, me apoiaram e me levantaram nas horas mais difíceis.

Aos meus colegas de trabalho eu não poderia deixar de agradecer. A Ana Cláudia, Nayara e ao João eu agradeço por me ouvirem e terem paciência comigo quando eu precisei desabafar. Ao Alexandre, Guilherme e Joyce eu agradeço por me ajudarem nas horas que eu precisei de um “*help*”, sem vocês algumas partes deste trabalho não teriam sido concluídas.

Ao meu líder Rodrigo eu agradeço pela paciência, apoio e disponibilidade em tudo que eu necessitei para fazer este estudo. E em especial eu agradeço ao Carlos Eduardo, que me deu a direção para fazer esse trabalho e me orientou fora da faculdade. A todos vocês eu agradeço por não medirem esforços para me ajudar.

E por fim eu agradeço aquele que foi o meu norte, indicou a direção e como tudo deveria ser feito nos mínimos detalhes. Juninho, que foi mais que um orientador, e fez jus ao seu título de mestre. A você o meu muitíssimo obrigado, por tudo, eu jamais teria conseguido sem seu apoio, incentivo, sua vasta sabedoria e principalmente sua humildade.

RESUMO

Neste trabalho foi realizado um estudo sobre a pólvora negra para fins pirotécnicos. Abordaram-se assuntos relacionados à pólvora negra desde sua origem, características, indústria pirotécnica, produção, até suas outras aplicações. Foram realizadas análises específicas em quatro amostras do produto final, que determinam os teores de umidade, nitrato de potássio, enxofre, carvão e cinzas. O intuito dessas determinações foi à verificação do balanceamento de massa das composições, comparando-se os resultados com aqueles descritos na Norma do Exército Brasileiro - NEB/T E-269 - Pólvora negra: Especificações e verificando-se a importância de cada teor para obtenção de uma pólvora negra com composição adequada para sua finalidade. Os resultados foram positivos, uma vez que a margem de erro para esse processo de produção que é totalmente artesanal é de 10%. As variações foram muito pequenas, na determinação de enxofre da amostra de Pólvora Negra 04, houve uma variação de 2,98 %, que foi a maior. E nessa mesma amostra também se verificou a menor variação na determinação de cinzas, 0,3 %. Entretanto, há uma escassez de trabalhos científicos e literaturas que abordam esse assunto, já que a própria origem da pólvora negra é incerta e sua produção conta com métodos heurísticos. Daí a importância de se realizar análises deste tipo.

Palavras-chave: Análises específicas. Avaliação. Pólvora negra.

ABSTRACT

In this work a study is carried out on black powder for pyrotechnic purposes. Topics related to black powder from its origin, characteristics, pyrotechnic industry, production, to its other applications are discussed. Specific analyzes were performed on four samples of the final product, which determine moisture, potassium nitrate, sulfur, coal and ash contents. The purpose of these determinations was to verify the mass balance of the compositions, comparing the results with those described in the Brazilian Army Standard - NEB / T E-269 - Black powder: Specifications and verifying the importance of each content for obtaining of a black powder with composition suitable for its purpose. The results were positive, since the margin of error for this production process that is totally handmade is 10%. The variations were very small, in the determination of sulfur of the sample of Black Powder 04, there was a variation of 2.98%, which was the greater one. In this same sample, the lowest variation in ash determination was observed, 0.3%. However, a shortage of scientific works and literature dealing with this subject, since the very origin of black gunpowder is uncertain and its production relies on heuristic methods. Hence the importance of performing such analyzes.

Keywords: Specific analysis. Evaluation. Black gunpowder.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

APL - Arranjo Produtivo Local

CTP - Centro Tecnológico em Pirotecnia

DCT - Departamento de Ciência e Tecnologia

D Log - Departamento Logístico

EPC - Equipamento de Proteção Coletiva

EPI - Equipamento de Proteção Individual

FEAM - Fundação Estadual do Meio Ambiente

Fc - Fator de Correção

IEF - Instituto Estadual de Florestas

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

IGAM - Instituto Mineiro de Gestão das Águas

LQP - Laboratório de Qualidade em Pirotécnicos

NEB/T E-269 - Norma do Exército Brasileiro - Pólvora negra: Especificações

NEB/T M-251 - Norma do Exército Brasileiro - Avaliação Técnica de Fogos de Artifício, Pirotécnicos, Artíficos Pirotécnicos e Artefatos Similares: Métodos de Ensaio

NR 19 - Norma Regulamentadora do Ministério do Trabalho - Explosivos

OJN - Oscar José do Nascimento

ONU - Organização das Nações Unidas

PTE - Procedimento Técnico de Ensaio

REG/T01 - Regulamento Técnico de Embalagens de Produtos da Classe 1 – Explosivo

REG/T 02 - Regulamento Técnico 02 - Fogos de Artifício, Pirotécnicos, Artíficios Pirotécnicos e Artefatos Similares

R-105 - Regulamento para Fiscalização de Produtos Controlados

SENAI - Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial

SINDIEMG - Sindicato Explosivo das Indústrias de Minas Gerais

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Maquete da reconstituição do sistema de pilões usados no fabrico da pólvora.....	18
Figura 2 - Apresentação da equipe brasileira (Foto: Romeo Ranoco/Reuters).....	22
Figura 3 - Rótulo de Risco e Rótulo de Segurança	23
Figura 4 - Matérias-primas de pólvora negra tipo A: Nitrato de potássio, enxofre super ventilado e Carvão vegetal	23
Figura 5 - Granulometrias diferentes de pólvora negra.....	24
Figura 6 - Tambor de Mistura Binária (nitrato de potássio e carvão)	27
Figura 7 - Galga.....	28
Figura 8 - Prensa hidráulica.....	28
Figura 9 - “Queijo” prensado.....	29
Figura 10 – Bancada para trituração do “Queijo”	29
Figura 11 - Estaleiro revestido de borracha para secagem	30
Figura 12: Peneira usada na separação de grãos.....	31
Figura 13 - Amostras de pólvora negra seca	35
Figura 14 - Amostra de pólvora negra depois de filtrada e seca	37
Figura 15 - Amostra de pólvora negra depois de lavada com dissulfeto de carbono e com álcool etílico através de filtração a vácuo.....	38
Figura 16 - Amostra de pólvora negra depois de calcinada	40
Figura 17 - Gráfico da Comparação dos teores de nitrato de potássio, umidade, enxofre, carvão e cinzas encontrados em quatro amostras distintas com padrão ideal (Brasil,1992)....	49

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resultados de umidade e fator de correção (Fc)	41
Tabela 2 - Resultados do teor de nitrato de potássio	42
Tabela 3 - Resultados do teor de enxofre	43
Tabela 4 - Resultados do teor de carvão	44
Tabela 5 - Resultados do teor de cinzas	45

“Mas Ele me disse: “Basta-te minha graça, porque é na fraqueza que se revela totalmente a minha força”. Portanto, prefiro gloriar-me das minhas fraquezas, para que habite em mim a força de Cristo. Eis por que sinto alegria nas fraquezas, nas afrontas, nas necessidades, nas perseguições, no profundo desgosto sofrido por amor de Cristo. Porque quando me sinto fraco, então é que sou forte”.

(2 Coríntios, 12:9-10)

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	13
2. OBJETIVOS	14
2.1. Objetivo Geral	14
2.1.1. Objetivos Específicos.....	14
3. JUSTIFICATIVA.....	15
4. REFERENCIAL TEÓRICO	16
4.1. História da Pólvora Negra	16
4.2. A Indústria Pirotécnica.....	19
4.3. Características da Pólvora Negra	23
4.4. Produção de Pólvora Negra para fins Pirotécnicos.....	25
4.5. Aplicações da Pólvora Negra.....	32
5. METODOLOGIA	33
5.1. Reagentes, vidrarias e equipamentos:	33
5.2. Equipamento de Proteção Coletiva (EPC):.....	34
5.3. Equipamento de Proteção Individual (EPI):	34
5.4. Procedimentos.....	34
5.4.1. Preparo de Solução	35
5.4.2. Teor de Umidade	35
5.4.3. Teor de Nitrato de Potássio	36
5.4.4. Teor de Enxofre	38
5.4.5. Teor de Carvão	39
5.4.6. Teor de Cinzas	39
6. RESULTADOS E DISCUSSÕES	41

6.1. Umidade:	41
6.2. Teor de nitrato de potássio:	42
6.3. Teor de enxofre:	43
6.4. Teor de carvão:	44
6.5. Teor de cinzas:	44
6.6. Comparação dos resultados	45
7. CONSIDERAÇÕES FINAIS	50
REFERÊNCIAS	51

1. INTRODUÇÃO

Este trabalho irá abordar a produção de pólvora negra e a análise do produto acabado. A pólvora negra é composta basicamente de três matérias-primas: carvão vegetal, nitrato de potássio e enxofre. O carvão vegetal tem sua qualidade determinada através de suas propriedades físicas e químicas, como por exemplo, densidade, poder calorífico superior, resistência mecânica, umidade e composição química (carbono fixo, cinzas e materiais voláteis) (OLIVEIRA, A. C. et al., 2010). Já o nitrato de potássio é um salitre que pode explodir ou inflamar em contato com substâncias combustíveis. (JARAGUÁ AGRÍCOLA, 2009). E o enxofre, que de preferência deve ser o super ventilado, é um sólido combustível que quando aquecido emite fumos altamente tóxicos de dióxido de enxofre (SO_2) e sua poeira pode formar misturas explosivas com o ar. (ANTARES QUÍMICA, 2010).

