

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas
Mestrado Profissional

Aline da Luz Pascoal Rossoni

**DESENVOLVIMENTO DE BRIQUETES AUTORREDUTORES
UTILIZANDO RESÍDUOS DA INDÚSTRIA METALÚRGICA DE
FERROSSÍLCIO**

Belo Horizonte
2021

Aline da Luz Pascoal Rossoni

**DESENVOLVIMENTO DE BRIQUETES AUTORREDUTORES
UTILIZANDO RESÍDUOS DA INDÚSTRIA METALÚRGICA DE
FERROSSÍLÍCIO**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Andréia Bicalho
Henriques

Belo Horizonte
2021

R838p

Rossoni, Aline da Luz Pascoal.

Desenvolvimento de briquetes autorredutores utilizando resíduos da indústria metalúrgica de ferrossilício [recurso eletrônico] / Aline da Luz Pascoal Rossoni. – 2021.

1 recurso online (174 f.: il., color.): pdf.

Orientadora: Andréia Bicalho Henriques.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Anexos: f. 173-174.

Apêndices: f. 168-172.

Bibliografia: f. 150-167.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia de Minas - Teses. 2. Briquetes - Teses. 3. Ferroligas - Teses .I. Henriques, Andréia Bicalho. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 622(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

ESCOLA DE ENGENHARIA
Curso de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas da UFMG -
Mestrado Profissional

UFMG

DESENVOLVIMENTO DE BRIQUETES AUTORREDUTORES
UTILIZANDO RESÍDUOS DA INDÚSTRIA METALÚRGICA DE
FERROSSÍLCIO

ALINE DA LUZ PASCOAL ROSSONI

Dissertação de mestrado submetida à Comissão Examinadora designada pelo Colegiado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da UFMG – Mestrado Profissional da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Aprovada em 14 de dezembro de

2021. Por:

Prof.^a Dr.^a Andreia Bicalho Henriques

(UFMG) Orientadora

Prof. Dr. Leandro Rocha Lemos (UFMG)

Dr. Ricardo Augusto Martins Figueiredo (Agência Nacional de Mineração)

À benção da minha vida: Maria Cecília

AGRADECIMENTOS

À DEUS pela grandeza da vida, à capacidade do aprendizado e saúde para aproveitar as oportunidades oferecidas.

À minha família pela fortaleza que é, e sempre será o esteio que me ampara e conforta a todo o momento. Ao meu amado marido Hygor Rossoni, que sempre esteve ao meu lado me ajudando, apoiando e animando. Desde o auxílio nas incontáveis “compressões” de briquetagem, como nas repetidas leituras do texto e sempre trazendo importantes considerações. À minha amada enteada Ana Laura, que com 6 anos, já entendia a importância de se reutilizar resíduos e acordava já dizendo: “Hoje é dia de fazer experimentos?”. À luz da minha vida, minha amada filha Maria Cecília, que gestando ficou horas e horas com a mamãe, papai e irmãzinha produzindo inúmeros briquetes autorredutores com toda desenvoltura e saúde no útero da mamãe. Obrigada por fazerem parte da minha vida e especialmente desse momento.

À minha amada mãe Maria Pascoal, irmãos e sobrinhos, especialmente a Ana Carolina Pascoal pelo apoio e carinho. Obrigada por estarem sempre comigo.

À minha orientadora, Prof. Dr^a Andréia Bicalho Henriques, pela oportunidade, sugestões, paciência e pela confiança.

E em especial, à Prof. Dr^a Merete Tangstad pela grande generosidade em me ouvir, acreditar e confiar em meu trabalho, a Doutoranda Hamideh Kaffash e ao mestrando Mika Serna Malmer pela gentileza, prestatividade e pela generosidade de realizar os ensaios finais de redução na *Norwegian University of Science and Technology* (NTNU) no *Department of Materials Science and Engineering*. Gentileza, generosidade e nobreza de espírito, que equipe!!!

À Altmann, pela realização dos ensaios de granulometria por difração à laser. Em especial, ao gerente técnico Wagner Vitalis, pela prestatividade e gentileza durante todo o desenvolvimento e finalização desta pesquisa.

À Anton Paar, por disponibilizar sua estrutura física e corpo técnico na realização dos ensaios de porosidade. Em especial, ao gerente técnico Ronan Behling e a química industrial Vanessa Farias, pela prestatividade e generosidade durante todo o desenvolvimento da experimentação.

À Ibar Refratários, agradeço ao Getúlio Santos e a Louise Zaidan que gentilmente promoveram interlocuções que permitiram a realização dos ensaios preliminares de redução nas dependências da empresa.

À Diatom Mineração, em especial ao setor de vendas, Anderson Alan e Alfredo Mauriz pela gentileza e disponibilidade em compartilhar conhecimento.

Por fim, agradeço a todas as pessoas que de alguma forma colaboraram com meu aprendizado e elaboração deste trabalho.

RESUMO

Visando contribuir com os estudos do setor de ferroligas, o presente trabalho teve como objetivo, avaliar a viabilidade técnica do aproveitamento dos resíduos gerados do processo produtivo – sílica ativa, finos de minério de ferro e de carvão vegetal – e utilizá-los como matéria-prima para desenvolver briquetes autorredutores, com o intuito de promover sua inserção como carga complementar nos fornos elétricos a arco submerso (SAF), na produção de FeSi. Após a caracterização dos resíduos, foram produzidos 52 tratamentos de briquetes autorredutores, considerando quatro condições, sendo essas sem e com aglomerantes. Nesse último caso, foram utilizados três tipos de aglomerantes (cimento *Portland*, cal hidratada e silicato sódio), obedecendo a proporção (2,50%; 5,00%; 7,50% e 10,00%). Inicialmente, os briquetes foram testados em relação a densidade aparente, porosidade, *shatter test* e resistência a degradação a quente. Cabe destacar que, apenas dois tratamentos – do total de 52 - atenderam a todos os requisitos de seleção pré-estabelecidos. Tendo esses tratamentos em sua composição o aglomerante silicato de sódio (5,00 e 7,50%) e produzidos com 15,00% de água. O tratamento com 5,00% de silicato de sódio como aglomerante, obteve as seguintes características, densidade aparente: 1165,39kg/m³; porosidade: 46,19%, *shatter test*: 99,64% em 0,30m e 99,32% em 1,50m; e a resistência a degradação térmica a quente: R_{dr} 81,24%. Já o tratamento utilizando 7,50% de silicato de sódio apresentou densidade aparente: 1246,85kg/m³; porosidade: 46,00%, *shatter test*: 99,66% em 0,30m e 98,82 em 1,50m; e resistência a degradação térmica a quente: R_{dr} 82,54%. Através da identificação de fases mineralógicas nos 2 tratamentos selecionados, por difração de Raios-X., foram observadas nas amostras, a presença de fases predominantes de quartzo, hematita e calcita. Após esse procedimento, foram realizados os ensaios de redução para investigação do caráter autorredutor, sob diferentes temperaturas (1750, 1800, 1850 e 2000°C) de aquecimento. As fases metálicas e carbonosas foram identificadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sua composição química determinada por espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS). Com base nesses ensaios, foram identificadas fases metálicas de interesse, sendo essas identificadas como Si metálico, FeSi, FeSi₂ em massa percentual de Si de 85,77%; 30,72% e 47,17%, respectivamente, e fase carbonosa como teor de Si de 71,83% para SiC. A partir dos resultados, pode-se constatar o potencial de utilizar os briquetes autorredutores elaborados nesta dissertação como uma alternativa como carga complementar em SAF para obtenção de FeSi.

Palavras-chave: resíduos; briquetes; autorredução; ferroligas.

ABSTRACT

Aiming to contribute to the studies of the ferroalloys sector, this work aimed to evaluate the technical feasibility of using the residues generated from the production process - silica fume, iron ore and charcoal fines - and use them as raw material. Prime to develop self-reducing briquettes, in order to promote its insertion as a complementary charge in submerged arc electric furnaces (SAF), in the production of FeSi. After the characterization of the residues, 52 treatments of self-reducing briquettes were produced, considering four conditions, these being without and with binders. In the latter case, three types of binders were used (Portland cement, hydrated lime and sodium silicate), following the proportion (2.50%; 5.00%; 7.50% and 10.00%). Initially, the briquettes were tested for bulk density, porosity, shatter test and resistance to hot degradation. It should be noted that only two treatments – out of a total of 52 – met all the pre-established selection requirements. These treatments have in its composition the solid silicate binder (5.00 and 7.50%) and produced with 15.00% water. The treatment with 5.00% sodium silicate as binder, obtained the following characteristics, bulk density: 1165.39 kg/m³; porosity: 46.19%, shatter test: 99.64% at 0.30m and 99.32% at 1.50m; and resistance to hot thermal degradation: Rdr 81.24%. The treatment using 7.50% of sodium silicate, on the other hand, presented bulk density: 1246.85 kg/m³; porosity: 46.00%, shatter test: 99.66% at 0.30m and 98.82 at 1.50m; and resistance to hot thermal degradation: Rdr 82.54%. Through the identification of mineralogical phases in the 2 selected treatments, by X-Ray diffraction, the presence of predominant phases of quartz, hematite and calcite was observed in the samples. After this procedure, reduction tests were carried out to investigate the self-reducing character, under different heating temperatures (1750, 1800, 1850 and 2000°C). The metallic and carbonaceous phases were identified by scanning electron microscopy (SEM) and their chemical composition determined by energy dispersion X-ray spectroscopy (EDS). Based on these tests, metallic phases of interest were identified, which were identified as metallic Si, FeSi, FeSi₂ in percent Si mass of 85.77%; 30.72% and 47.17%, respectively, and carbon phase with Si content of 71.83% for SiC. From the results, one can see the potential of using the self-reducing briquettes elaborated in this dissertation as an alternative as an alternative complementary load in SAF to obtain FeSi.

Keywords: waste; briquettes; self-reduction; ferroalloy

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Relevância econômica da indústria de ferroligas e de sílcio metálico para alguns municípios brasileiros 2009 -2011 (Abrafe, 2019).....	24
Figura 3.2 – Modelo em 3D de um forno elétrico a arco submerso para produção de FeSi (Adaptado de Kadkhodabeigi <i>et al.</i> , 2011).....	26
Figura 3.3 – A estrutura interna de um forno elétrico a arco submerso usado na produção de FeSi (Adaptado de Westly, 1979).....	27
Figura 3.4 – Modelo do processo de redução da sílica pelo carbono no forno (Adaptado de Silveira; Almeida, 1988).	28
Figura 3.5 – Visão geral de um processo típico de fabricação de FeSi (Adaptado de Shei <i>et al.</i> 1998).....	29
Figura 3.6 – Relação entre meio ambiente e indústria da transformação (Baptista, 2016).....	35
Figura 3.7 – Diagrama de fases do sistema Fe-Si (Adaptado de Massalski <i>et al.</i> ,1990).....	44
Figura 3.8 – Visão geral da compressão em rolos duplos (Köppern, 2017).....	45
Figura 3.9 – Aparato para molde de briquetagem	47
Figura 4.2 – Procedimentos de amostragem dos resíduos, em que: (a) Sílica Ativa; (b) finos de minério de ferro; e (c) finos de carvão vegetal.	58
Figura 4.3 – Procedimento de classificação granulométrica: conjunto de peneiras inseridas no sistema de vibração.....	59
Figura 4.4 – Analisador de tamanho de partícula por difração a laser Mastersizer 3000 (Malvern Panalytical, 2021).	60
Figura 4.5 – Aparato misturador de bancada.....	67
Figura 4.6 – Fotografia da prensa hidráulica utilizada na compactação dos resíduos.....	70
Figura 4.7 – Fotografia das peças componentes do cilindro molde utilizadas na fabricação dos briquetes	70
Figura 4.8 – Metodologia aplicada para produção dos briquetes autorredutores nos ensaios..	72
Figura 4.9 – Briquetes cilíndricos.....	74
Figura 4.10 – Fluxograma do processo experimental e de ensaios realizados	77
Figura 4.11 – Medição dos briquetes autorredutores utilizando paquímetro digital.....	78
Figura 4.12 – Fotografias dos aparatos utilizados durante os ensaios de queda	80
Figura 4.13 – Picnômetro a gás, série Ultrapyc modelo 5000 da marca Anton Paar (Anton Paar, 2020).....	83