O referencial teórico apresentará alguns assuntos relacionados à pólvora negra, não somente à produção para fins pirotécnicos que é um processo artesanal, mas também a história desde sua origem, embora seja uma data incerta, a indústria pirotécnica apresentando os polos a nível internacional e nacional, as características, como, por exemplo, seu nível de periculosidade, e as aplicações em um contexto geral.

Com o intuito de avaliar a produção da pólvora negra, a metodologia irá relacionar alguns parâmetros analisados em quatro amostras de pólvora negra, produzidas em uma indústria pirotécnica de Santo Antônio do Monte (MG) em anos diferentes, mais precisamente em 2014, 2015, 2016 e 2017. Esses parâmetros são teores de umidade, nitrato de potássio, enxofre, carvão e cinzas.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Esse trabalho de conclusão de curso tem como objetivo geral avaliar o processo de produção da pólvora negra em uma indústria pirotécnica de Santo Antônio do Monte (MG) através de análises específicas.

2.1.1. Objetivos Específicos

- Realizar revisão bibliográfica sobre sua história, indústria pirotécnica, características, produção e aplicações.
- Relacionar os parâmetros dos teores de umidade, nitrato de potássio, enxofre, carvão e cinzas à qualidade da pólvora negra para fins pirotécnicos.
- Verificar se os parâmetros citados anteriormente estão de acordo com normas preconizadas pelo Ministério da Defesa (Exército Brasileiro).

3. JUSTIFICATIVA

O uso da pólvora negra em fogos de artifício é fundamental para o funcionamento de vários produtos. Ela é usada principalmente como carga de projeção/propulsão que consiste em uma composição pirotécnica, destinada à projeção de bombas aéreas ou dispositivos similares, como tubos de lançamento, e/ou propulsão de rojões. (BRASIL, 2003).

Por ser uma das principais matérias-primas dos fogos de artifício, várias empresas fabricam sua própria pólvora negra e outras terceirizam esse produto. Visando a otimização dessa produção, este trabalho busca uma melhoria através da quantificação das composições utilizadas na pólvora negra. Isso se justifica devido ao fato de que diferentes proporções de matérias-primas levam a produtos de diferentes qualidades.

O nitrato de potássio (salitre), carvão e enxofre são as matérias-primas utilizadas na produção da pólvora negra. (BORCA, 2004). A fim de se adequar as proporções desses componentes já existentes na literatura e também provenientes de métodos heurísticos, se propõe neste estudo a realização de análises específicas. Pois através dos teores encontrados pode-se analisar a quantidade de cada composto necessário para se produzir uma pólvora negra. E analisando essas quantidades pode-se adequar o uso dessa matéria-prima a qualquer qualidade de pólvora negra.

Enfim, se produzida uma pólvora negra com a composição química adequada e de maior qualidade a quantidade utilizada nos fogos de artifício será menor e se a quantidade é menor os gastos também diminuirão conseqüentemente.

4. REFERENCIAL TEÓRICO

O referencial teórico aborda assuntos relacionados à pólvora negra, desde sua origem, indústria pirotécnica, características, produção para fins pirotécnicos e aplicações que vão além de pirotecnia.

4.1. História da Pólvora Negra

A pólvora negra usada como explosivo e propelente é composta de três ingredientes, nitrato de potássio (salitre), o enxofre e o carvão. É um dos explosivos mais antigos, segundo Borca (2004) devido ao aparecimento de canhões que usavam a pólvora (chamada de pó preto) por ser uma fórmula quase perfeita e produzida com produtos baratos. Seu uso remete ao início dos trovões artificiais, onde foram descobertas as condições necessárias para detonar a pólvora. O pó inicialmente queimava em um espaço fechado que produzia lentamente um gás de alta temperatura que não podia escapar. Isso aumentava a pressão interna fazendo com que a pólvora queimasse mais rapidamente, aumentando a pressão até que o recipiente não suportasse mais e explodisse. Esta série de eventos ocorria tão rapidamente que pareciam simultâneos.

A primeira referência literária sobre explosivos foi feita por Marcus Graecus (Mark grego), por volta do ano 700 d. C., em seu livro "Liber Ignium et Comburendos Hostes". O trabalho de Graecus Marcus é uma compilação de conhecimento do tempo, de modo que podemos deduzir que o pó era bem conhecido então. Neste trabalho citam-se várias formas de produção de detonações, a sua utilização como uma defesa contra o inimigo, bem como outros compostos para a produção de foguetes ou trovoadas. (BORCA, 2004, p. 61 - 62, tradução nossa).

Embora não se tenham provas concretas é bem provável que a pólvora negra tenha sido usada na Índia e China antes do século VIII. “Em um tempo foi chamada de "neve chinesa" e seu conhecimento pode ter sido trazido para o Oriente pelos mongóis.” (BORCA, 2004, p. 62, tradução nossa). “Os mongóis, alguns anos depois, capturaram munição chinesa e, em seguida, invadiram a Europa por volta de 1233”. (DE VASCONCELOS; DA SILVA; DE ALMEIDA, 2010)

Ao longo dos séculos se teve pouco efeito sobre a composição do pó, mas continuou a basear-se nos mesmos elementos: nitrato de potássio (salitre), carvão e enxofre. Em meados de 1240, Roger Bacon, um professor com uma variedade de conhecimentos, segundo Valença (2001) foi o autor da obra *Opus Majus* que teve grande importância na Idade Média. Obra em

que Bacon escreveu sobre o nitrato de potássio (salitre), composto de misturas explosivas e incendiárias.

A Bacon é atribuído o tratado Sobre a Nulidade da Magia, no qual descreve algumas composições explosivas e incendiárias à base de pedra de tagus (salitre), carvão de madeira e enxofre, assim como uma mistura na qual as mesmas substâncias participam, respectivamente, nas proporções 6:5:5. Esta última fórmula é, indiscutivelmente, de uma pólvora negra, embora de tipo inadequado para aplicação como propelente e não difere muito de certas composições ainda hoje empregadas em pirotecnia.

Devido a esses seus trabalhos e incessantes estudos a respeito dos empregos das misturas explosivas, formuladas a partir do salitre, do carvão e do enxofre, Bacon foi proclamado como inventor da pólvora na Europa. Isso levantou muitas controvérsias, principalmente devido à falta de comunicação e de trocas de informações entre os pesquisadores de então. Por isso, muitos são considerados, além de Roger Bacon, como pais da pólvora negra, tais como o Frade Constantino Auclitzen, ou o mestre-armeiro Abraham de Memmingen, ou mesmo o Frade e alquimista Berthold Schwartz, a quem também se atribui a descoberta do canhão. (VALENÇA, 2001, p. 44).

Na França o químico Cláudio Luís Berthollet foi encarregado em 1780 de dirigir a fabricação da pólvora necessária ao abastecimento das frentes de combate e recomendou substituir o nitrato de potássio pelo clorato em certas pólvoras, inventando assim as pólvoras cloratadas. (VALENÇA, 2001).

No século XIV, a pólvora negra começou a ser usada para fins militares no Ocidente, mas foi só no século XVI que teve a sua importância real (PIVA, FILGUEIRAS, 2008). Segundo De Vasconcelos, Da Silva e De Almeida, (2010) artesãos militares qualificados produziam pólvora não só para fins militares, mas também para fogos de artifício.

Em pirotecnia, por volta de 1860 era usada em vários produtos como no pavio, na carga dispersora e na mistura de compostos químicos que têm o efeito de cada peça. (BORCA, 2004).

Na China assim como na Europa, o uso da pólvora em canhões e armas de fogo foi atrasado pela dificuldade em se obter tubos de metal suficientemente resistentes que pudessem conter a explosão. Este problema pode ter criado o falso mito de que os chineses usaram a descoberta somente para a manufatura de fogos de artifício.

A produção de pólvora nas Ilhas Britânicas parece ter-se iniciado em meados do século XIII. Registros mostram que a pólvora estava sendo feita, na Inglaterra em 1346, nas Torres de Londres, que eram casas que armazenavam a pólvora em pó. (DE VASCONCELOS, DA SILVA, DE ALMEIDA, 2010, p. 4).

A *Explosives Trades Limited* foi a empresa que surgiu da junção da maioria dos fabricantes britânicos de pólvora após o final da Primeira Guerra Mundial. Esta empresa algum tempo depois passou a *Nobel Industries Limited*, mas ainda houve várias mudanças de nomes até que em 1932 o prédio foi demolido por um incêndio. Já a *Royal Gunpowder Factory* foi atingida em 1941 por uma mina lançada por aviões germânicos e isso gerou o

fechamento e a demolição da empresa no final da Segunda Guerra Mundial. Com isso o Reino Unido ficou com somente uma fábrica de pólvora, a *ICI Nobel da Ardeer*, na Escócia, que em outubro de 1976 encerrou suas atividades (DE VASCONCELOS, DA SILVA, DE ALMEIDA, 2010).

Já no final de 1970 a pólvora era comprada no leste europeu, em especial da Alemanha Oriental e da Iugoslávia. Com o surgimento de outros compostos, se produzia uma variedade de pólvoras a partir de compostos nitrogenados resultando no aumento da eficácia da explosão e armazenamento. (DE VASCONCELOS, DA SILVA, DE ALMEIDA, 2010).