Figura 4.14 – Forno mufla e peneira utilizada nos ensaios de degradação frente à gradiente térmico.....	85
Figura 4.15 – a) Câmara de reação; b) Câmara de produção de gás (Broggi <i>et al.</i> , 2020).....	87
Figura 4.16 – a) Material fundido dentro do cadinho de grafite; b) Material fundido coletado do cadinho de grafite	89
Figura 4.17 – a) Cadinho cortado em seção transversal; b) Corte do fundo do cadinho e c) Corte do topo do cadinho	91
Figura 5.1 – Curva de distribuição granulométrica da sílica ativa obtida por difração a laser	92
Figura 5.2 – Curva de distribuição granulométrica dos finos de minério de ferro e de carvão vegetal.....	94
Figura 5.3 – Briquetes produzidos com resíduos com suas características <i>in natura</i>	98
Figura 5.4 – Briquetes autorredutores sem aglomerantes.....	103
Figura 5.5 – Briquetes autorredutores com proporção de 2,50% de aglutinantes	104
Figura 5.6 – Briquetes autorredutores com proporção de 5,00% de aglutinantes	106
Figura 5.7 – Briquetes autorredutores com proporção de 7,50% de aglutinantes	107
Figura 5.8 – Briquetes autorredutores com proporção de 10,00% de aglutinantes	108
Figura 5.9 – Briquetes autorredutores e sua resistência ao impacto na altura de 1,50m	112
Figura 5.10 – Influência da temperatura sobre a resistência dos briquetes autorredutores	119
Figura 5.11 – Análise mineralógica da amostra de briquetes BM11-A4	122
Figura 5.12 – Análise mineralógica da amostra de briquetes BM12-A4	123
Figura 5.13 – Influência da temperatura sobre a massa dos briquetes autorredutores	124
Figura 5.14 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 100X. a Áreas selecionadas em microestrutura que contêm os produtos da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)	126
Figura 5.15 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 1 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)	127
Figura 5.16 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 2 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)	128
Figura 5.17 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 3 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)	129

Figura 5.18 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 90X. Área selecionada em microestrutura do material remanescente no topo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos).....	130
Figura 5.19 – Imagem de elétrons secundários (MEV) com aumento de 800x. Microestrutura de determinada área selecionada do material remanescente no topo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos).....	131
Figura 5.20 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 90x. Microestrutura dos produtos da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)	132
Figura 5.21 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 1 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)	133
Figura 5.22 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 2 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)	134
Figura 5.23 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 3 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)	135
Figura 5.24 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)	137
Figura 5.25 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) aumento de 90X. Microestrutura dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 2000°C (30 minutos)	138
Figura 5.26 – Imagens de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 400X. Microestruturas dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 2000°C (30 minutos)	139
Figura 5.27 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1750°C (30 minutos).....	141
Figura 5.28 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1750°C (30 minutos).....	142

Figura 5.29 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1850°C (30 minutos).....	143
Figura 5.30 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1850°C (30 minutos).....	144

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 – Composição química para matéria-prima portadora de silício (Adaptado de Silveira e Almeida,1988).....	31
Tabela III.2 – Composição química do minério de ferro hematítico e seus principais contaminantes (Adaptado de Silveira e Almeida,1988; Ananina <i>et al.</i> ,2009).	31
Tabela III.3 – Composição percentual da análise imediata do carvão vegetal (Adaptado de Silveira e Almeida,1988).....	32
Tabela III.4 – Classificação de resíduos sólidos das indústrias de ferroligas e silício metálico do Estado de Minas (FEAM, 2010).....	35
Tabela III.5 – Composição química típica da sílica ativa proveniente de algumas indústrias metalúrgicas (Adaptado de Malhotra e Mehta,1996).	37
Tabela III.6 – Classificação dos aglomerantes	52
Tabela IV.1 – Descrição das análises e ensaios realizados para caracterização resíduos Continua... ..	63
Tabela IV.2 – Composição da formulação dos briquetes autorredutores.....	66
Tabela IV.3 – Misturas produzidas com diferentes composições de sílica ativa.	68
Tabela IV.4 – Relação de briquetes produzidos com as variações de composições em misturas e água.	73
Tabela IV.5 – Matriz experimental para os ensaios de redução	88
Tabela V.1 – Análise granulométrica realizada na sílica ativa.....	93
Tabela V.2 – Valores médios das análises químicas e umidade das amostras de sílica ativa, finos de carvão vegetal e finos de minério de ferro.....	96
Tabela V.3 – Resultados da análise imediata dos finos de carvão vegetal.....	97
Tabela V.4 – Resultados médios da densidade aparente dos briquetes autorredutores. Continua... ..	99
Tabela V.5 – Valores médios dos resultados de porosidade dos briquetes autorredutores. ...	114
Tabela V.6 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica	120
Tabela V.7 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica	120
Tabela V.8 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica.....	121
Tabela V.9 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)	127
Tabela V.10 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)	128

Tabela V.11 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)	130
Tabela V.12 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)	131
Tabela V.13 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	133
Tabela V.14 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	134
Tabela V.15 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	135
Tabela V.16 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	137
Tabela V.17 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 2000° - 30 minutos), respectivamente Figura 5.26(a)	139
Tabela V.18 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 2000° - 30 minutos), respectivamente Figura 5.26(b)	139
Tabela V.19 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1750° - 30 minutos)	141
Tabela V.20 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1750° - 30 minutos)	142
Tabela V.21 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	143
Tabela V.22 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)	144

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

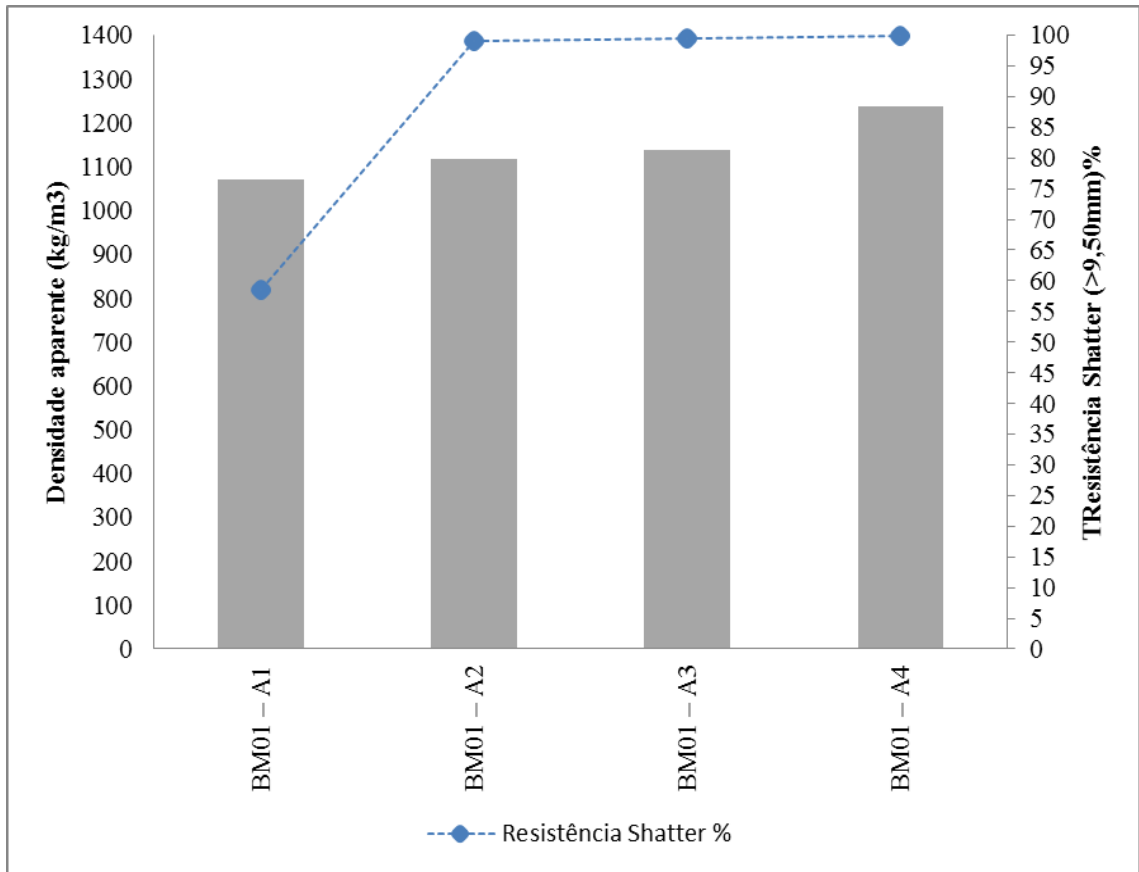
A	Ampère
ABNT	Associação brasileira de normas técnicas
ASTM	American Society for Testing and Materials
DEMIM	Departamento de Engenharia de Minas
DRX	Difração de Raios-X
EDS	Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia
FeSi	Ferrosilício
ICP-OES	Espectrometria de emissão óptica de plasma acoplado indutivamente
ISO	International Organization for Standardization
JIS	Japanese Industrial Standards
K	KELVIN
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MPa	Mega Pascal
NBR	Norma brasileira regulamentadora
NTNU	Norwegian University of Science and Technology
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
SAF	Submerged Arc Furnace
Ω	Ohms
$^{\circ}\text{C}$	Temperatura em graus Celsius
ΔH	Variação de temperatura

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	5
RESUMO	7
ABSTRACT	8
LISTA DE TABELAS	13
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	15
1. INTRODUÇÃO.....	18
1.1 Justificativa e relevância.....	20
2. OBJETIVOS.....	23
2.1 Geral	23
2.2 Específicos.....	23
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	24
3.1 O segmento industrial de ferrossilício	24
3.2 O processo de produção de FeSi	25
3.3 As matérias-primas para fabricação de FeSi	30
3.3.1 O quartzo	30
3.3.2 O minério de ferro	31
3.3.3 Carvão vegetal	32
3.4 Preparação da carga e seleção das matérias-primas	33
3.5 A geração de resíduos metalúrgicos	34
3.5.1 Finos de minério de ferro	36
3.5.2 Sílica ativa	37
3.5.3 Finos de carvão vegetal	39
3.6 A redução carbotérmica – autorredução no estado sólido.....	39
3.7 Briquetagem	44
3.7.1 Briquetagem por pistão em prensa hidráulica	46
3.8 Fatores e propriedades importantes para obtenção dos briquetes	47

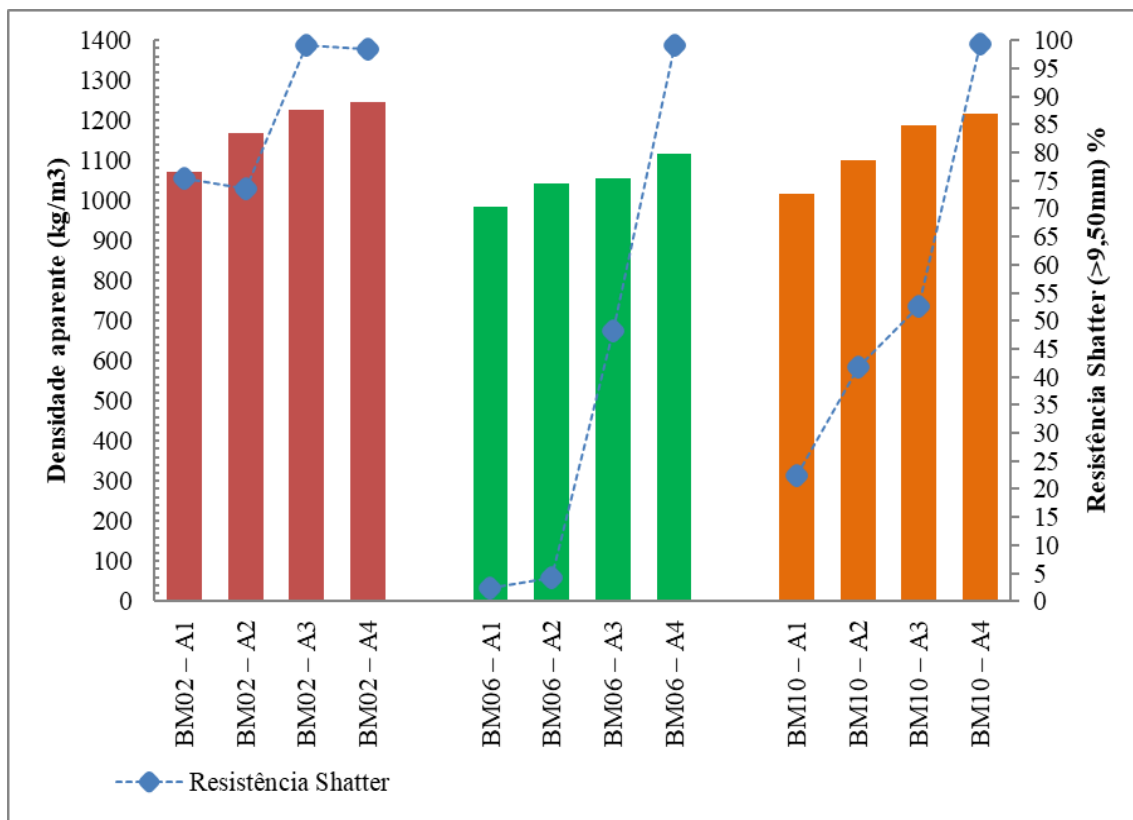
3.8.1 Aglomerantes.....	51
4. MATERIAL E MÉTODOS.....	55
4.1 A coleta dos resíduos no processo metalúrgico.....	55
Nas próximas subseções encontram-se detalhadas cada uma das etapas adotadas nos procedimentos metodológicos.	57
4.2 Preparação dos resíduos utilizados como matérias-primas dos briquetes	57
4.3 Caracterização da sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal.....	58
4.3.1 Análise Granulométrica.....	58
4.3.2 Análise química	60
4.3.3 Determinação da umidade	60
4.3.4 Análise imediata do carvão vegetal.....	61
4.3.5 Definição das características intrínsecas quanto à realização das análises e dos ensaios de caracterização dos resíduos.....	63
4.4 Formulação para composição dos briquetes autorredutores.....	64
4.4.1 Aglomerantes.....	65
4.4.2 Composição das Diferentes Misturas de Resíduos nas Formulações do Briquetes	66
As misturas para a confecção dos briquetes foram homogeneizadas antes e executadas em um aparato misturador bancada (Figura 4.5), com tempo fixo de 10 minutos.....	67
Considerando-se	67
4.4.3 Briquetagem por pistão.....	69
4.4.4 Ensaios preliminares de compactabilidade para produção dos briquetes.....	71
4.6 Ensaios físicos efetuados nos briquetes autorredutores.....	75
4.6.1 Densidade aparente dos briquetes	78
4.6.2 Avaliação do <i>Shatter test</i>	79
4.6.3 Determinação da porosidade pela técnica de picnometria a gás hélio	82
4.6.4 Ensaios de comportamento dos briquetes frente ao gradiente térmico	84
4.6.5 Determinação das fases mineralógicas por difração de raios X (DRX).....	86
4.7 Análise de parâmetros metalúrgicos dos briquetes autorredutores	86

4.7.1 Ensaio de redução-fusão	86
4.7.2 Microscopia eletrônica de varredura	90
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	92
5.1 Caracterização das amostras	92
5.1.1 Análise granulométrica.....	92
5.1.2 Análise química	95
5.2 Ensaio preliminar de compactabilidade das misturas para produção dos briquetes..	97
5.3 Ensaio físico efetuado nos briquetes autorredutores.....	98
5.3.1 Densidade aparente.....	98
5.3.2 <i>Shatter Test</i>	102
<p>Salienta-se que para todas as formulações, o aumento na densidade aparente dos briquetes resultou em ganhos de resistência à queda, gerando uma quantidade menor de finos após a queda em altura inicialmente a 0,30m e posteriormente a 1,50m. Conseqüentemente, se deve ao fato de que maiores densidades proporcionam um melhor empacotamento e um contato mais efetivo entre as partículas, reduzindo os espaços vazios, o que aumenta a resistência das pastilhas.....</p>	
	102
<p>À medida que a proporção de sílica ativa da mistura cresce, a tendência é de diminuição da densidade seguida também de uma queda na resistência dos briquetes. A presença de umidade proporciona uma força coesiva necessária para a aderência das partículas a serem aglomeradas. Esta força também depende da capacidade de adsorção da água pelas partículas, auxiliando assim na resistência mecânica.....</p>	
	102
5.3.2.1 <i>Shatter Test – 0,30m</i>	102
De maneira que nas Figura	102



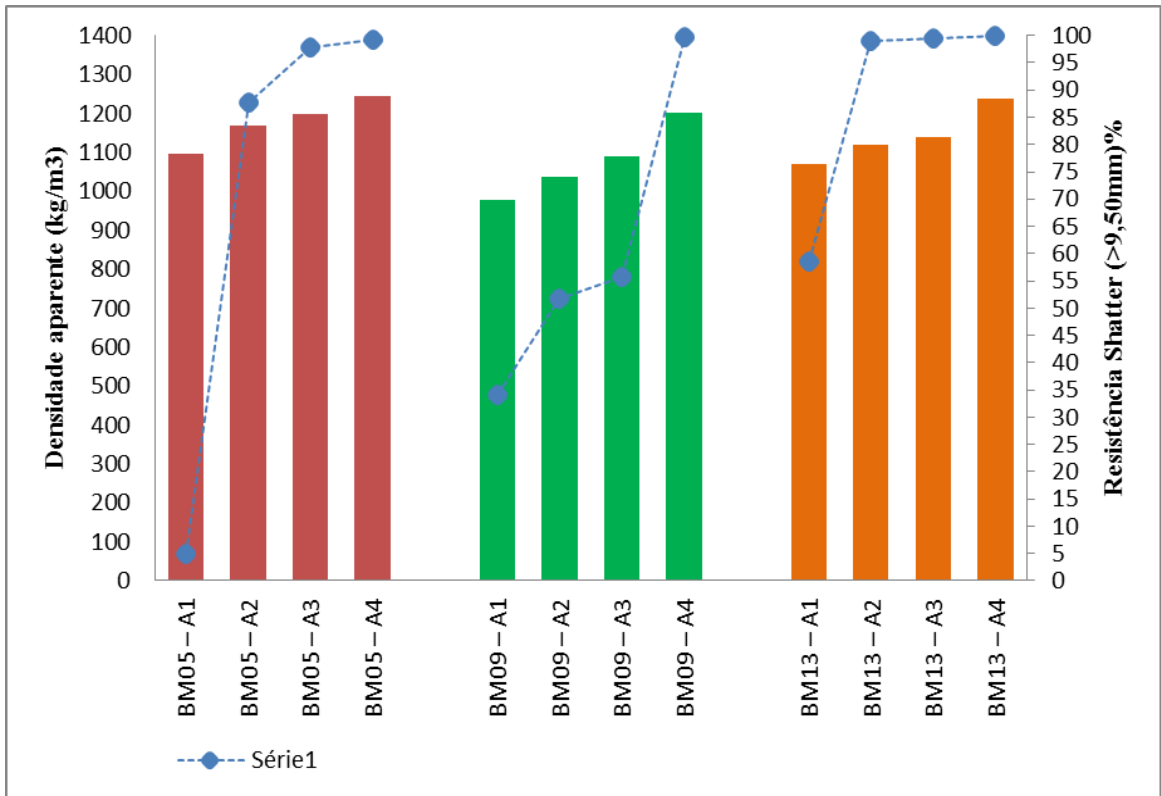
..... 103

Os briquetes autorredutores sem aglomerantes 103



..... 104

Os tratamentos de briquetes autorredutores confeccionados com os três tipos de aglomerantes (Figura 5.7), com proporção de 7,50%, também obtiveram densidade aparente dentro da variação estipulada..... 107



..... 108

Finalmente, os tratamentos de briquetes autorredutores confeccionados com os três tipos de aglomerantes (Figura 5.8), com proporção de 10,000%, também obtiveram densidade aparente dentro da variação estipulada..... 108

Salienta-se que a resistência ao impacto dos briquetes 109

Por outro lado, ressalta-se que os briquetes autorredutores confeccionados com aglomerante cal hidratada (..... 110

Esses resultados já eram esperados, considerando que as misturas contendo cal hidratada como aglomerante já demonstravam baixa resistência e fragilidade, mesmo durante a compactação. Corroborando, com a pesquisa de Zhang *et.al* (2018) que descreveram que as propriedades de coesão da cal não são fortes para diversos tipos de materiais e que a proporção de adição da cal deve ser entre 25% 110

Em consonância, Rejdak *et al.* (2020) em sua pesquisa avaliaram briquetes de finos de carvão mineral e biomassa aglutinados com diferentes tipos de aglomerantes orgânicos, inorgânicos e combinações entre esses. Estes autores, citam com relevância, que o tipo e a quantidade dos ligantes podem afetar a extrusão, e assim ao utilizar a cal virgem ou cal hidratada, os briquetes elaborados com este tipo de aglomerante não apresentaram resultados satisfatórios, causando deterioração tanto na compactação e posteriormente

apresentando resistência mecânica bem abaixo do mínimo assumido (R= 85,00%). No entanto, a adição de uma mistura de melaço e cal resultou em melhora da resistência, aliás o efeito foi ficando melhor à medida que a proporção de melaço para cal aumentou.	110
5.3.2.2 <i>Shatter Test – 1,50m</i>	111
5.3.3 Porosidade	113
5.3.4 Degradação frente a gradiente térmico	115
5.4 Análise de parâmetros metalúrgicos dos briquetes autorredutores	123
5.4.2 Efeitos da temperatura na perda de massa	123
5.4.3 Análise Microestrutural dos produtos de reação	125
5.4.3.1 <i>Análise dos produtos de reação dos briquetes autorredutores - referentes ao tratamento BM11-A4</i>	126
5.4.3.2 <i>Análise dos produtos de reação dos briquetes autorredutores - referentes ao tratamento BM12-A4</i>	140
5.4.3.3 <i>As principais observações</i>	145
6. CONCLUSÕES	147
6.1 Sugestões para trabalhos futuros	149
7. REFERÊNCIAS	150
APÊNDICES	168
ANEXOS	173

1. INTRODUÇÃO

A preocupação com a geração de resíduos sólidos nos diversos tipos de segmentos produtivos tem se tornado a agenda atual de diversas pesquisas científicas, em respostas aos impactos ambientais, sociais e econômicos referentes à sua destinação e devido às pressões da sociedade em âmbito mundial. Assim, em relação às indústrias de transformação (metalúrgicas e siderúrgicas) medidas são tomadas de modo a minimizar esse passivo em prol do atendimento às legislações vigentes. De maneira que, para o surgimento de técnicas para o reaproveitamento dos resíduos gerados no processo produtivo corroboram-se ao quesito da promoção de um ciclo sustentável de utilização dos recursos minerais.

Cabe destacar que, o processo metalúrgico de produção de ferrossilício (FeSi), as matérias-primas utilizadas são: i) o quartzo, como principal fornecedor de silício (Si); ii) o minério de ferro, como fonte de ferro (Fe); e iii) o carbono (C), como principal redutor, sendo o carvão vegetal o mais frequentemente empregado. Em suma, o ferrossilício (FeSi) é uma liga de ferro e silício, na qual seu processo de produção envolve a redução carbotérmica em forno elétrico a arco submerso (SAF).

Neste contexto, a geração de resíduos no processo produtivo está muitas vezes relacionada à produção de finos, estes produzidos devido aos processos de manipulação e/ou transformação desses materiais.

Efetivamente é desejável remover tais finos pelo peneiramento antes da dosagem da carga, pois estes afetam marcadamente à permeabilidade nos fornos e assim causam uma inadequada distribuição e insuficiente percolação dos gases, promovendo perdas elevadas dos gases em relação à porosidade das matérias-primas. Haja vista as características intrínsecas dos finos que foram considerados no presente estudo que são todas as frações das matérias-primas – carvão vegetal e minério de ferro - com dimensões inferiores a 3,00mm.

Por outro lado, durante o processo de produção do FeSi ou do silício metálico, ocorre a formação do gás monóxido de silício (SiO), este reage em combustão rápida com o $O_{2(g)}$, na zona de temperatura mais baixa do forno, aproximadamente 1500°C, formando o dióxido de silício (SiO₂), denominado sílica ativa.

As partículas de sílica ativa são removidas e coletadas pelos sistemas de tratamento e controle de emissões atmosféricas dos fornos. Decerto, em consonância com a legislação ambiental do país, pois esse material particulado é lançado na atmosfera por fontes fixas, sendo considerado um poluente primário. Este resíduo é constituído de partículas esféricas de sílica amorfa com diâmetro médio de 0,10 micrômetros e superfície específica entre 20000 - 22000 m²/kg.

De tal modo, que os finos gerados na indústria metalúrgica parceira do presente estudo representam aproximadamente o seguinte percentual em relação à quantidade total de resíduos sólidos produzidos no processo produtivo: i) finos de minério de ferro: 6,46%; ii) finos de carvão vegetal: 68,52%; e iii) sílica ativa: 25,01%.

Nesse sentido, elenca-se a ideia de reaproveitamento dos finos de minério de ferro; de carvão vegetal e a sílica ativa, como componentes para fabricação de briquetes autorredutores, pois estes resíduos gerados apresentam baixo valor econômico e baixa aplicabilidade no mercado. Adicionalmente, reitera-se que com base nas palavras-chave utilizadas durante a pesquisa desenvolveu-se a execução deste trabalho e a produção de briquetes autorredutores com a composição específica dos resíduos (finos minério de ferro e de carvão vegetal e sílica ativa) utilizados pela temática deste estudo.

Efetivamente ressalta-se que a briquetagem é um processo de aglomeração de partículas finas por meio de compressão, com auxílio ou não de aglutinante, para obtenção de um produto compactado, sendo relevante a manutenção de características como forma, tamanho e parâmetros mecânicos (resistência física, resistência ao gradiente térmico, dentre outros) adequados para serem introduzidos nos fornos como carga complementar evidentemente observando a dinâmica dos fornos.

A introdução de briquetes autorredutores nos fornos elétricos a arco submerso, que tem em sua composição os resíduos sólidos (finos) gerados durante o processo de fabricação de FeSi pode ser uma alternativa possível para o reprocessamento deles. Entretanto, é preciso atentar-se para a proporção da sílica ativa e do minério de ferro em relação ao agente redutor (carvão vegetal), além do aporte de energia adequado para promover a redução dos óxidos.

Adicionalmente, em relação à operacionalidade, o conceito de reprocessamento depende intrinsecamente das questões relacionadas ao estabelecimento e manutenção termodinâmica

dos fornos elétricos a arco submerso, em consenso com uma cinética favorável das reações predominantes no processo.