O Brasil teve sua primeira fábrica em alta escala sob a direção do Brigadeiro Carlos Antônio Napion e foi fundada junto à Lagoa Rodrigo de Freitas por decreto do Príncipe D. João de 1808. Seu funcionamento se manteve até 1826 após ser transferida para a Vila Inhomirim, na Raiz da Serra (PIVA, FILGUEIRAS, 2008).

Encontra-se no Jardim Botânico do Rio de Janeiro o portão aparatoso e o “Museu da Pólvora”, onde existem maquetes do conjunto de pilões e mós usados na moagem e compactação dos componentes e da própria pólvora como mostra a FIG. 1 (PIVA, FILGUEIRAS, 2008).

Figura 1 - Maquete da reconstituição do sistema de pilões usados no fabrico da pólvora



Fonte: PIVA, FILGUEIRAS, 2008, p. 1.

É impossível se chegar a uma conclusão do inventor da pólvora negra, ela pode ter surgido em vários lugares ao mesmo tempo. O que se sabe é que ela vem sendo aperfeiçoada até os dias de hoje.

4.2. A Indústria Pirotécnica

Desde sua origem a pólvora negra é utilizada em pirotecnia e hoje em dia o maior polo do mundo nessa área é a República Popular da China, comumente chamada de China, um país populoso e o maior da Ásia Ocidental. Os chineses são os maiores produtores de fogos de artifício do mundo e produzem seus produtos minuciosamente buscando maior qualidade de efeitos. Devido a uma vasta gama de produtos e evidentemente por serem os maiores produtores mundiais, a China também é consequentemente quem mais distribui produtos pirotécnicos. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)¹.

Segundo o APL - Arranjo Produtivo Local, as cidades mineiras de Japaraíba, Lagoa da Prata, Pedra do Indaiá, Itapeçerica, Moema e Neolândia são produtores regionais de fogos de artifícios (SINDIEMG - Sindicato Explosivo das Indústrias De Minas Gerais, 2013). E Santo Antônio do Monte fica com o segundo lugar do *ranking* mundial e em primeiro lugar a nível nacional. Pequena cidade do Centro-Oeste de Minas Gerais que segundo o IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (2016), conta com uma população estimada em 27.938 habitantes.

A história da pirotecnia está intimamente ligada à história da região. Ela tem início com o povoamento da área onde se encontra, hoje, o município de Santo Antônio do Monte. Habitantes locais registraram que, por volta de 1859, os irmãos Joaquim Silva e Luiz Mezencio Silva (Luiz Macota) fabricavam, de forma artesanal, fogos e pólvora dentro de casa. Eles vendiam os produtos, transportando-os em carros-de-boi e carroças.

A primeira indústria legalmente organizada, a Fogos Record, surgiu muito depois, em 1945, impulsionando o comércio de fogos e a geração de empregos na região. Em 1963, a Fogos Caramuru chega a Santo Antônio do Monte, onde se encontra até hoje, transferida de Jacareí (SP). É dela o mérito da modernização dos processos de fabricação, em função da adoção de novas tecnologias. Em 1972, um outro fato marca a trajetória do setor: a fusão de 20 empresas e a constituição da Inbrasfogos Ltda., ainda hoje a maior empresa local. (SINDIEMG - Sindicato Explosivo Das Indústrias De Minas Gerais, 2013).

Santo Antônio de Jesus - BA é considerado o segundo polo nacional de fogos de artifício e infelizmente isso veio à tona devido a um acidente. Segundo Tomasoni (2015) em

¹ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

uma manhã do dia 11 de dezembro de 1998 houve uma explosão de uma fábrica de fogos de artifício. O número de mortos chegou a sessenta e quatro vítimas, incluindo adultos e crianças, a grande maioria eram mulheres.

Nessa cidade se vive uma espécie de coronelismo. Devido a essa prática as atividades pirotécnicas não são legalizadas como deveriam.

A tragédia descortinou um mundo de trabalho oculto ou mesmo invisível para muitos na cidade. Tal acontecimento, ao desnudar um cenário clandestino, deflagrou a realidade camuflada da indústria pirotécnica no território e mostrou a fronteira tênue entre a legalidade, a clandestinidade e a informalidade na produção de fogos de artifício no município. (TOMASONI, 2015, p. 1).

As indústrias pirotécnicas contam com algumas regulamentações que devem ser seguidas.

Abaixo algumas delas:

- Regulamento para Fiscalização de Produtos Controlados (R-105): onde são estabelecidas normas necessárias para fiscalização adequada de produtos que o exército controla. A fabricação, manuseio, exportação, importação, instalação, armazenagem, transporte são algumas das atividades relacionadas.
- Norma Regulamentadora do Ministério do Trabalho (NR 19 - Explosivos): rege a segurança ocupacional do processo de produção.
- Portaria N° 08 - D Log, de 29 de outubro de 2008: regulamenta a fabricação, importação, transporte, armazenamento e principalmente a avaliação técnica na fiscalização de produtos controlados pelo exército.
- Regulamento Técnico de Embalagens de Produtos da Classe 1 - Explosivo (REG/T01): regulamenta condições que devem ser cumpridas para que haja padronização de embalagens para produtos de classe 1- Explosivos.
- Regulamento Técnico 02 (REG/T 02): Institui as exigências de requisitos e condições referentes à identificação, montagem, funcionamento, constituição.
- Portaria N° 055 - DCT, de 27 de novembro de 2007: revoga o REG/T 02.
- Norma do Exército Brasileiro (NEB/T M-251 - Avaliação Técnica de Fogos de Artifício, Pirotécnicos, Artifícios Pirotécnicos e Artefatos Similares: Métodos de Ensaio): preceitua o método de avaliação técnica.

Assim também como toda indústria a pirotécnica não é diferente e deve seguir exigências ambientais.

A FEAM - Fundação Estadual do Meio Ambiente é o órgão que estabelece as exigências cabíveis a esse tipo de segmento.

O IGAM - Instituto Mineiro de Gestão das Águas é que controla o uso da água utilizada na indústria.

E o IEF - Instituto Estadual de Florestas rege os segmentos que utilizam a madeira, no caso da indústria pirotécnica, o carvão.

Os fogos de artifícios são classificados de acordo com a quantidade de pólvora branca na carga de abertura quando aplicável. De acordo com o R-105 as classes são A, B, C, D. A pólvora branca é um alto explosivo com velocidade de queima de 1.500 m/s e além de ser sensível a chama e faísca é também sensível ao atrito e impacto. Não pode ser transportada e nem estocada devido sua alta periculosidade, a quantidade produzida no dia deve ser somente o necessário para atender determinados setores. Ela tem o intuito de promover estampidos em fogos que são de efeito sonoro (tiro) ou é usada como carga de abertura e/ou *Flash Powder*, que são utilizados em bombas aéreas, com finalidade de espalharem e/ou iniciarem queima em suas baladas. É composta de aproximadamente 75 % de perclorato de potássio, 15 % de alumínio e 10 % de enxofre. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)².

Quanto ao risco, deve-se levar em consideração a quantidade de pólvora negra usada nas cargas de projeção e propulsão e a montagem, se em conjunto ou individual. (BRASIL, 2000, Cap. I).

Nos últimos anos houve um crescimento e a indústria pirotécnica teve um grande desenvolvimento. A região do Centro-Oeste Mineiro conta com setenta e seis empresas de acordo com SINDIEMG (2013). Foi justamente a existência dessa aglomeração produtiva e a necessidade tecnológica do setor pirotécnico nacional, que motivaram a implantação de um laboratório de ensaios físicos e análises químicas em artigos pirotécnicos, destinado a propiciar apoio tecnológico e controle de qualidade em produtos regulamentados pelo Exército Brasileiro, ação de suma importância no contexto das ações públicas e privadas voltadas para segurança do trabalhador e dos usuários de fogos.

² DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

O LQP - Laboratório de Qualidade em Pirotécnicos faz parte da estrutura organizacional do SENAI - Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial / CTP OJN - Centro Tecnológico em Pirotecnia "Oscar José do Nascimento" desde a sua fundação, em 16 de maio de 2006, na cidade de Santo Antônio do Monte (MG). Foi o primeiro e continua sendo o único Organismo Civil Avaliador da América Latina certificado pelo Exército Brasileiro para realizar avaliações técnicas em fogos de artifício.

Uma curiosidade sobre a indústria pirotécnica é a realização de festivais onde são expostos os produtos das fábricas. Afinal, a pirotecnia nada mais é que a arte técnica de lidar com o fogo.

A Competição Piromusical Internacional das Filipinas, as 'Piro-Olimpíadas', é um tipo desses festivais. Nessa competição são feitos *shows* pirotécnicos acompanhados de um fundo musical, tudo ocorrendo em sintonia. Alguns países participantes da sexta edição que aconteceu em 2015 foram, Itália, China, México, Canadá, Portugal e Brasil (FIG. 2). Neste ano a campeã foi à Holanda. (G1, 2015).

Figura 2 - Apresentação da equipe brasileira (Foto: Romeo Ranoco/Reuters).



Fonte: G1, 2015.