1.1 Justificativa e relevância

O desenvolvimento sustentável é um compromisso exigido aos setores industriais e certamente está correlacionada ao empreendimento de extração de minérios e seu processamento metalúrgico ou siderúrgico. De forma que, algo construtivo deve ser realizado com esses rejeitos, visto a grande quantidade produzida e seu baixo valor agregado, em relação aos altos custos com a destinação ambientalmente correta. Logo, a composição dos rejeitos deve ser investigada cuidadosamente para se determinar potenciais aplicações apropriadas aos mesmos.

Atualmente na indústria metalúrgica objeto de estudo, as frações mais finas de minério de ferro provenientes do processo de peneiramento são acondicionadas em pilhas e estocadas em pátio, para posteriormente serem utilizadas na pavimentação da estrada de acesso à respectiva indústria. Diversas pesquisas (Rocha e Peres, 2009; Gomes *et al.*, 2011; Ferrante, 2014) apontam para a necessidade de avaliar a potencialidade e reaproveitamento dos finos de minérios de maneira sustentável de forma a reduzir ou tratar os resíduos descartados no meio ambiente

Já os finos de carvão vegetal são retirados por peneiramento da carga do forno por afetarem as reações de redução da sílica e assim a produtividade dos fornos. Os finos de carvão vegetal denominados como moinha de carvão são comercializados e utilizados na injeção de alto-forno. Logo, a natureza física dos materiais de carga com relação à granulometria e conteúdo de finos tem efeito significativo sobre as condições de operação e rendimento dos fornos elétricos. Os finos diminuem marcadamente a porosidade ou permeabilidade da carga, causando inadequada distribuição dos gases e de material particulado (SCHEI *et al.* 1998; CHASHIN *et al.* 1998; VOROB'EV, 2015).

Por outro lado, a sílica ativa (microsílica) caracterizada como um rejeito industrial, que pode ser definida como um óxido, subproduto da produção de silício metálico e ligas de ferrosilício. Esse pode ser considerado resíduo, entretanto, diversos autores relatam a utilização da sílica ativa no segmento de refratário, cerâmico e construção civil (VIEIRA, 2003).

Neste sentido, podem ser citadas as pesquisas de Ferreira *et al.* (2016) que utilizaram a sílica ativa de alto teor de carbono e que foi bastante reativa, especialmente com o cimento. Carmo e Portella, (2008) e Hermann, *et al.* (2016) descreveram que pela sua pozolanicidade e alta reatividade, quando adicionada ao concreto em porcentagens adequadas, pode proporcionar um aumento na resistência mecânica do material.

Em contrapartida, Anjos *et al.* (2004) descreveram que a microssílica é mais amplamente utilizada em concretos refratários, pois melhora significativamente seu empacotamento durante a moldagem, sua fluidez e resistência mecânica. Além disso, a adição de sílica ativa é o caminho para melhorar e aumentar a proteção das armaduras em concretos (PEREIRA *et al.* 2013).

A legislação ambiental vigente no Brasil impõe às indústrias metalúrgicas de ferroligas e silício metálico a necessidade de construção de sistemas de coleta de particulados atmosféricos, estes para a captação da sílica ativa gerada em seus processos produtivos. Desse modo, para a indústria metalúrgica estudada as condições e limites máximos de emissão de particulados durante o processo produtivo é de 50mg/Nm³, base seca (MINAS GERAIS, 2013).

Conseqüentemente, devido à necessidade de disponibilização ambiental adequada para toda a sílica ativa coletada, alternativas para comercialização desse resíduo devem ser primeiramente aplicadas, e ou em última opção a sua destinação para os aterros industriais. No entanto, a relação entre o alto custo do transporte e a densidade baixa da sílica ativa gera um obstáculo devido ao enorme volume produzido. Assim, caso pudesse ser comercializada de forma adensada e na região em que se localiza a indústria metalúrgica produtora deste resíduo, acredita-se que a parcela correspondente ao transporte seria substancialmente reduzida (BARATA, 1998; ZHDANOV *et. al.*, 2015).

Adicionalmente, devido à baixa granulometria das partículas da sílica ativa, há necessidade de acondicioná-las em sacarias (*bags*), tanto para sua comercialização como para a sua disposição final. Paulatinamente, o valor agregado desse acondicionamento encarece ainda mais a destinação deste resíduo. Assim, mediante ao mercado (cimenteiras, concreteiras e refratários) da região, em que a indústria metalúrgica em estudo está localizada, não incorporar este resíduo em seus processos produtivos há necessidade de seu encaminhamento a aterros industriais, o que impacta em recursos de gestão ambiental e econômicos.

Decerto, busca-se neste trabalho o desenvolvimento de briquetes autorredutores tendo a sílica ativa como a principal fornecedora de sílica, os finos de minério de ferro como principal fornecedor da matéria-prima ferrosa e os finos de carvão vegetal como principal redutor.

Entende-se que a presente pesquisa poderá ser considerada como inovadora, uma vez que é proposta a utilização da sílica ativa na fração de composição dos briquetes, pois esse material se não utilizado nas indústrias de cimento, concreto e refratário, será destinado aos pátios de aterro industrial. Entretanto, como é um subproduto de difícil comercialização devido a necessidade de atender parâmetros de qualidade, a indústria de FeSi fica dependente dos altos custos de frete e da logística do transporte. Portanto, economicamente a sua comercialização para locais distantes é muitas vezes inviável e sua destinação ambientalmente correta para aterros industriais também gerará custos elevados.

A relevância desta pesquisa está em reunir, em um estudo técnico-científico informações sobre as características dos resíduos sólidos metalúrgicos, principalmente com a possibilidade de sua reutilização e recuperação. Tal como, produzir um briquete autorredutor com alta fração de sílica ativa, aumentando sua reatividade e assim embasando-se em dados consolidados em uma abordagem clara e objetiva.

2. OBJETIVOS

2.1 Geral

Avaliar o potencial de reprocessamento sob a forma de briquetes autorredutores, dos resíduos dos finos de minério de ferro, finos de carvão vegetal e do resíduo sílica ativa, gerados no processamento metalúrgico de uma indústria de produção de FeSi 75%.

2.2 Específicos

- Realizar a caracterização físico-química dos resíduos – sílica ativa, finos de carvão vegetal e de minério de ferro –, provenientes do processo metalúrgico de produção de FeSi;
- Propor formulações e produzir briquetes autorredutores em escala laboratorial;
- Avaliar e comparar o atendimento das características físicas dos briquetes autorredutores com base em condições operacionais do forno elétrico a arco submerso (SAF);
- Testar o potencial de autorredução dos briquetes para utilização como carga complementar na produção de FeSi, através da investigação das possíveis fases formadas utilizando a técnica de análise MEV/EDS.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O segmento industrial de ferrossilício

O ferrossilício (FeSi) é produzido industrialmente pela redução carbotérmica do dióxido de silício e do carbono em fornos elétricos de arco submerso, onde o quartzo (SiO_2) e óxidos de ferro (Fe_xO_y) são reduzidos a silício e ferro respectivamente com diferentes materiais de carbono como agentes redutores. As composições mais comuns de produção de FeSi tem 15%, 45 %, 75 %, ou 90 % de silício. (SILVEIRA; ALMEIDA, 1988; AASLY, 2008; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011; HUSTAD, 2018).

O setor de ferroligas e silício metálico tem bastante relevância na economia mineira e brasileira. O Brasil se destaca como o 5º maior produtor e está entre os principais produtores e exportadores mundiais (USGS, 2019). Segundo o IaBr (2019), no ano de 2018 o consumo de ferroligas no mercado interno para produção de aço foi de 528.820t e as exportações em torno de 495.605t. Os dados expostos na figura 3.1 descrevem a relevância do setor de ferroligas para alguns municípios realizando uma correlação com o produto interno bruto (PIB) por cidade.

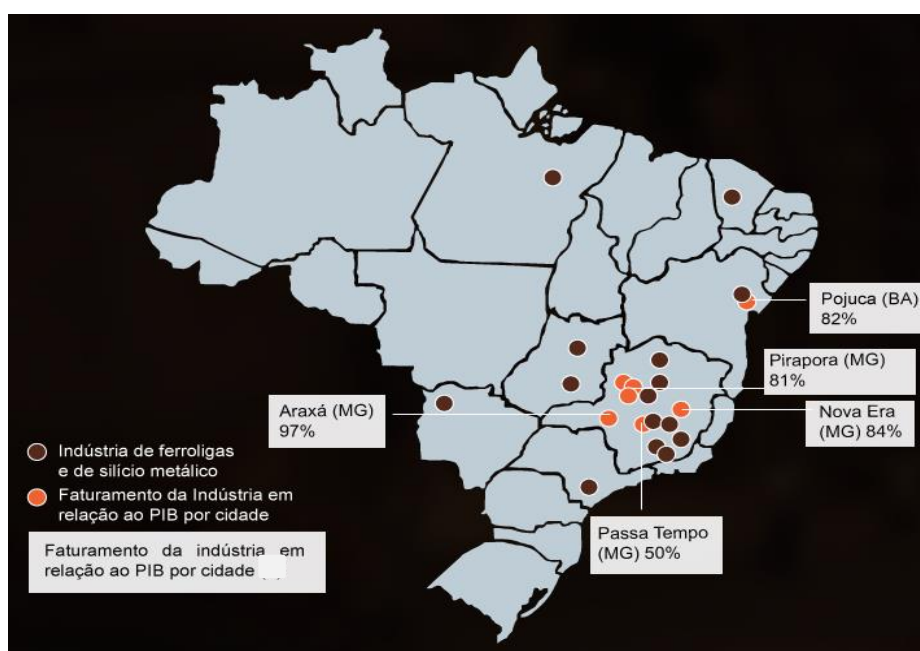


Figura 3.1 – Relevância econômica da indústria de ferroligas e de silício metálico para alguns municípios brasileiros 2009 -2011 (Arafe, 2019).

Adicionalmente, é importante relatar que o ferrosilício atua como fonte de silício para reduzir metais de respectivos óxidos e como agente desoxidante para a produção de aço e outros tipos de ferroligas. Da mesma forma, também é uma matéria-prima na fabricação de ligas resistentes à corrosão e a altas temperaturas, usado em eletromotores e núcleos de transformadores (RAY *et al.*, 2018)

3.2 O processo de produção de FeSi

O forno elétrico surgiu no final do século XIX, como uma resposta às necessidades de produção de aços e ferroligas. De maneira que no ano de 1890 foram realizados os primeiros testes para produzir metais e ligas com a utilização do arco elétrico. Assim no ano de 1907, Paul Héroult, desenvolve o forno elétrico com eletrodos verticais para produção de ferroligas. Os processos se fundamentam na obtenção de altas temperaturas por efeito do arco elétrico e na redução dos óxidos pelo carbono (ARAÚJO, 1997; FIGUEIRA, 2007).

Em contrapartida, Carl Wilhelm Soderberg, um engenheiro eletricista que trabalhava em uma fundição perto de Jossingford na Noruega, considerava que para substituir um eletrodo curto nos fornos elétricos a arco Héroult, era muito inconveniente e demorado. Em 1910, ele começou a fazer experimentos, mas somente em 1913, ano em que começou a trabalhar na Elektrokemisk (Elkem) e com a cooperação de seus colegas Mathias O. Sem e Jens Westly, eles finalmente definiram a fórmula correta que levou a criação do eletrodo de Soderberg. Esta realização técnica transformadora permitiu o processo metalúrgico contínuo em altas temperaturas e que poderia ser aplicado a uma grande variedade de ferroligas e silício. O forno elétrico a arco submerso continua sendo uma unidade muito versátil na produção de ferroligas (ELKEM, 2019).

O forno elétrico a arco submerso é constituído por três eletrodos posicionados nos ângulos de um triângulo regular e estes ficam submersos nos materiais da carga (figura 3.2), a carcaça do forno é feita de aço e a parte inferior é revestida com blocos rígidos de carbono fortemente calcinados. De maneira que, a conversão de energia elétrica em calor na maior parte dos materiais da carga resulta em uma redução carbotérmica do minério. À medida

que o processo de fundição prossegue, o FeSi líquido, juntamente com os gases do processo, principalmente SiO e CO, são produzidos (KADKHODABEIGI *et al.*, 2011).

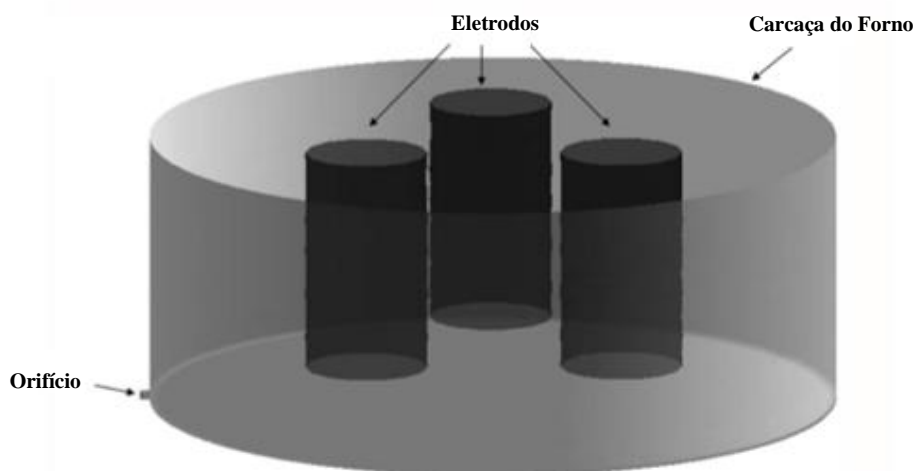


Figura 3.2 – Modelo em 3D de um forno elétrico a arco submerso para produção de FeSi (Adaptado de Kadkhodabeigi *et al.*, 2011).

Os eletrodos se ajustam para alcançar uma posição ideal acima do FeSi fundido, o que produzirá calor, potência (P), em watts de acordo com a equação 3.1.

$$P = I^2 \times R \quad (3.1)$$

Sendo I (A), a corrente elétrica em ampère e R (Ω) a resistência elétrica da carga no forno em ohms. Uma alta resistência elétrica da matéria-prima no forno é desejável. As matérias-primas utilizadas são óxido de silício (SiO₂), granulados de óxido de ferro (Fe₂O₃) e materiais de redução (carvão vegetal ou coque) (SILVEIRA; ALMEIDA, 1988).

Não obstante, como descreveu Aasly (2008) o teor de alguns elementos presentes na constituição mineralógica das matérias-primas (incluindo quartzo e materiais de redução) define a pureza das ferroligas ou do silício metálico a ser produzido. A energia elétrica utilizada no processo de fabricação é alimentada no processo e cria um arco elétrico por baixo de cada eletrodo que aquece a carga, como retratado na figura 3.3 (SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011).

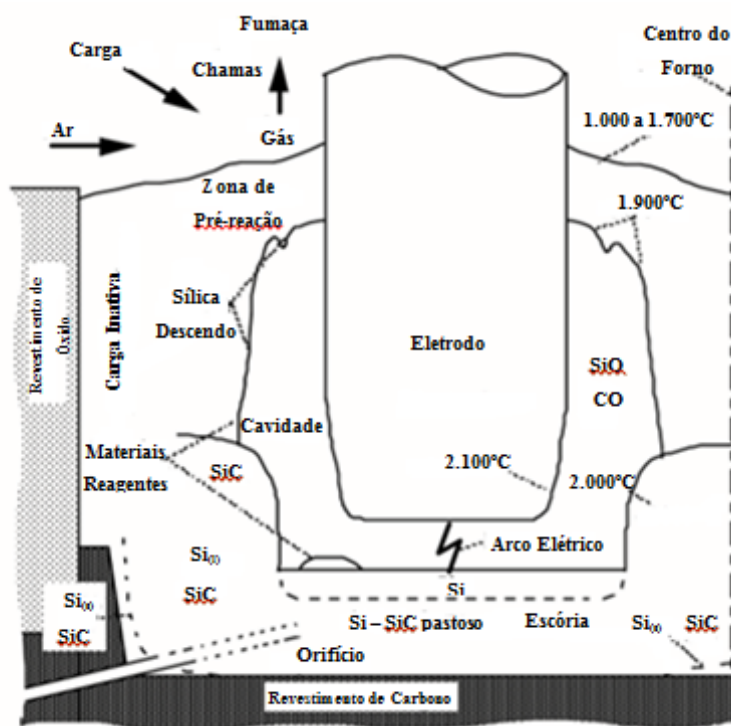


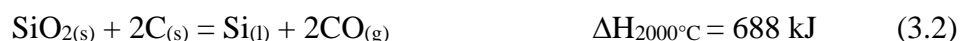
Figura 3.3 – A estrutura interna de um forno elétrico a arco submerso usado na produção de FeSi (Adaptado de Westly, 1979).

Do ponto de vista químico Ananina *et al.* (2009) descreveram que para produção de FeSi há limitações que se deve a alta produção do material de grau especial com baixo conteúdo de impurezas, como: alumínio, cálcio, carbono, titânio, fósforo e cromo. Assim, estes autores realizaram testes na Chelyabinsk Electrometallurgical Works, indústria que produz ligas de FeSi 75% contendo de 0,9 a 1,8% de Al, 0,21% de Ca e 0,032% de C, eles propuseram produzir um tipo de FeSi 75% contendo 0,2% de alumínio (Al); 0,02% de cálcio (Ca) e 0,01% de carbono (C) em forno piloto na Chelyabinsk Electrometallurgical Works.

De maneira que ao finalizar os testes, estes pesquisadores concluíram que a constituição de impurezas no ferrosilício dependerá principalmente da composição dos materiais de carga do forno, pois na fusão, ocorrerá a redução não apenas da sílica, mas também dos óxidos associados, como Al_2O_3 , TiO_2 , P_2O_5 , CaO , dentre outros, sendo estes presentes em quartzos, minério de ferro e redutor (carvão vegetal).

Ademais, ressalta-se que tanto o FeSi como o silício metálico são produzidos em forno elétrico a arco submerso e assim, elenca-se que o processo de produção do FeSi é praticamente o mesmo do silício metálico, evidenciando-se que para a primeira situação o óxido de ferro é adicionado como fonte de ferro na produção das ferroligas. Logo, as matérias-primas são alimentadas no forno ao redor dos eletrodos e a sílica (SiO_2) é reduzida a temperaturas em torno de 2000°C (SCHEI *et al.*, 1998).

A produção de ferrosilício realiza-se processando rocha de quartzo (SiO_2) em forno elétrico a arco submerso na presença de carbono como agente redutor, de acordo com a equação 3.2 (GASIC, 2013; VOROB'EV, 2017).



O mecanismo de reação para a produção de silício é muito mais complexo que a reação da equação 3.2.2, estes estão descritos detalhadamente no item 3.6. Portanto, o forno pode ser dividido em uma zona interna (zona de cratera) e uma zona externa (zona superior), onde ocorrem diversas reações mediante diferentes temperaturas, conforme descrito na figura 3.4.

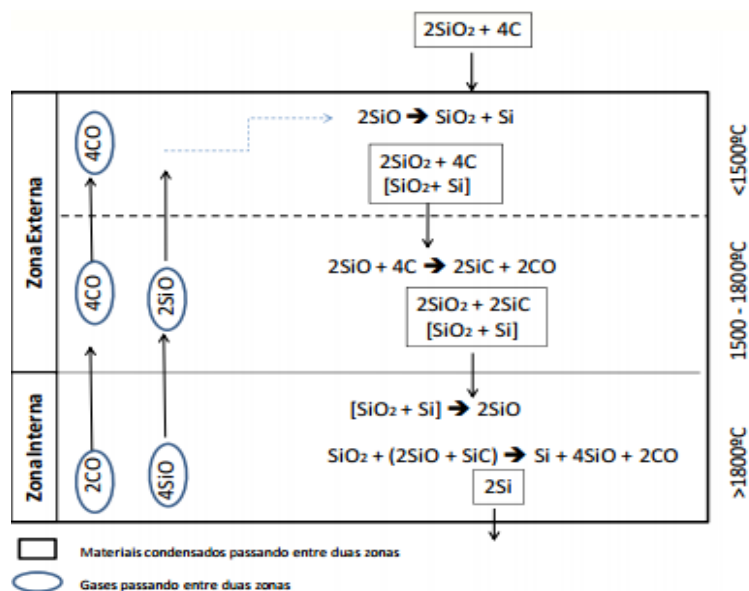


Figura 3.4 – Modelo do processo de redução da sílica pelo carbono no forno (Adaptado de Silveira; Almeida, 1988).

O carbono é adicionado ao processo como uma mistura de diferentes materiais de carbono, podendo ser utilizado como redutor carbotérmico: coque, carvão vegetal, lascas de madeira. A proporção ou a individualidade desses materiais variam de acordo com o fornecedor das matérias-primas (SCHEI *et al.*, 1998). Os parâmetros importantes na recuperação de silício incluem a porosidade da carga e a resistência elétrica do material de carbono (SLOMAN *et al.*, 2017). A figura 3.5 descreve a visão geral de um processo de produção de FeSi.

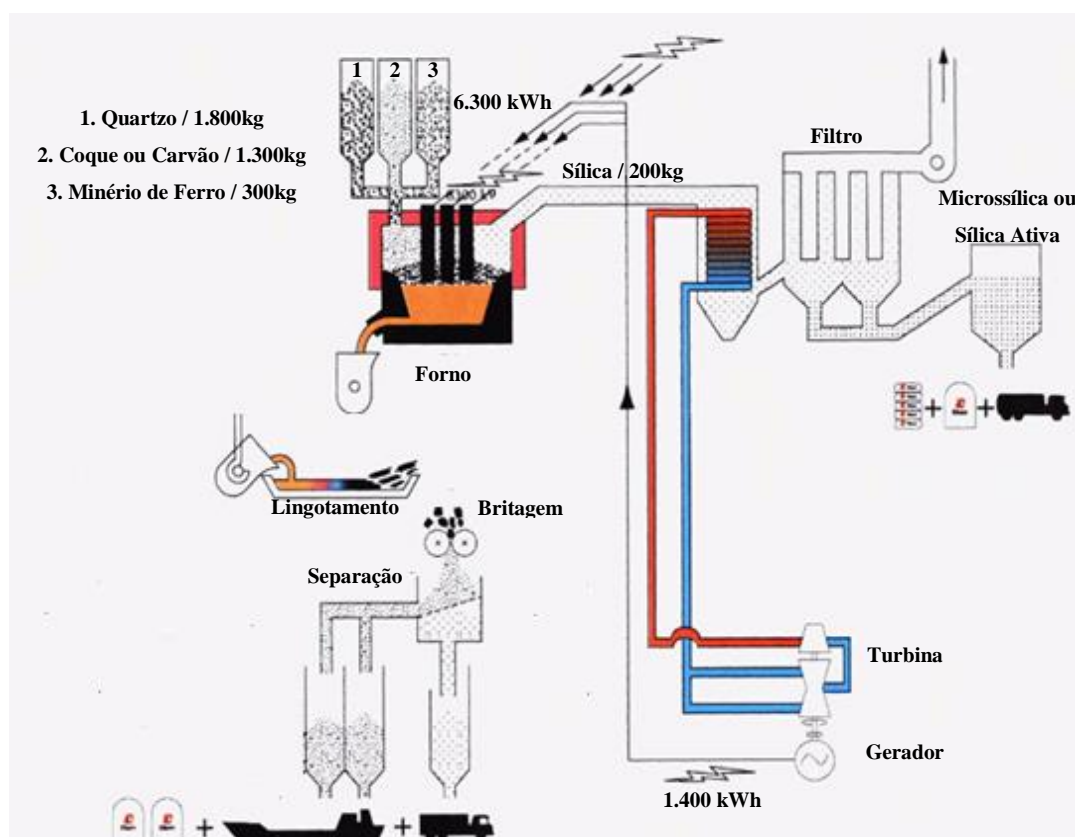


Figura 3.5 – Visão geral de um processo típico de fabricação de FeSi (Adaptado de Schei *et al.* 1998).

Ademais, segundo Kadkhodabeigi (2011) quando os gases gerados no processo - SiO e CO, chegam na zona superior do forno (zona externa), estes reagem em uma combustão rápida e ocorrerão as reações descritas em 3.3 e 3.4.





A $\text{SiO}_{2(s)}$ é produzida na forma de partículas muito finas e o $\text{CO}_{2(g)}$ em alta temperatura. Portanto, a liberação de gases nas chaminés é uma fonte interna de poluição devendo ser encaminhados para o sistema de tratamento de gases na planta de FeSi/ Si metálico (KADKHODABEIGI, 2011; KERO *et al.*, 2017).

Os autores Silveira e Almeida (1988) e Næss *et al.* (2014) descreveram que a densa fumaça que sai dos fornos elétricos de produção de FeSi indica claramente que produtos indesejáveis são formados. O gás expelido contém principalmente CO_2 e sílica ativa (SiO_2), onde o último é coletado no sistema de tratamento de emissões atmosféricas e comercializado como subproduto. O gás CO_2 também pode ser tratado para recuperação de energia.

3.3 As matérias-primas para fabricação de FeSi

A rota tecnológica mais comum para a produção metalúrgica de silício é alimentar quartzo e uma fonte de carbono (por exemplo, carvão, coque ou carvão vegetal) em fornos de arco submerso, que usam eletrodos como condutores elétricos. Assim, será realizada uma breve descrição das matérias-primas utilizadas na indústria metalúrgica objeto de estudo para uma melhor compreensão sobre este trabalho.

3.3.1 O quartzo

Na natureza, o silício combina-se com oxigênio e outros elementos para formar óxidos e silicatos, o silício (Si) é um elemento químico leve com características metálicas e não metálicas. O silício sob a forma de silicatos constitui mais de 25% da crosta terrestre. O quartzo (SiO_2) é usado para produzir ferroligas de silício (SCHEI *et al.*, 1998).