4.3. Características da Pólvora Negra

Na indústria pirotécnica a pólvora negra é essencial, mais esse é um nome genérico utilizado para a mistura de carvão, enxofre e nitrato de potássio (ou nitrato de sódio). É um baixo explosivo classificado segundo a ONU - Organização das Nações Unidas sob o número: 0027 com Classe de Risco: 1.1D. (BRASIL 2004). Pode-se observar na FIG. 3 os rótulos utilizados para o transporte da mesma.

Figura 3 - Rótulo de Risco e Rótulo de Segurança



Fonte: Elaborado pela autora segundo ABNT NBR 7500. (2017)

Existem dois tipos de pólvora negra, o tipo A (FIG. 4), que contém nitrato de potássio e o tipo B, que contém nitrato de sódio. Os dois tipos têm como seus outros componentes o enxofre e carvão. A diferença é que o tipo A onde se utiliza o nitrato de potássio apresenta queima mais rápida e mais forte e é menos higroscópico que a pólvora tipo B, onde se utiliza o nitrato de sódio. (PONT, D., 1973, p. 41, tradução nossa).

Figura 4 - Matérias-primas de pólvora negra tipo A: Nitrato de potássio, enxofre super ventilado e Carvão vegetal



Fonte: SENAI, 2017.

Referente às propriedades da pólvora negra de tipo A, que é a pólvora negra de uso pirotécnico, pode-se citar que ela é sensível à faísca e calor e sua ignição é a partir dos 300 ° C, embora não seja adequada sua exposição durante um longo período de tempo a temperaturas superiores a 100 ° C, ou seja, sua ignição pode ser acionada com qualquer faísca ou chama e suporta mais impacto e atrito. A velocidade de queima da pólvora negra é de 400 m/s. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)³. A explosão dessa pólvora negra depende da pressão e de estar compactada. Ela liberta grande quantidade de gases e fumaça. (BORCA, 2004, p. 42, tradução nossa).

A granulação é muito importante, pois a taxa de queima da pólvora negra é determinada pelo tamanho dos grãos (FIG. 5), sendo que os menores e mais finos são mais rápidos e os maiores mais lentos. (PONT, D., 1973, p. 40, tradução nossa).

Figura 5 - Granulometrias diferentes de pólvora negra



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

A velocidade de queima também deve ser observada, pois alguns produtos exigem velocidade mais baixa e outros mais alta, por exemplo, quando se utiliza a pólvora negra como carga de propulsão (exemplo: cabo de rojão) a velocidade de queima da pólvora deve

³ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

ser mais lenta e já quanto utilizada como carga de projeção (exemplo: foguetes) a velocidade de queima da pólvora deve ser mais rápida. Essa diferença de velocidade de queima pode ser controlada através do aumento de combustível (carvão) e diminuição do oxidante (nitrato de potássio) e ou vice-versa, que consiste no aumento de oxidante e na diminuição de combustível (somente o carvão). (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)⁴.

Como em todo processo às vezes é necessário dar fim ao produto, seja qual for o motivo, essa destruição deve ser adequada, principalmente quando se trata de um produto perigoso como a pólvora negra. A pólvora negra pode ser destruída, colocando-a em água. Isto pode ser feito cavando-se um buraco no solo poroso, colocando-a em seu interior e assim haverá a dissolução e arrastamento de nitrato de potássio. Mas os materiais que absorveram esse nitrato de potássio se tornam altamente inflamáveis e podem tornar-se explosivos. Sendo assim o resíduo deve ser coberto com terra. (PONT, D., 1973, p. 42, tradução nossa).

4.4. Produção de Pólvora Negra para fins Pirotécnicos

A produção de pólvora negra para fins pirotécnicos é feita em pavilhões comumente chamados de barracões. Estes são adaptados com varandas onde são dispostos os equipamentos que utilizam energia elétrica.

A pólvora negra é um produto controlado pelo Exército. “Art. 110. Os produtos controlados pelo Exército, produzidos pelas fábricas registradas, devem satisfazer às especificações adotadas ou recomendadas pelo Exército ou por outra Força Armada, quando do seu interesse”. (BRASIL, 2000a, Cap. I). A produção exige cuidados, “o fabricante deve garantir a qualidade da pólvora mediante o controle da qualidade das matérias-primas e do produto acabado, em todo o processo de fabricação”. (BRASIL, 1992)

As matérias-primas utilizadas são o nitrato de potássio, carvão e enxofre e como em qualquer produção, quanto maior a pureza dos componentes melhor.

O nitrato de potássio atua como o oxidante da pólvora negra e deve estar presente na mistura com o teor de aproximadamente 75 % em massa. (BRASIL, 1992).

⁴ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

O carvão é combustível e também o responsável pela coloração da pólvora negra. O tipo de carvão utilizado é o vegetal que deve ser proveniente de madeira mais leve por ser mais poroso (madeira proveniente de eucalipto novo). A quantidade adequada é de aproximadamente 15 % em massa. (BRASIL, 1992).

Segundo De Paula (2017), pode se dizer que o enxofre atua como um acelerador (mais não pode ser chamado de catalizador porque se consome) da reação, mas ele também é um combustível. Ele tem a função de fazer com que a reação ocorra mais rapidamente e que a energia gasta para reação seja menor. A adição dessa matéria prima torna a mistura melhor, porém, mais perigosa. E podem ser utilizados o enxofre duplamente ventilado (325 mesh) ou o super ventilado (400 mesh), que é melhor para esse tipo de produção. (Informação verbal)⁵.

A quantidade adequada de enxofre é de aproximadamente 10 % em massa. (BRASIL, 1992).

A produção de pólvora negra é dividida basicamente em oito etapas, em que todo o processo é feito artesanalmente por operários de produção. (DE PAULA, 2017), (Informação verbal)⁶. Estas serão descritas detalhadamente a seguir:

1ª etapa - Moagem do nitrato de potássio e carvão:

Esses componentes são colocados separadamente em tambores específicos para moagem (ou em moinhos de turbina, que são mais sofisticados) e são agitados por aproximadamente 4 horas ou até que sua granulometria chegue a aproximadamente 100 mesh. Em seguida são levados a um tambor de madeira para serem homogeneizados.

2ª etapa - Preparo da mistura binária (nitrato de potássio e carvão):

O nitrato de potássio e carvão são colocados no tambor de madeira (FIG. 6) quase no fim do expediente (aproximadamente às 15h30min da tarde) e são deixados sob agitação até a manhã do dia seguinte. Pela manhã essa mistura binária (nitrato de potássio e carvão) é passada por uma peneira de 100 mesh por medida de segurança e em seguida vai para galga.

A homogeneização ocorre à noite por medidas de segurança, já que a mistura binária é altamente explosiva. Além disso, devido à quantidade de nitrato de potássio ser bem maior do

⁵ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

⁶ Ibidem, 2017.

que a de carvão e para que haja uma completa homogeneização, ou seja, a introdução do nitrato de potássio nos poros do carvão é necessário um tempo maior.

Figura 6 - Tambor de Mistura Binária (nitrato de potássio e carvão)



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

3ª etapa - Adição do enxofre a mistura binária:

Na galga (FIG. 7) é onde ocorre a adição do enxofre a mistura binária. Essa fase de homogeneização necessita de um ligante que é adicionado num teor de 1% para dar a liga ao produto e para facilitar o processo da próxima etapa. Esse ligante é a dextrina que é derivada do amido de milho. Ele é adicionado juntamente com água que umidifica a mistura.

Essa mistura fica na galga durante aproximadamente 4 horas e depois é peneirada com uma peneira de 100 mesh por medida de segurança. Em seguida vai para a prensagem.

Figura 7 - Galga



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

4ª etapa - Prensagem:

A etapa de prensagem é onde ocorre a formação do “queijo” (forma usual para mistura prensada). Ela é levada até uma prensa hidráulica (FIG. 8) que é acionada manualmente.

Figura 8 - Prensa hidráulica



Fonte: Elaborada pela autora, 2017.

Logos após a formação desse “queijo” como mostra a FIG. 9, ele é levado para ser triturado.

Figura 9 - “Queijo” prensado



Fonte: COSTA, 2011.

5ª etapa - Trituração:

Os “queijos” são triturados com martelos de madeira em cima de bancadas adaptadas com peneira para adquirir a primeira separação dos grãos (FIG. 10). Depois a massa triturada vai para processo de secagem.

Figura 10 – Bancada para trituração do “Queijo”



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

6ª etapa - Secagem:

A secagem acontece em terreiros que tem estaleiros revestidos com borracha (FIG. 11). O operário espalha a pólvora negra que está praticamente pronta nesses estaleiros com uma espécie de rodo de madeira para garantir a secagem completa. Ali a pólvora negra permanece durante 3 horas aproximadamente. Em seguida vai para a retirada das arestas.

Figura 11 - Estaleiro revestido de borracha para secagem



Fonte: COSTA, 2011.

7ª etapa - Retirada das arestas:

As arestas contidas nos grãos são retiradas em tambores de madeira. Esse processo é efetuado por segurança e para garantir a qualidade do efeito desejado em cada produto.

8ª etapa - Separação:

A última etapa da produção de pólvora negra é a separação dos “cabeçudos” (grãos bem grandes), do pó e dos grãos através de peneiramento. Os grãos são peneirados com peneiras, como demonstra a FIG. 12 e são separados de acordo com as granulometrias necessárias em cada setor de produção dos fogos de artifício.

Figura 12: Peneira usada na separação de grãos



Fonte: COSTA, 2011.