Segundo, Silveira e Almeida (1988) e Schei *et al.* (1998) a matéria-prima fornecedora de silício deve possuir as características do ponto de vista físico (elevada resistência mecânica), metalúrgico (baixa degradação e elevada reatividade), elétrico (elevada resistividade elétrica) e granulometria (usualmente 10,00 – 150,00 mm). Do ponto de

vista químico, para produção das ligas de FeSi será utilizado matéria-prima com baixo nível de impurezas, logo como retrata tabela III.1, descrita por Silveira e Almeida (1988).

Tabela III.1 – Composição química para matéria-prima portadora de silício (Adaptado de Silveira e Almeida,1988).

Composição quantitativa (%)	Óxidos				
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	CaO	TiO ₂
	≥ 98,00	≤ 0,50	≤ 0,01	≤ 0,50	≤ 0,10

3.3.2 O minério de ferro

De acordo com Dana e Hurlbut (1984) e Souza (2005), os principais representantes de minerais portadores de ferro e em maior concentração nos depósitos brasileiros são a hematita (Fe₂O₃), magnetita (Fe₃O₄), goethita (Fe₂O₃.H₂O) e a limonita (2Fe₂O₃.3H₂O). Assim, para Walde (1986) a maioria dos minérios de ferro brasileiros são formados predominantemente por óxidos e hidróxidos de ferro.

Segundo, Silveira e Almeida (1988) as exigências para a matéria-prima fornecedora da carga metálica são similares àquelas feitas para o quartzo, deve possuir as características do ponto de vista físico (elevada resistência mecânica), metalúrgico (baixa crepitação ou baixa degradação e elevada redutibilidade), elétrico (elevada resistividade elétrica), granulometria de tamanho médio, por exemplo, 15,00 - 45,00 mm, 18,00 - 32,00 mm ou 20,00 - 40,00 mm. A composição química com baixo nível de impurezas, logo como retrata a tabela III.2.

Tabela III.2 – Composição química do minério de ferro hematítico e seus principais contaminantes (Adaptado de Silveira e Almeida,1988; Ananina *et al.*,2009).

Composição quantitativa (%)	Óxidos					
	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	CaO	TiO ₂
	≥ 64,00	≤ 1,00	≤ 0,50	≤ 0,04	≤ 0,50	≤ 0,10

3.3.3 Carvão vegetal

O carvão vegetal é proveniente da pirólise da madeira, e por ser um material friável, durante as etapas de produção, estocagem, peneiramento e transporte, poderá vir ocorrer geração de finos em quantidade variável, devido ao processamento e às características físicas desta matéria-prima (BUZIN, 2009). Conforme descreveu Silva (2016), toda esta movimentação provoca fragmentações produzindo cerca de 25,00% de finos com granulometria inferior a 9,00 mm, denominada de moinha de carvão vegetal.

Assim, Suetens et al. (2014) declaram que o material de carbono deve ser selecionado para alcançar a maior eficiência do forno, pois duas propriedades são relevantes: resistência elétrica e porosidade. Alguns ensaios já realizados indicam que o carvão vegetal e cavacos de madeira apresentam uma alta reatividade, contra uma média reatividade do coque metalúrgico, devido a sua estrutura bem porosa e com alta superfície específica do carvão vegetal (FLORES *et al.* 2017).

Já em relação a granulometria para sua utilização como redutor no forno elétrico a arco submerso, Schei et al. (1998) descreveram que poderá variar de 1,00 mm a 30,00 mm. Em contrapartida, Johansen et al. (1991), relataram que o tamanho mínimo crítico para partículas de carvão pode ser de 1,50 mm. A composição percentual de uma amostra de carvão vegetal descrita por Silveira e Almeida (1988) encontra-se na tabela III.3.

Tabela III.3 – Composição percentual da análise imediata do carvão vegetal (Adaptado de Silveira e Almeida, 1988).

Composição quantitativa (%)	Análise imediata de carvão			
	Umidade	Materiais Voláteis	Cinzas	Carbono Fixo
	8,00	24,00	4,00	72,00

3.4 Preparação da carga e seleção das matérias-primas

A maior parte das matérias-primas chega às usinas em caminhões, sendo descarregadas nas pilhas de estocagem. As matérias-primas são conduzidas para as pilhas de estocagem por meio de correias transportadoras ou pás carregadeiras. As correias transportadoras constituem a melhor opção de transporte de matérias-primas dentro das usinas, pois permitem uma maior velocidade no transporte aliada a uma menor geração de finos (CHAVES, 2013).

A preparação da carga exerce uma influência decisiva sobre o desempenho dos fornos. A obtenção de elevados rendimentos das matérias-primas, acompanhados por baixo consumo de energia e elevadas taxas de produtividade, podem ser alcançados por meio de uma correta prática de carregamento em relação a parâmetros químico, metalúrgico e físico, aliada a uma eficaz supervisão das operações. Como uma preparação de carga implica normalmente em custos adicionais nas matérias-primas, um novo balanço técnico econômico que deve ser previamente realizado, sempre que aprimoramentos da carga forem realizados (SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011; HUSTAD, 2018).

Sob o ponto de vista metalúrgico deve-se exigir das matérias-primas:

- i) elevado grau de pureza e ausência em sua composição química de elementos prejudiciais ao processo ou à qualidade do produto;
- ii) estabilidade de teor nos constituintes;
- iii) reatividade adequada.

Sob o ponto de vista físico deve-se exigir das matérias-primas:

- i) faixa granulométrica estrita com diâmetro médio de grão adequado para cada componente;
- ii) elevada resistência à degradação sob os pontos de vista de abrasão, queda, crepitação e redução;
- iii) elevada resistividade elétrica mesmo em altas temperaturas.

De maneira que a natureza física dos materiais da carga com relação à granulometria e conteúdo de finos tem um significativo efeito sobre as condições de operações e

rendimento do forno, as propriedades físicas das matérias-primas são provavelmente mais importantes que suas propriedades químicas. Assim, a utilização de matérias-primas com alto teor de finos resultará em insatisfatórias condições de operação do forno (JOHANSEN, 1997; SILVEIRA; ALMEIDA, 1988; SCHEI *et al.*, 1998; BUZIN, 2009).

Tal como no estudo de Coetsee (2018), que relatou que também para a produção industrial de ligas de ferromangânês utilizando mais amplamente o forno de arco submerso, na maioria das plantas se utiliza carga sob a forma de minério granulado, mas em longo prazo o suprimento é limitado e grandes quantidades de finos são geradas no processamento de minerais. Portanto o desenvolvimento de processos alternativos usando finos de minério (-10,00 mm) é importante.

Os finos baixam marcadamente a porosidade ou permeabilidade da carga, causando uma inadequada distribuição dos gases, perdas elevadas nos gases e formação elevada de fumos, bem como formação de crostas ou pontes de carga, as quais podem resultar em sérias erupções e explosões durante a operação. Portanto, as matérias-primas devem ser adquiridas com baixo conteúdo de finos e em granulação tão próxima quanto possível daquela requerida pela carga, para minimizar geração de resíduos sólidos. Embora as matérias-primas possam ser peneiradas no fornecedor, a formação de finos no manuseio/embarque e no transporte é inevitável. Assim é desejável remover tais finos pelo peneiramento na usina tão perto quanto possível do forno, antes da dosagem da carga (SILVEIRA; ALMEIDA, 1988; MOON; SAHAJWALLA, 2003, 2006; D'ABREU *et al.*, 2008).

3.5 A geração de resíduos metalúrgicos

Os resíduos sólidos provenientes do processamento e fabricação de FeSi geram subprodutos ou resíduos sólidos que podem ser divididos em categorias tais como escórias, finos de quartzo, minério de ferro, carvão vegetal e sílica ativa (SILVEIRA; ALMEIDA, 1988; SCHEI *et al.*, 1998). Os finos gerados em qualquer indústria de transformação ocasionam poluição ambiental, custos, problemas de manuseio, transporte

e estocagem. Assim, conforme descrito no trabalho de Baptista (2016) sempre haverá geração de resíduos provenientes da indústria (Figura 3.6).

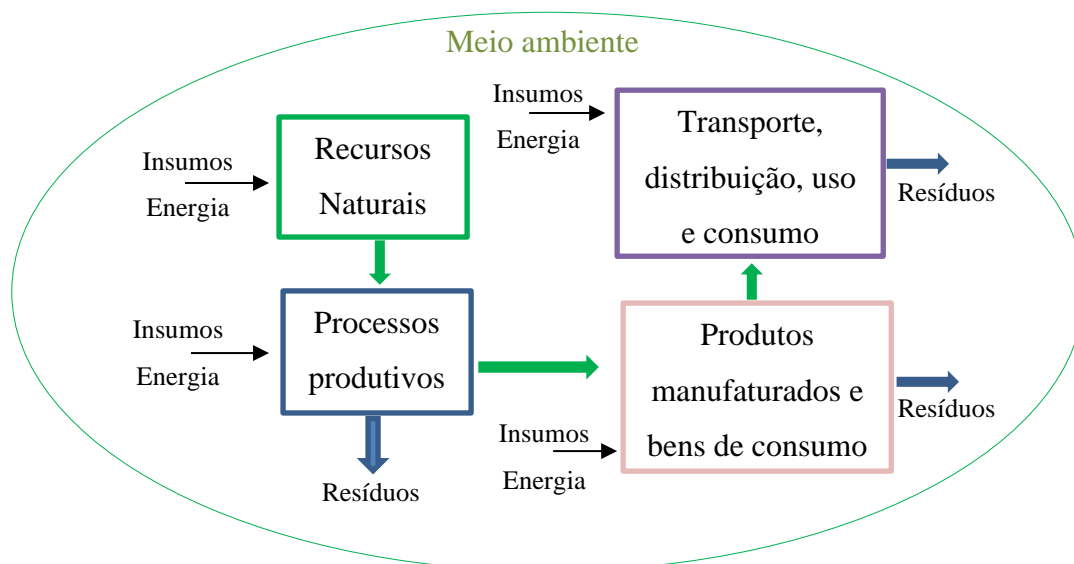


Figura 3.6 – Relação entre meio ambiente e indústria da transformação (Baptista, 2016)

Os resíduos produzidos dos fornos são captados pelo sistema de tratamento de emissões atmosféricas, usualmente são utilizados filtros de mangas. Esses resíduos sólidos, segundo a NBR 10004 (ABNT, 2004), não são perigosos, mas podem causar danos ao meio ambiente quando não gerenciados adequadamente. Na tabela III.4 encontra-se a classificação definida para estes resíduos, conforme laudos descritos durante visitas técnicas em indústrias de ferroligas em Minas Gerais (FEAM, 2010).

Tabela III.4 – Classificação de resíduos sólidos das indústrias de ferroligas e silício metálico do Estado de Minas (FEAM, 2010).

Resíduo	Classificação
Finos de carvão vegetal	IIA
Sílica Ativa	IIA
Finos de quartzo	IIB
Escória	IIA/IIB

Nota: Segundo a norma ABNT NBR 10004:2004, os resíduos são classificados em: resíduos classe II – Não perigosos; – resíduos classe II A – Não inertes. – Resíduos classe II B – Inertes.

Em decorrência da imposição da indústria siderúrgica e de legislações ambientais mais rigorosas, surgem as oportunidades para a inserção de novas tecnologias visando aproveitamento de resíduos. A demanda por materiais sustentáveis na indústria metalúrgica e a busca por alternativas para as cargas dos fornos pautam-se nas possíveis tecnologias aplicáveis à sua reutilização, reciclagem ou recuperação de sua carga metálica, apontando assim tendências e/ou estratégias tecnológicas que possibilitem contribuir para aumentar a sustentabilidade deste setor industrial (LEMOS *et al.*, 2019).

3.5.1 Finos de minério de ferro

Os finos de minério de ferro são gerados devido a degradação da matéria-prima proveniente de seu *lump ore* (minério granulado), relativo às características tecnológicas da matéria-prima e agravadas pela movimentação da carga no próprio processo produtivo (carga, descarga, peneiramento e queda) (SILVEIRA; ALMEIDA, 1988; SCHEI *et al.*, 1998; MOON; SAHAJWALLA, 2003, 2006). Segundo Ray *et al.* (2018), os rejeitos silicatados gerados durante o beneficiamento dos minérios de ferro de baixa qualidade pode ser considerado um recurso valioso para a produção de liga de FeSi.

Como exemplo, cita-se a pesquisa de Noldin Júnior *et al.* (2007), que estudaram o processo de autorredução TecnoRed, que permite em seu processo utilizar como carga aglomerados autorredutores de cura a frio, produzidos com finos de minério de ferro ou outras fontes de ferro (ex.: minérios de baixo teor e alta ganga), mais finos de alguma fonte de carbono (carvão mineral, coque verde de petróleo, carvão vegetal, resíduos carbonosos dentre outros). Estes materiais, homogeneizados com fundentes e ligantes, são aglomerados em briquetadeiras ou em discos tradicionais de pelotização, na forma de briquetes e pelotas respectivamente, e em seguida curados e secados.

De maneira que, visando à redução do custo com destinação e contribuir para a minimização do impacto ambiental e do desperdício de matérias-primas há aplicação de tecnologias emergentes, que se sobressaem na utilização de aglomerados autorredutores como insumo de carga nos fornos elétricos a arco (BUZIN, 2009).