A pólvora negra está pronta para seus devidos fins e a granulometria é que determina para qual setor a pólvora negra será destinada. Esse fator é escolhido de acordo com cada fabricante, mas, uma granulometria ideal seria de aproximadamente 100 mesh, pois atenderia vários setores pirotécnicos.

Os “cabeçudos” voltam para a galga para serem reduzidos a pó. Esse pó e o derivado de todo o processo podem ser utilizados nos setores de produção de rojões, onde é adicionado mais carvão para que a carga de propulsão se torne mais lenta. Essa pólvora negra em pó também pode ser utilizada na seção de cores como revestimento de baladas esféricas. Já a pólvora negra, dependendo da granulometria, pode ser utilizada como carga de projeção na produção de foguetes, morteiros, e conjuntos de múltiplos tubos. Os grãos maiores são utilizados em tubos com calibres maiores e os grãos menores em tubos de calibres menores.

Entretanto, há também o armazenamento dessa pólvora negra que pode ser em cargueiros que comportam aproximadamente 20 kg. Estes são utilizados para atenderem a arrematação (onde se adiciona a carga de projeção aos foguetes, morteiros, e conjuntos de múltiplos tubos). Também há a armazenagem da pólvora com a finalidade de estoque, que é feita em depósitos barricados (paióis). Estes devem seguir algumas prescrições do CAPÍTULO VI - ARMAZENAGEM descrito no R-105 (BRASIL, 2000, Cap. I).

4.5. Aplicações da Pólvora Negra

Além do uso em pirotécnica a pólvora negra tem uma série de utilizações muito especiais, tais como fontes de calor, a elevadas temperaturas, pressões e volumes. Ela é utilizada em mineração devido sua ação propulsora, para a obtenção de grandes blocos de pedra, que são usados para o corte de telhas e chapas, peças decorativas de edifícios, ardósias, monumentos de granito e etc. Devido a sua deflagração, o governo federal e vários estados aprovaram leis que restringem o uso em minas de carvão subterrâneas: Pessoas que utilizam a pólvora negra em minas subterrâneas devem estar familiarizados com todas as leis federais e estaduais aplicáveis. (PONT, D., 1973, p. 39, tradução nossa).

É usada ainda para fins bélicos como, carga em estopilhas de artilharia, cargas propelentes de foguetes sinalizadores, carga de separação para granadas com ejeção pela base, carga de iniciação para iluminativos, carga simuladora para exercício de tiro ao alvo, carga iniciadora de detonadores e elementos de retardo de espoletas, de iniciação de traçadores, de pastilhas de relés, e de espoletas para granadas de mão de exercício de *squibs*, escorva para cargas de saquitéis, e escorvas e ainda em artifícios pirotécnicos. (BRASIL, 1992).

A pólvora negra ainda pode ser utilizada em armas de caça, fusíveis de segurança, isqueiros, iscas e reforçadores. (PONT, D., 1973, p. 39 - 40, tradução nossa).

Entretanto, é bom ressaltar que a pólvora negra é mais usual em pirotecnia e em materiais bélicos, não sendo muito utilizada em mineração devido à atividade usar mais anfos (detonador a base nitrato de amônio e óleo diesel) e dinamite (detonador a base de nitroglicerina). (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)⁷.

⁷ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

5. METODOLOGIA

As análises do presente trabalho foram realizadas no LQP - Laboratório de qualidade em Pirotécnicos que faz parte da estrutura organizacional do SENAI - Santo Antônio do Monte Centro Tecnológico em Pirotecnia Oscar José do Nascimento. Os experimentos foram realizados em duplicata com quatro amostras distintas de pólvora negra, produzidas por uma mesma indústria pirotécnica em anos diferentes, 2014, 2015, 2016 e 2017.

Para tais análises foram utilizados os seguintes materiais:

5.1. Reagentes, vidrarias e equipamentos:

- Estufa (Nova Ética, modelo: A02/03N);
- Alonga de Borracha;
- Macropipetador;
- Pipetas;
- Picetas;
- Kitassato;
- Vidros de Relógio;
- Dessecador;
- Béqueres;
- Balança analítica (Shimadzu, modelo: AY220);
- Chapa Aquecedora Digital Microprocessadora (LICiT, modelo: CA-300);
- Cadinhos Filtrantes;
- Cadinhos de porcelana;

- Forno Mufla (Quimis, modelo: Q-318M24);
- Pinça tenaz para cadinhos;
- Bomba de vácuo (Marconi, modelo: MA057/1);
- Água destilada;
- Solução Sulfúrica de Difenilamina;
- Dissulfeto de Carbono P.A. (Vetec, 99,9 % de pureza);
- Álcool Etílico P.A. (Vetec, 95 % de pureza);
- Ácido Sulfúrico P.A. (Vetec, 95- 98 % de pureza);
- Pólvora negra.

5.2. Equipamento de Proteção Coletiva (EPC):

- Capela com Exaustão.

5.3. Equipamento de Proteção Individual (EPI):

- Máscara com respirador semi-facial com filtro (3M, CA 4115);
- Óculos de proteção (Danny Fenix, CA 9722);
- Luva térmica (Activarmr,CA 29.715).

5.4. Procedimentos

Os procedimentos técnicos seguidos foram o PTE rev00 - 5.4/129 - Determinações em Pólvora Negra e o PTE rev00 - 5.4/084 - Preparo de Solução Sulfúrica de Difenilamina do LQP - Laboratório de Qualidade em Pirotécnicos. Tais ensaios se baseiam na Norma do Exército Brasileiro - NEB/T E-269 - Pólvora negra: Especificações.

5.4.1. Preparo de Solução

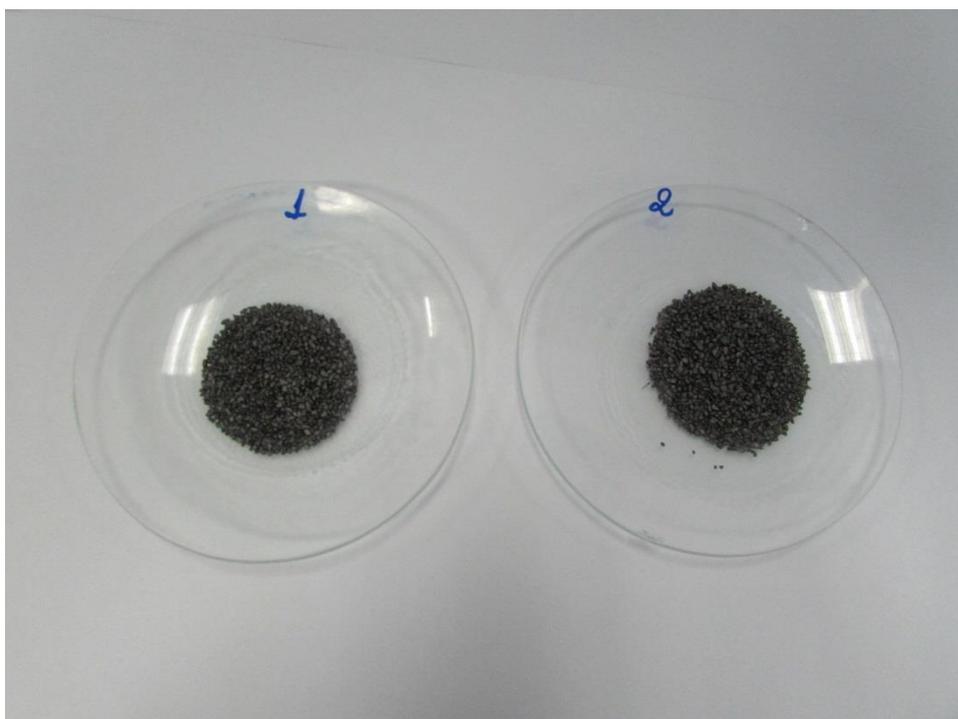
Dissolveu-se 0,5 g do indicador difenilamina em 20 ml de água deionizada e 100 ml de H₂SO₄ concentrado.

5.4.2. Teor de Umidade

Pesou-se e registrou-se aproximadamente 2 g da amostra em vidro de relógio previamente tarado em balança analítica e seco em estufa a 105°C durante 1 hora. Secou-se a amostra em estufa durante 4 h á temperatura de aproximadamente 70° C (FIG. 13).

Logo após 30 minutos deixou-se o vidro de relógio contendo a mostra em um dessecador para resfriar até a temperatura ambiente, pesou-se e registraram-se os resultados.

Figura 13 - Amostras de pólvora negra seca



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

Calculou-se o percentual de umidade através das seguintes equações:

$$\% \text{ Umidade} = \frac{m - (P_f - P_i)}{m} \times 100 \quad (1)$$

$$F_c = \frac{(100 - U)}{100} \quad (2)$$

Onde:

m: massa da amostra, em g.

P_f: peso final do vidro de relógio + resíduo, em g.

P_i: peso inicial do vidro de relógio, em g.

U: umidade, em %.

F_c: fator de correção de umidade.

5.4.3. Teor de Nitrato de Potássio

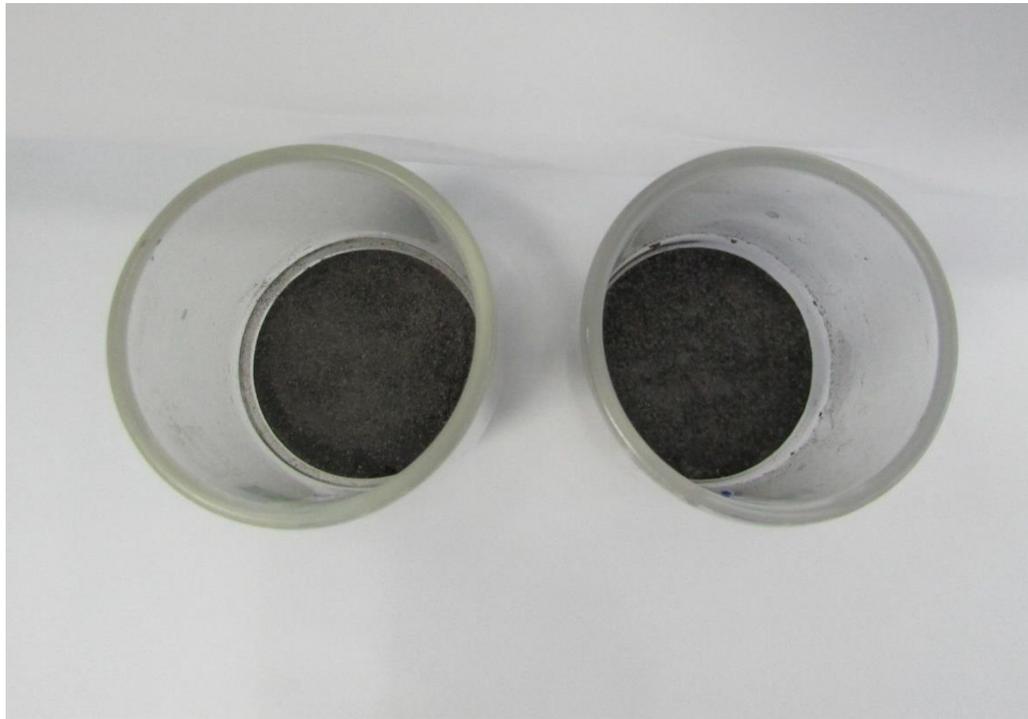
Aqueceu-se aproximadamente 700 ml de água destilada a uma temperatura de 200° C em um Béquer de 1000 ml.

Pesou-se e registrou-se aproximadamente 3 g da amostra em um Béquer de 400 ml e acrescentou-se aproximadamente 100 ml da água destilada aquecida. Em seguida, o Béquer foi colocado na chapa aquecedora a uma temperatura de aproximadamente 200° C até a dissolução completa da amostra.

Após a dissolução filtrou-se o conteúdo do Béquer aos poucos (mantendo a temperatura quente) em um cadinho filtrante previamente tarado em balança analítica e seco em estufa a 105° C durante 1 hora. Lavou-se a amostra com sucessivas porções de água destilada aquecida no mínimo três vezes ou até não haver coloração azul do filtrado quando testado com gotas de solução sulfúrica de difenilamina.

Em seguida o cadinho filtrante foi colocado em estufa e permaneceu durante 4 horas na temperatura de aproximadamente 70° C. E logo após 30 minutos em um dessecador resfriando até a temperatura ambiente, pesou-se e registraram-se os resultados (FIG. 14).

Figura 14 - Amostra de pólvora negra depois de filtrada e seca



Fonte: Elaborada pela autora, 2017.

Calculou-se o percentual de Nitrato de Potássio em relação à pólvora isenta de umidade através da seguinte equação:

$$\% \text{ Nitrato de Potássio} = \frac{(m * Fc) - (P_{f1} - P_i)}{(m * Fc)} \times 100 \quad (3)$$

Onde:

m: massa da amostra, em g.

Fc: fator de correção de umidade.

P_{f1}: peso final: cadinho filtrante com resíduo, em g.

P_i: peso inicial: cadinho filtrante, em g.

5.4.4. Teor de Enxofre

A amostra presente no cadinho filtrante da determinação anterior (Teor de Nitrato de Potássio) foi lavada com 10 ml de dissulfeto de carbono três vezes consecutivas e com mais 10 ml de álcool etílico por meio de sucção com auxílio de bomba a vácuo (FIG. 15).

Secou-se o cadinho filtrante em estufa durante 1 hora á temperatura de aproximadamente 100 °C. E logo após 30 minutos foi deixado em um dessecador resfriando até a temperatura ambiente, pesou-se e registraram-se os resultados.

Figura 15 - Amostra de pólvora negra depois de lavada com dissulfeto de carbono e com álcool etílico através de filtração a vácuo



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

Calculou-se o percentual de Enxofre em relação à pólvora isenta de umidade através da seguinte equação:

$$\% \text{ Enxofre} = \frac{(P_{f1} - P_{f2})}{(m \times Fc)} \times 100 \quad (4)$$

Onde:

P_{f1}: peso final: cadinho filtrante com resíduo (Teor de Nitrato de Potássio), em g.

P_{f2}: peso final: cadinho filtrante com resíduo, em g.

m: massa da amostra (Teor de Nitrato de Potássio), em g.

F_c: fator de correção de umidade.

5.4.5. Teor de Carvão

Calculou-se o percentual de Carvão em relação à pólvora isenta de umidade através da seguinte equação:

$$\% \text{ Carvão} = 100 - (N + S) \quad (5)$$

Onde:

N: teor de Nitrato de Potássio, em %.

S: teor de Enxofre, em %.

5.4.6. Teor de Cinzas

Transferiu-se o conteúdo do cadinho filtrante da determinação anterior (Teor de Enxofre) para um cadinho de porcelana previamente tarado em balança analítica e seco em estufa a 105° C durante 1 hora. Colocou-se no forno mufla a aproximadamente 700° C onde permaneceu durante 1 hora, logo após, o cadinho foi agitado observando se o carbono consumiu-se (queimou-se) por completo e depois foi retornado ao forno mufla onde ficou por mais 1 hora.

Em seguida o cadinho filtrante foi transferido para um dessecador onde permaneceu durante 1 hora para resfriar até a temperatura ambiente. Logo em seguida pesou-se e registraram-se os resultados (FIG. 16).

Figura 16 - Amostra de pólvora negra depois de calcinada



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

Calculou-se o percentual de cinzas em relação à pólvora isenta de umidade através da seguinte equação:

$$\% \text{ Cinzas} = \frac{(P_{f3} - P_i)}{(m \times Fc)} \times 100 \quad (6)$$

Onde:

P_{f3}: peso final: cadinho porcelana com resíduo, em g.

P_i: peso inicial: cadinho porcelana, em g.

m: massa da amostra (Teor de Nitrato de Potássio), em g.

Fc: fator de correção de umidade.

6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir, serão detalhados os resultados para cada um dos parâmetros nas quatro amostras de pólvora negra. Onde os dados para efetivação dos cálculos são uma média dos resultados das análises que foram realizadas todas em duplicata.

6.1. Umidade:

Os cálculos abaixo foram utilizados para avaliar o teor de umidade na amostra de Pólvora Negra 01.

$$\% \text{ Umidade} = \frac{2,0029 - (46,3385 - 44,3484)}{2,0029} \times 100$$

$$\% \text{ Umidade} = 0,64$$

$$F_c = \frac{(100 - 0,64)}{100}$$

$$F_c = 0,9936$$

Estes mesmos cálculos foram feitos para as outras três amostras e os resultados estão presentes na tabela a seguir (TAB. 1):

Tabela 1 - Resultados de umidade e fator de correção (Fc)

	Pólvora Negra 01	Pólvora Negra 02	Pólvora Negra 03	Pólvora Negra 04
Umidade	0,64 %	0,51 %	0,72 %	0,58 %
Fator de Correção (Fc)	0,9936	0,9901	0,9915	0,9904

Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

A umidade deve ser determinada, pois interfere na velocidade de queima da pólvora negra e também pode petrificar a mesma se estiver em alto teor. Quanto mais baixa a

umidade, melhor, no caso o ideal é a tendência a 0 %. Como pode ser verificado pela tabela 1, a umidade das quatro amostras analisadas estava próxima desse valor.

Essa umidade geralmente aumenta quanto é adicionada água juntamente com a dextrina na 3ª etapa de produção da pólvora negra (Adição do enxofre a mistura binária) para dar liga á mistura, mas quando levada à prensa (4ª etapa de produção) a maioria dessa água evapora. O fator de correção da umidade é feito para se minimizar erros nos cálculos das determinações o máximo possível. (DE PAULA, 2017) (Informação Verbal)⁸.

6.2. Teor de nitrato de potássio:

Os cálculos abaixo foram utilizados para avaliar o teor de nitrato de potássio na amostra de Pólvora Negra 01.

$$\% \text{ Nitrato de Potássio} = \frac{(3,0072 * 0,9936) - (50,7293 - 49,9556)}{(3,0072 * 0,9636)} \times 100$$

$$\% \text{ Nitrato de Potássio} = 73,10$$

Estes mesmos cálculos foram feitos para as outras três amostras e os resultados estão presentes na tabela a seguir (TAB. 2):

Tabela 2 - Resultados do teor de nitrato de potássio

	Pólvora Negra 01	Pólvora Negra 02	Pólvora Negra 03	Pólvora Negra 04
Teor de nitrato de potássio	73,10 %	74,07 %	71,25 %	70,74 %

Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

O nitrato de potássio, que é uma das principais matérias-primas da pólvora negra, é determinado com intuito de se verificar o balanceamento de massa da composição. Pois, um alto teor desse oxidante, por exemplo, pode deixar o processo de queima da pólvora lento (o

⁸ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

que é impróprio para fins pirotécnicos) e o custo é desnecessário, já que esse produto é caro. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)⁹.