3.5.2 Sílica ativa

A sílica ativa (microsílica) é um resíduo da reação entre quartzo de alta pureza e carvão na produção de silício metálico e ligas de ferrosilício. Também é obtida na produção de outras ligas, tais como ferrocromo e ferro-mangânês sendo esta, constituída por finas partículas amorfas e esféricas de dióxido de silício, massa unitária entre 150,00 – 350,00 kg/m³, com diâmetro médio de 0,10 µm e com área superficial específica próxima a 20.000 m²/kg (MYHRE, 1994; NBR 13956-2/ABNT, 2012).

Na sílica ativa, tem-se como principal característica, a grande quantidade de SiO₂ presente, que, invariavelmente, fica em patamares superiores a 80%, sendo que este teor está diretamente relacionado com a forma de produção existente. As indústrias que adotam o teor de silício na ordem de 75% produzem um rejeito com teores entre 85% e 90% de SiO₂ não cristalina (MEHTA e MONTEIRO, 1994). Segundo SENSALÉ (2000) e a NBR 13956-2 (ABNT, 2012) as principais impurezas são os álcalis K₂O e Na₂O, onde o primeiro encontra-se em teores de 1% a 5%. Impurezas como CaO e MgO ocorrem em teores inferiores a 2%. Os teores típicos dos principais elementos que constituem a sílica ativa segundo Malhotra e Mehta (1996) estão descritos na Tabela III.5.

Tabela III.5 – Composição química típica da sílica ativa proveniente de algumas indústrias metalúrgicas (Adaptado de Malhotra e Mehta, 1996).

Composição percentual elemental (%)	Sílica ativa (indústria silício metálico)	Sílica ativa (indústria FeSi 75%)	Sílica ativa (indústria FeSi 45%)
SiO ₂	94,00	90,00	83,00
Fe ₂ O ₃	0,03	2,90	2,50
Al ₂ O ₃	0,06	1,00	2,50
CaO	0,50	0,10	0,80
MgO	1,10	0,20	3,00
Álcalis	0,10	2,20	2,30
PPC	2,50	2,70	3,60

O termo, sílica ativa é aplicado a partículas extremamente finas e esferoidais de matéria silicosa removidas dos gases, usualmente por filtros de mangas em usinas produtoras de silício metálico ou liga de ferrosilício. O SiO gasoso produzido durante a redução de quartzo oxida em contato com o ar e partículas constituídas essencialmente por sílica não cristalina são geradas (RILEM TECHNICAL REPORTS, 1988; NÆSS *et al.*, 2014).

As partículas de sílica ativa são removidas e coletadas pelos filtros de tratamento dos gases efluentes dos fornos. Assim, em conformidade à legislação ambiental no país, pois o material particulado presente na atmosfera é considerado um poluente primário. Já em relação a sua disposição final como resíduo, a sílica ativa é considerada um subproduto inerte e mediante atribuições da Resolução do CONAMA nº 313 (BRASIL, 2002) e da NBR 10004 (ABNT, 2004), deve-se propor a gestão da sua utilização em relação às finalidades de reciclagem, reaproveitamento e disposição final.

Entretanto, devido à finura de suas partículas haverá necessidade de acondicioná-las em sacarias, tanto para sua comercialização como para a sua disposição final. De modo que, o custo do invólucro para acondicionamento também será adicionado ao custo de recuperação e a disposição deste produto. Porventura, o mercado consumidor da região em que se encontra localizada a indústria metalúrgica, não incorporar a sílica ativa, haverá necessidade de seu encaminhamento em aterro industrial, o que impacta em recursos de gestão ambiental e econômicos (BARATA, 1998).

Contudo, Polyakh *et al.* (2014) avaliaram a utilização da microssílica como promissor matéria-prima para a produção de nanocarbetos de silício e nanocompósitos. Corroborando em pesquisas, que vem sendo discutidas por mais de 25 anos e que demonstram como a síntese de carbetos de silício no forno e sua produção metalúrgica podem ser convenientes para produzir carboneto de silício a partir de microssílica industrial por síntese em forno e metalurgia de plasma.

3.5.3 Finos de carvão vegetal

Os finos de carvão vegetal consistem nas frações resultantes do *undersize* do peneiramento na área dos fornos. Diversas pesquisas promoveram a utilização de finos de carvão vegetal, como alternativa sustentável e econômica no processo produtivo siderúrgico ou metalúrgico.

Buzin (2009) propôs o desenvolvimento de briquetes autorredutores com carepa de aciaria e finos de carvão vegetal, com possibilidade de utilização em forno elétrico a arco. O comportamento dos briquetes foi avaliado qualitativamente em altas temperaturas, o desempenho e os resultados obtidos permitiram concluir a potencialidade da utilização dos briquetes autorredutores com parte da carga de forno elétrico a arco.

Silva (2016) avaliou a adição de pneus inservíveis e moinha de carvão vegetal como aditivos alternativos e inovadores nas misturas de carvões para produção de coque metalúrgico.

Por outro lado, Silva (2018) pesquisou a injeção de finos de carvão nas ventaneiras dos altos-fornos, assim estudou quatro combustíveis: carvão mineral australiano, carvão mineral norte-americano, moinha de carvão vegetal e coque verde de petróleo, realizando a caracterização química, física, mineralógica e a avaliação da eficiência de queima. Em seus resultados a moinha de carvão vegetal apresentou um melhor desempenho de queima e combustibilidade.

3.6 A redução carbotérmica – autorredução no estado sólido

A autorredução é a reação de redução em aglomerados de um óxido metálico e um agente redutor, em que a característica de granulometria fina é um quesito essencial (NARITA, 2015). Este processo vem ao encontro da necessidade da indústria siderúrgica para o reaproveitamento de finos de minérios, finos de carepa, finos de coque e diversos outros resíduos siderúrgicos ou metalúrgicos. O estudo sobre a reação de redução entre a sílica e o carbono tem sido alvo de pesquisas por muitos anos, elenca-se para o fato de que a

redução carbotérmica da sílica é o resultado de diferentes reações químicas que levam à produção de metal nos fornos a arco submerso (SCHEI *et al.*, 1998; LI; TANGSTAD, 2017).

Como o processo de redução da sílica exige elevadas temperaturas, a dificuldade de redução aumenta com o acréscimo do teor de Si na liga, razão pelo qual a fusão redutora ocorre em forno elétrico a arco submerso. De igual modo, nos processos de produção de silício metálico e ferroligas a existência do $\text{SiO}_{(g)}$ é inevitável, entretanto este gás é apenas estável em temperaturas altas (SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011).

Todavia como descreveu Peters (2010), demonstrando pelo diagrama de Ellingham, que o $\text{CO}_{(g)}$ é mais estável em temperaturas muito mais altas que o $\text{SiO}_{(g)}$. Logo, no forno elétrico a arco submerso, o $\text{CO}_{(g)}$ é o agente necessário para o processo de fabricação de ferroligas e silício metálico. Então, a partir de certa temperatura, considerada como temperatura de inversão, ele se tornará redutor do óxido de silício.

As matérias-primas são introduzidas no forno elétrico a arco submerso, e dispostas ao redor dos eletrodos, a sílica é reduzida numa temperatura em torno de 2000°C , conforme descrição da reação 3.5 (VIX-GUTESRL; EHRBURGER, 1997; SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011; HUSTAD, 2018; HASANNEZHAD; MEYSAMI, 2019).



Todavia, o mecanismo de produção de FeSi é muito mais complexo que a reação 3.5, e envolverá a formação do composto intermediário de carbetos de silício (SiC) também conhecido como *Carborundum* (VOROB'EV, 2015). De maneira que, o forno elétrico a arco submerso, é dividido em zonas de alta e baixa temperatura, onde diferentes reações predominam. Elenca-se que na zona de baixa temperatura, onde temperaturas atingem o patamar entre 700°C a 1300°C , haverá formação de SiC e condensação de $\text{SiO}_{(g)}$ nesta região (VIX-GUTESRL; EHRBURGER, 1997; SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI

et al., 2011; HUSTAD, 2018; HASANNEZHAD; MEYSAMI, 2019). Conforme descrito nas reações 3.6, 3.7 e 3.8 que descrevem este processo.

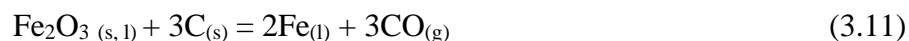


Posteriormente, na zona de alta temperatura, as partículas de $\text{SiC}_{(s)}$ reagem com o $\text{SiO}_{(g)}$ para formar o $\text{Si}_{(l)}$, conforme descrito na equação 3.9. Mas adicionalmente o $\text{SiO}_{(g)}$ formado nesta zona de alta temperatura também fluirá para a zona de baixa temperatura onde reagirá com o C, conforme descrito na equação 3.10 (SCHEI *et al.*, 1998).



Ressalta-se que em termos metalúrgicos, flutuações na composição do quartzo são de importância secundária, enquanto aquelas que afetam a base de carbono do agente redutor tem um impacto muito grande e afetam fortemente a relação carbono/quartzo da mistura, conforme descrito por Schei *et al.*, 1998; Kadkhodabeigi *et al.*, 2011; Hustad, 2018.

Consequentemente, na produção de FeSi, a redução do minério de ferro também abrange várias reações entre as temperaturas de 200°C a 1200°C, estas irão ocorrer na zona de baixa temperatura do forno elétrico a arco submerso, pois, os óxidos de ferro são facilmente reduzidos pelo carbono e se processam praticamente de modo integral nas temperaturas de produção de FeSi. A equação geral que demonstra a reação de redução do minério de ferro está apresentada na reação 3.11 (SCHEI *et al.*, 1998; KADKHODABEIGI *et al.*, 2011).



A reação química descrita na equação 3.6.11 é composta de diferentes outras reações que ocorrem na carga do forno. A natureza endotérmica das principais reações demonstra que a distribuição de calor no material de carga desempenha um papel importante na determinação da taxa de reação em diferentes zonas do forno (KADKHODABEIGI, 2011).

Uma vez que o processo ocorre via intermediários gasosos, a redução do minério de ferro pelo $\text{CO}_{(g)}$ ocorre através da reação de gaseificação do carbono, ou seja, por meio da reação de Boudouard, e ocorre em três etapas, para temperaturas de 700°C a 1200°C (D'ABREU *et al.*, 2008; REIS, 2008; BUITRAGO, 2018) conforme equações descritas nas equações 3.12; 3.13 e 3.14.



Por outro lado, já em relação ao estudo de aglomerados autorredutores, o autor Silva (2012) descreveu em sua pesquisa que estudos são desenvolvidos para entender os mecanismos de autorredução através da reciclagem de carepas provenientes de fornos elétricos a arco. Em suma, o autor destacou que os principais fatores que afetam a cinética da reação já foram identificados como sendo: temperatura, características da atmosfera gasosa, tipo de material carbono, condições de pré-aquecimento e condições experimentais.

Do mesmo modo, Takano e Mourão (2003) descreveram as vantagens da utilização da tecnologia de autorredução devido à flexibilidade de usar diferentes matérias-primas (finos, lodos, pós, dentre outros) e o baixo custo de investimento, resultando em um produto competitivo. Estes autores prepararam diferentes misturas contendo teores variados de carbono, e estas foram então testadas em um leito que combinou camadas de

coque, sinter e pelota autorredutora, sob a temperatura de 1100°C e aplicação de carga. As amostras que continham 10% de cimento como aglomerante passaram também por testes de resistência a frio. Os resultados descreveram que o uso de pelotas aglomeradas com o auxílio do cimento podem ser ferramentas promissoras na busca pela redução do consumo de carbono em altos-fornos, visto sua rápida redução. Assim, também descreveram que o inorgânico cimento *Portland* é o favorito em relação a um orgânico para produção de autorredutores, aglomerados a frio de *pellets* ou briquetes.

De maneira que, como relataram Gasic (2013) e Nemchinova *et. al* (2017), a carga (matérias-primas) são inseridas no forno elétrico a arco submerso para produção de ferroligas ou silício metálico e estas durante o percurso dentro do forno vão alterando suas propriedades físicas e, portanto, sofrem mudança de estado como resultado do aquecimento e das reações envolvidas neste processo. Sendo que em algum ponto, esta carga entra em uma zona de alta temperatura. De modo que, ressalta-se a importância da influência da temperatura sobre a resistência física das amostras de briquetes submetidas a este ensaio, a fim de verificar sua adequação para uso em tais fornos.

Por outro lado, quanto ao caráter metalúrgico e a possibilidade de produtividade de $\text{FeSi}_{(s)}$ a partir dos briquetes autorredutores produzidos foi investigado a partir do Diagrama de fases Fe-Si (Figura 3.7) e assim, pesquisadas as temperaturas de têmpera da liga.