A análise da tabela 2 permite verificar que os teores de nitrato de potássio nas quatro amostras variaram menos de 10% em relação ao valor estabelecido como padrão (75%).

6.3. Teor de enxofre:

Os cálculos abaixo foram utilizados para avaliar o teor de enxofre na amostra de Pólvora Negra 01.

$$\% \text{ Enxofre} = \frac{(50,7293 - 50,4051) \times 100}{(3,0072 \times 0,9936)}$$

$$\% \text{ Enxofre} = 10,85$$

Estes mesmos cálculos foram feitos para as outras três amostras e os resultados estão presentes na tabela a seguir (TAB. 3):

Tabela 3 - Resultados do teor de enxofre

	Pólvora Negra 01	Pólvora Negra 02	Pólvora Negra 03	Pólvora Negra 04
Teor de enxofre	10,85 %	10,41 %	11,37 %	12,98 %

Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

O enxofre, que é um dos combustíveis (mas que também auxilia na velocidade da reação) utilizado como matéria-prima na produção de pólvora negra é determinado também com intuito de se verificar o balanceamento de massa da composição. Uma vez se a proporção não for a ideal, a velocidade de queima é alterada. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)¹⁰.

Os teores de enxofre nas amostras analisadas variaram menos de 10%, que é o valor estabelecido.

⁹ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

¹⁰ Ibidem, 2017.

6.4. Teor de carvão:

Os cálculos abaixo foram utilizados para avaliar o teor de carvão na amostra de Pólvora Negra 01.

$$\% \text{ Carvão} = 100 - (73,10 + 10,85)$$

$$\% \text{ Carvão} = 16,05$$

Estes mesmos cálculos foram feitos para as outras três amostras e os resultados estão presentes na tabela a seguir (TAB. 4):

Tabela 4 - Resultados do teor de carvão

	Pólvora Negra 01	Pólvora Negra 02	Pólvora Negra 03	Pólvora Negra 04
Teor de carvão	16,05 %	15,52 %	16,42 %	16,28 %

Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

O carvão, também combustível, é determinado para verificação do balanceamento de massa. Esse componente “mascara” os outros devido a sua coloração. Seu alto ou baixo teor altera a velocidade de queima, mas ele é o indicado a se utilizar se caso houver necessidade de excesso, devido ao seu baixo custo. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)¹¹.

Os teores de carvão nas quatro amostras também variaram menos de 10% em relação ao valor preconizado, que é de 15%.

6.5. Teor de cinzas:

Os cálculos abaixo foram utilizados para avaliar o teor de cinzas na amostra de Pólvora Negra 01.

$$\% \text{ Cinzas} = \frac{(43,6146 - 43,5995)}{(3,0072 \times 0,9936)} \times 100$$

¹¹ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

% Cinzas = 0,50

Estes mesmos cálculos foram feitos para as outras três amostras e os resultados estão presentes na tabela a seguir (TAB. 5):

Tabela 5 - Resultados do teor de cinzas

	Pólvora Negra 01	Pólvora Negra 02	Pólvora Negra 03	Pólvora Negra 04
Teor de cinzas	0,50 %	0,48 %	0,47 %	0,30 %

Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

O teor de cinzas é determinado com a finalidade principal de se evitar gastos desnecessários. As cinzas são resultantes da queima dos combustíveis, carvão (se o teor for alto, nesse caso, quer dizer que o carvão pode ter pouca quantidade de carbono para ser consumido) e enxofre e geram fumaça e resíduos. Se este teor for alto indica que a mistura está desbalanceada, sendo assim, o ideal é a tendência a 0%. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)¹². Como fora verificado nas quatro amostras de pólvora negra avaliadas aqui.

6.6. Comparação dos resultados

Os resultados encontrados podem ser considerados bons, uma vez que os parâmetros avaliados variaram dentro de uma margem permitida em relação aos valores estabelecidos. A umidade em todas as quatro amostras analisadas foram de valores que variaram entre 0,51% a 0,72%. Os teores de nitrato de potássio variaram de 70,74% a 73,10%, os teores de enxofre de 10,41 % a 12,8%, os de carvão de 15,52 % a 17,38% e os de cinzas de 0,30% a 0,5%. A maior variação foi na determinação de enxofre da amostra de Pólvora Negra 04, que teve uma diferença de 2,98 % do padrão ideal. E nessa amostra também se verificou a menor variação na determinação de cinzas, que foi de 0,3 %.

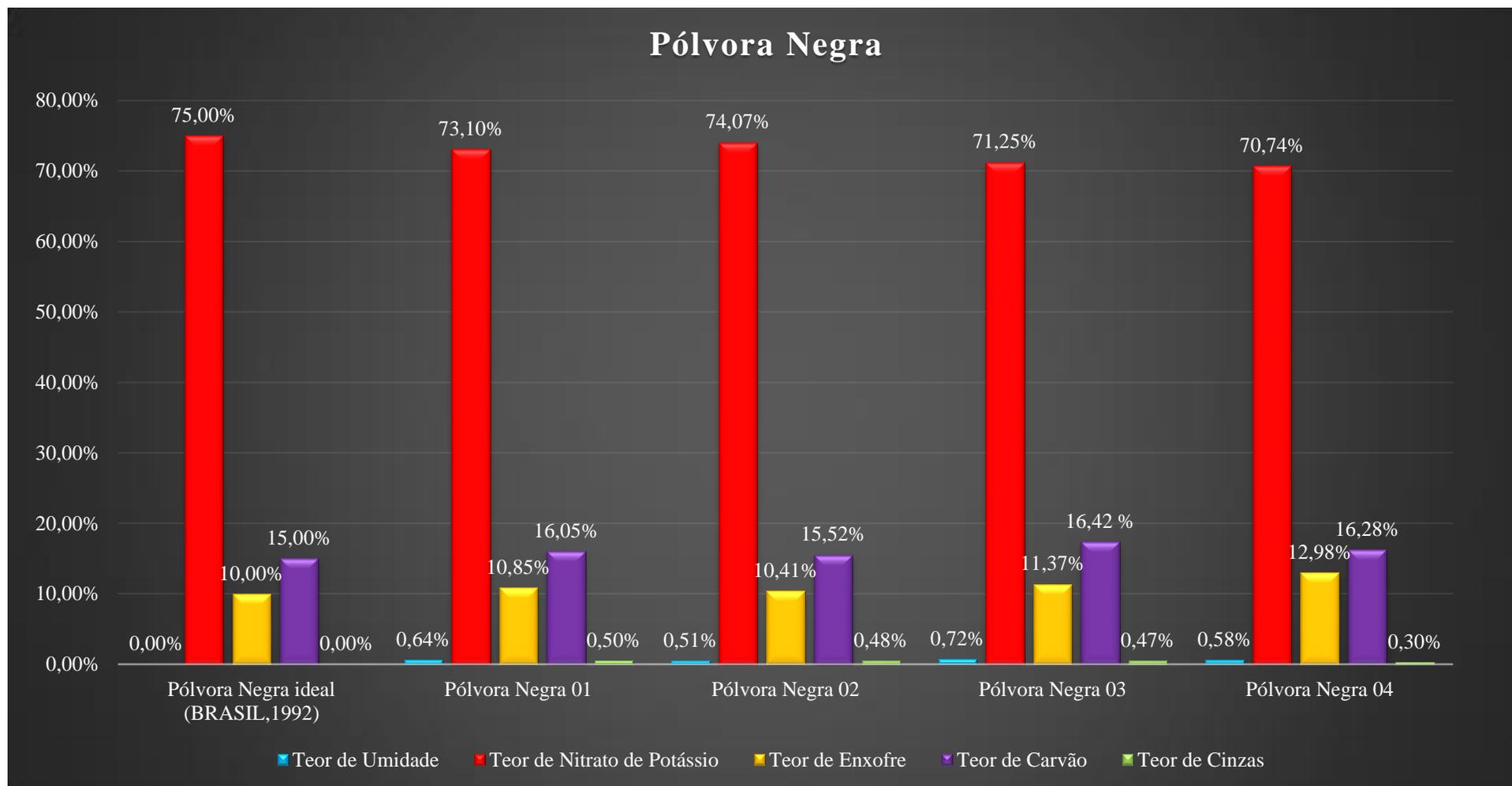
A seguir a FIG. 17 que relaciona os resultados das quatro amostras analisadas neste presente trabalho, a Pólvora Negra 01, Pólvora Negra 02, Pólvora Negra 03 e Pólvora Negra 04. Todas são comparadas a Pólvora Negra Ideal que segue os padrões estabelecidos pela NEB/T E-269 - Pólvora negra: Especificações (1992).

¹² DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

Pode-se observar que os resultados encontram-se aproximadamente dentro do estabelecido, uma vez que os valores podem variar até 10% devido o processo de produção de pólvora negra ser totalmente artesanal. (DE PAULA, 2017) (Informação verbal)¹³.

¹³ DE PAULA, C. E. E., Engenheiro químico com vasta experiência na área da pirotecnia. Atua na área desde 2003 com passagem de quatro anos como responsável técnico em fábrica de fogos de artifício e hoje como Analista de Tecnologia II no SENAI - CTP OJN. Em entrevista, 26 de maio de 2017, Santo Antônio do Monte - MG.

Figura 17 - Gráfico da Comparação dos teores de nitrato de potássio, umidade, enxofre, carvão e cinzas encontrados em quatro amostras distintas com padrão ideal (Brasil,1992).



Fonte: Elaborado pela autora, 2017.

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A queima da pólvora negra é uma reação química de combustão que libera gases, esses gases são necessários para impulsionar projéteis (artefatos pirotécnicos) e para que essa reação aconteça, tem que se verificar o balanceamento de massa dos seus reagentes, a quantidade ideal de oxidante (nitrato de potássio), combustível (carvão e enxofre) e a tendência a 0% dos teores de umidade e cinzas. Quando esse balanceamento está na estequiometria correta a reação se processa rapidamente, o que é ideal para fins pirotécnicos.

Nesse estudo isso foi verificado através de análises específicas que determinaram os teores de umidade, nitrato de potássio, enxofre, carvão e cinzas. Os resultados foram satisfatórios uma vez que todas as amostras apresentaram margens de erros menores que 10 % em relação ao padrão estabelecido pela NEB/T E-269 - Pólvora negra: Especificações (1992). Inclusive foram observadas variações muito pequenas, principalmente nas análises que determinam o teor de umidade e cinzas. As demais determinações, nitrato de potássio, enxofre e carvão também ficaram dentro do padrão estabelecido.

É válido ressaltar a escassez de trabalhos científicos sobre esse tema na literatura e a necessidade de que esse assunto seja mais estudado para que melhorias possam ser aplicadas no processo de produção de pólvora negra tanto para fins pirotécnicos como também para outros fins em que essa mistura explosiva é necessária.

REFERÊNCIAS

ANTARES QUÍMICA. **FISPQ - Ficha de informações de segurança de produto químico.** Zona da mata mineira em Cataguases, 2010. Disponível em: <
<http://antaresquimica.com.br/adm/fispq90.pdf>>. Acesso em: 28 de maio. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7500:** Identificação para o transporte terrestre, manuseio, movimentação e armazenamento de produtos. Rio de Janeiro. 04 de abr. de 2017.

BORCA, L. História de La Pólvora Negra. In: _____. **Enciclopédia de La Pirotécnia.** 1 ed.. Buenos Aires: Cienfuegos, 2004. v. 1. p. 61 - 70.

BORCA, L. Productos químicos. In: _____. **Enciclopédia de La Pirotécnia.** 1 ed.. Buenos Aires: Cienfuegos, 2004. v. 1. p. 41 - 43.

BRASIL. Decreto nº 3.665, de 20 de novembro de 2000. **Regulamento para Fiscalização de Produtos Controlados (R-105).** Brasília, DF, 20 de nov. de 2000.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Departamento Logístico: Portaria N° 08 - D Log, de 29 de outubro de 2008.** Brasília, DF, 2008.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Departamento de Ciência e Tecnologia: Portaria N° 055 - DCT, de 27 de novembro de 2007.** Brasília, DF, 2007.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Regulamento Técnico de Embalagens de Produtos da Classe 1 - Explosivo (REG/T01) aprovado pela portaria de N 043 - SCT, de 7 de agosto de 1998.** Brasília, DF, 1998.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Regulamento Técnico 02 (REG/T 02) aprovado pela portaria de N 046 - SCT, de outubro de 2003.** Brasília, DF, 2003.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Secretaria de Ciência e Tecnologia: Centro tecnológico do Exército: NEB/T M-251 - Avaliação Técnica de Fogos de Artifício, Pirotécnicos, Artifícios Pirotécnicos e Artefatos Similares: Métodos de Ensaio) aprovada pela Portaria nº 056 – SCT, de 23 de dezembro de 2003.** Brasília, DF, 2003.

BRASIL, Ministério da Defesa: Exército Brasileiro. **Secretaria de Ciência e Tecnologia: Centro tecnológico do Exército: NEB/T E-269 - Pólvora negra: Especificações aprovada em 21 de dezembro de 1992.** Brasília, DF, 1992.

BRASIL, Ministério do Trabalho. **Norma Regulamentadora do Ministério do Trabalho (NR 19 - Explosivos).** Brasília, DF, 2011.

BRASIL, Ministério dos Transportes. **Agência Nacional de transportes Terrestres Resolução N° 420, de 12 de Fevereiro de 2004.** Brasília, DF, 2004. p. 118.

COSTA, F. Blog: **Foguetando na Tonha City: Produção de Pólvora Negra**. 11 de fev. 2011. Disponível em < <http://foguetandonatonhacity.blogspot.com.br/2011/02/fabricacao-da-polvora-negra.html> > Acesso 26 de maio de 2017.

DE VASCONCELOS, F. C. G. C.; DA SILVA, L. P.; DE ALMEIDA, M. A. V. Um pouco da história dos explosivos: da pólvora ao Prémio Nobel. In: ENCONTRO NACIONAL DE ENSINO DE QUÍMICA (XV ENEQ), n.XV, 2010, Brasília - DF. **Trabalhos**. Recife - PE: Universidade Federal Rural de Pernambuco, 2010. Disponível em: <<http://www.s bq.org.br/eneq/xv/resumos/R0011-1.pdf>>. Acesso em: 22 de mar. 2017.

FEAM - FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE. **Inicial**. Disponível em: < <http://www.feam.br/> >. Acesso em 17 de maio. 2017.

G1. **Holanda vence campeonato mundial de fogos de artifício**. Disponível em: <<http://g1.globo.com/mundo/noticia/2015/03/holanda-vence-campeonato-mundial-de-fogos-de-artificio-veja-o-video.html>>. Acesso em 17 de maio. 2017.

IEF - INSTITUTO ESTADUAL DE FLORESTAS. **Página Inicial**. Disponível em: < <http://www.ief.mg.gov.br/> >. Acesso em 17 de maio. 2017.

IGAM - INSTITUTO MINEIRO DE GESTÃO DAS ÁGUAS. **Página Inicial**. Disponível em: < <http://www.igam.mg.gov.br/> >. Acesso em 17 de maio. 2017.

IBGE - INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Cidades: Panorama**. Disponível em: <<http://cidades.ibge.gov.br/v4/brasil/mg/santo-antonio-do-monte/panorama>>. Acesso em 17 de maio. 2017.

JARAGUÁ AGRÍCOLA. **FISPQ - Ficha de informações de segurança de produtos químicos**. Região Sudeste de Minas Gerais, 2009. Disponível em: < <http://www.jaragua.com.br/pdf/FISPQ%20Nitrato%20de%20Potassio%20NPA.pdf>>. Acesso em: 28 de maio. 2017.

OLIVEIRA A. C., et al. **Parâmetros de qualidade da madeira e do carvão vegetal de *Eucalyptus pellita* F. Muell.**. Piracicaba: Sci. For, 2010. Disponível em: < http://www.sifloresta.ufv.br/bitstream/handle/123456789/16468/Scientia_Forestalis_v38_n87_p431-439_2010.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 28 de maio. 2017.

PIVA, T. C. C.; FILGUEIRAS, C. A. L. **O fabrico e uso da pólvora no Brasil colonial: o papel de Alpoim na primeira metade do século XVIII**, Rio de Janeiro - RJ, v.31, n.4, p.931 - 936, 10 de mar. 2008. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/qn/v31n4/a36v31n4.pdf>>. Acesso em: 22 de mar. 2017.

PONT, D. **Manual para el uso de explosivos**. Tradução por Sergio Vargas Romero. México, MX: Compañía Editorial Continental, S. A., 1973. p. 39 - 42.

SENAI CTP OJN – SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL: CENTRO TECNOLÓGICO EM PIROTÉCNIA OSCAR JOSÉ DO NASCIMENTO. **Arquivos Digitais**. 31 de maio de 2017.

SINDIEMG - SINDICATO EXPLOSIVO DAS INDÚSTRIAS DE MINAS GERAIS. **A Indústria Pirotécnica**. Disponível em: <<http://www.sindiemg.com.br/a-industria-pirotecnica>>. Acesso em 17 de maio. 2017.

SINDIEMG - SINDICATO EXPLOSIVO DAS INDÚSTRIAS DE MINAS GERAIS. **Fundação**. Disponível em: <<http://www.sindiemg.com.br/fundacao>>. Acesso em 17 de maio. 2017.

TOMASONI, S. M. R. P. Dinâmica Socioespacial da Produção de Fogos De Artifício em Santo Antonio de Jesus - Ba: Território Fogueteiro. **Universidade Federal de Sergipe: Biblioteca Digital de Teses e Dissertações**. São Cristovão - SE, p. 1, 24 de ago. de 2015. Disponível em: <<https://bdtd.ufs.br/handle/tede/3124>>. Acesso em 17 de maio. 2017.

VALENÇA, U. da S. Um pouco da história dos explosivos através de seus descobridores. **Revista Militar de Ciência e Tecnologia**, Rio de Janeiro, v.XVIII, n. 1, p. 43 – 62, 1º quadrimestre de 2001. Disponível em: <http://rmct.ime.eb.br/arquivos/RMCT_1_quad_2001/hist_explo_descobrid.pdf> ISSN 0102 - 3542. Acesso em: 22 de mar. 2017.