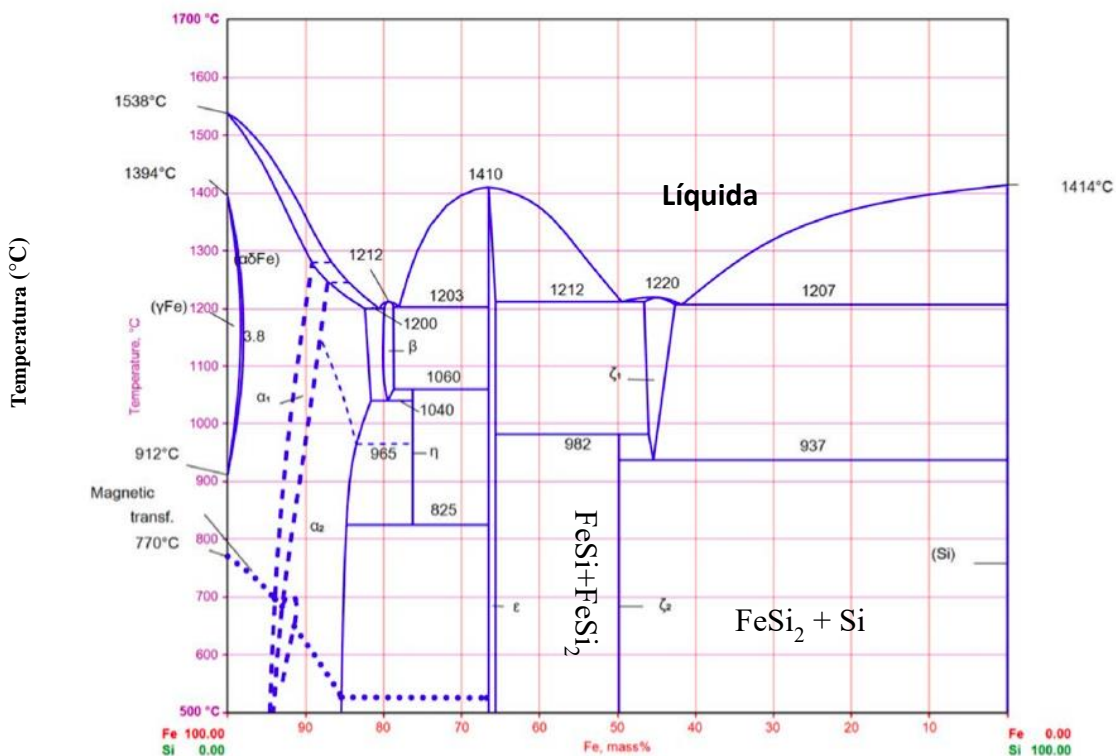


Figura 3.7 – Diagrama de fases do sistema Fe-Si (Adaptado de Massalski et al.,1990)

Assim, conforme descreveu Tangstad (2013) nas temperaturas do ensaio de redução, todo o metal será uma solução líquida de Fe-Si. No entanto, quando ele for resfriado após os experimentos, ele se solidificará em FeSi-FeSi₂ ou FeSi₂-Si, dependendo da quantidade de Si na solução líquida (conforme o diagrama de fases de Fe-Si).

3.7 Briquetagem

A necessidade de cumprir as legislações ambientais cada vez mais rígidas vem impondo ao setor minero-metalúrgico a recuperação de resíduos (finos) provenientes de seu processo produtivo (CARVALHO; BRINCK, 2010). De modo que, a briquetagem surgiu como um método de aglomeração em que esses finos são submetidos por pressão e este material solto é compactado em uma massa densa (FEECO INTERNATIONAL, 2019).

O processo e a primeira patente de briquetagem foram executados por William Easby em 1848, sendo posteriormente aplicado na em escala industrial no final do século XIX,

devido à crise econômica, sendo aplicada briquetagem em finos de carvão mineral nos Estados Unidos. Já no Brasil, uma das primeiras iniciativas de utilização industrial da tecnologia de briquetagem ocorreu no início da década de 1960, em João Monlevade no Estado de Minas Gerais, sendo aplicada para aglomeração de finos de carvão vegetal. Posteriormente, outras empresas no Brasil começaram a aplicar esse processo em suas plantas industriais e outras se especializando na fabricação de prensas para a produção dos briquetes (CARVALHO; BRINCK, 2010).

Segundo Carvalho e Brinck (2010) na aplicação da etapa de compactação dos briquetes há três métodos que são descritos como: i) briquetagem em prensas de rolos, onde o material flui continuamente, entre dois rolos paralelos, com cavidades ou moldes dispostos em sua superfície, de tamanho e forma adequados, rigidamente ligados entre si, girando com a mesma velocidade de rotação, todavia e sentidos contrários; ii) briquetagem por extrusão contínua em máquinas do tipo maromba; (iii) briquetagem em prensas hidráulicas, em que os moldes são preenchidos, de forma intermitente. Na Figura 3.8, exemplifica-se o diagrama esquemático



Figura 3.8– Visão geral da compressão em rolos duplos (Köppern, 2017)

A simplicidade e o baixo custo de operação fazem com que a prensagem por rolos se torne um método comum de aglomeração por pressão. É usado em inúmeros tipos de materiais em diversos segmentos industriais (DEC *et al.*, 2003).

Sampaio *et al.* (2007) citaram que uma vantagem relacionada à briquetagem é a redução do volume do material, implicando em um armazenamento de energia maior em um menor espaço para estocagem. Um dos métodos mais utilizados para aplicação da etapa de compactação dos briquetes é a briquetagem em prensas hidráulicas, em que os moldes são preenchidos, de forma intermitente.

Assim, como descreveu Eremin *et al.* (2003) a composição química e o tamanho dos briquetes são frequentemente especificados antes da operação de briquetagem, logo os índices para caracterização da resistência mecânica dos briquetes servem como principal característica de sua qualidade (e a qualidade do processo de briquetagem como um todo). O conhecimento desses índices torna possível avaliar a capacidade dos briquetes de permanecerem intactos, ao serem expostos a certas cargas de impacto abrasivo (como as aplicadas em testes de tambor), dinâmico (choque), cargas e cargas de esmagamento (relacionadas à resistência à compressão), ou seja, os tipos de cargas que os briquetes sofrerão durante sua utilização.

3.7.1 Briquetagem por pistão em prensa hidráulica

Lemos (2015) descreveu que para este processo de compactação é utilizado uma matriz de aço de alta resistência à compressão, onde será colocado o material. Após a inserção do pó na matriz, misturado e cominuído previamente com ou sem ligante e umidade, é feita a introdução de um pistão nessa matriz e o material é compactado. Sendo, possível variar a pressão de compactação, de acordo com um equipamento de controle da força aplicada (célula de carga). É um processo de produtividade menor, quando se comparado com a briquetagem por rolos. Os parâmetros de briquetagem por pistão são: diâmetro e altura internos da matriz; pressão de compactação; características físicas e químicas dos componentes da mistura.

A figura 3.9 evidencia o conjunto (ou molde), para se promover a briquetagem por pistão em escala laboratorial.

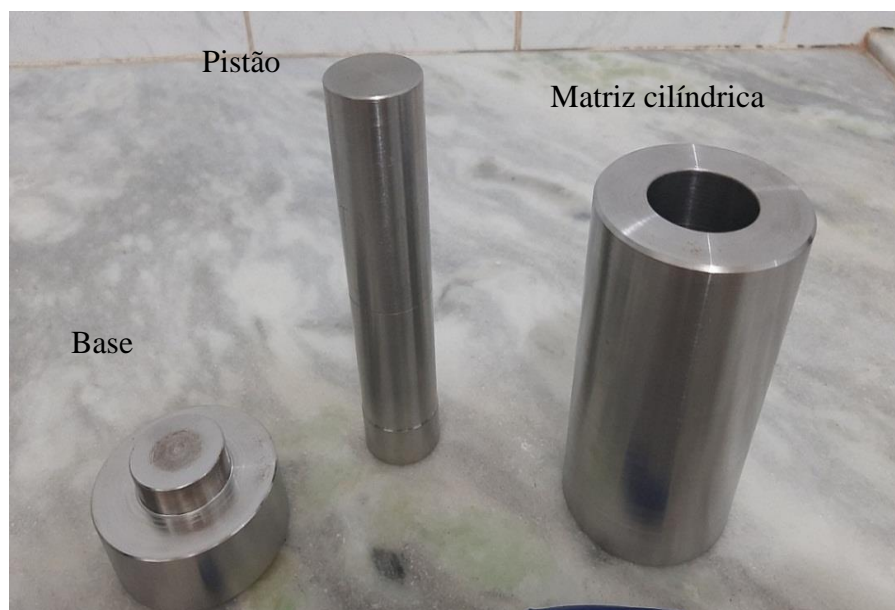


Figura 3.9 – Aparato para molde de briquetagem

3.8 Fatores e propriedades importantes para obtenção dos briquetes

Sampaio *et al.* (2007) declaram que a análise preliminar da viabilidade técnica para elaboração dos briquetes em projeto de instalação industrial é fundamental, portanto, deve-se avaliar a granulometria da matéria-prima; composição; utilização ou não de aglomerantes; ajuste dos teores de umidade da mistura em relação a resistência mecânica necessária; a pressão e a velocidade de trabalho dentre outros.

Assim, os principais fatores de avaliação estão relacionados à resistência mecânica estão atrelados conjuntamente com as condições cinéticas e termodinâmicas que promovam a autorredução (BUZIN, 2009).

Em relação à granulometria adequada à briquetagem dos minérios com densidade elevada é recomendada como sendo inferior a 3,30mm, como foi descrito por Carvalho e Brinck (2010). Além do que como descreveu Lemos (2015) a granulometria da mistura a ser briquetada é importante, pois o aumento da área superficial das partículas eleva a área de contato entre elas.

Além disso, como citaram Sampaio *et al.* (2007) quanto menor for a quantidade de partículas finas, menor será o percentual de aglomerante necessária para gerar um briquete de boa qualidade. Os autores exemplificaram que para briquetagem do carvão, a mistura não pode conter mais de 20,00% das partículas com tamanho menor do que 0,50mm e não mais do que 5,00% de partículas com tamanho menor do que 90 μ m.

Quanto à composição da mistura para produção dos briquetes, a formulação deve ser balanceada de modo a se obter uma composição que mantenha sua atratividade como insumo para à aplicação desejada. Logo para a fabricação de briquetes autorredutores e sua possível utilização como carga complementar em fornos elétricos a arco, a proporção entre as matérias-primas e o agente redutor deve atender a condição essencial de cinética da reação química para redução dos óxidos (BUZIN, 2009).

Por outro lado, Noldin Júnior *et. al* (2007) descreveram em seu trabalho que no interior do aglomerado, após atingir a temperatura de reatividade, o carbono sólido presente produz os gases redutores que são responsáveis pela redução dos óxidos em um ambiente livre de gases inertes. Assim, possivelmente qualquer material fino e com elevado teor de carbono fixo (>50%) pode ser utilizado como agente redutor nos aglomerados autorredutores devido às ótimas condições cinéticas presentes no processo.

Por outro lado, Narita (2015) fabricou aglomerados autorredutores de minério de ferro e carvão fóssil em processo a frio seguido de tratamento térmico e mensurou a qualidade dos briquetes em relação à qualidade de resistência mecânica, onde foram identificadas variáveis de processos: tamanho da partícula, pressão de conformação, proporção de componentes, temperatura de tratamento térmico dentre outras. Evidenciando-se que a necessidade de se impor aos briquetes características de alta resistência mecânica se deve ao fato de se evitar a desintegração e quebra dos aglomerados devido a rigorosas forças aplicadas ao manuseio e transporte (LEMOS *et al.*, 2019).

Outra propriedade importante para produção de briquetes com parâmetros que atendam a viabilidade técnica é o teor de umidade do material antes da adição do aglutinante. A umidade ideal depende do material e do tipo de aglutinante utilizado, além de influenciar

no valor da pressão a ser aplicada. Para estabilizar e aperfeiçoar a umidade nos briquetes é importante que sejam tomados cuidados especiais com o controle do processo, pois a mistura deve possuir característica homogênea e que promova a compactação (SAMPAIO *et al.*, 2007).

De forma que, a utilização de aglutinantes no processo de fabricação dos briquetes se justifica quando o material a ser compactado não possui características intrínsecas de aglutinação (SAMPAIO *et al.*, 2007; CARVALHO; BRINCK, 2010; OLIVEIRA, 2013).

Os pesquisadores Bizhanov *et al.* (2015) estudaram a resistência mecânica de briquetes para aplicação em fornos de produção de ferroligas. Os autores pesquisaram a eficiência da homogeneização preliminar de uma carga briquetada usando um ligante combinado de cimento-bentonita que revelou um novo efeito da resistência a frio, acompanhada por uma mudança no caráter de sua fratura que apresentou uma maior resistência mecânica. Além do que, a representatividade em massa do ligante combinado foi no máximo 5,60% da massa dos briquetes produzidos, que é significativamente menor que o conteúdo necessário do cimento *Portland* usado para prensagem vibratória (10,00 -12,00%).

Em suma, como pesquisado por Singh e Tathavadker (2010) que desenvolveram um processo de aglomeração para utilização de finos de FeMn com granulometria <3,00 mm e produziram briquetes para serem utilizados no processo de fabricação de aço líquido. A mistura de ligantes e finos para produção dos briquetes foi em uma matriz cilíndrica e curado a 150°C durante 1 h. Os briquetes foram produzidos com 30 mm de diâmetro e 20 mm de comprimento e com pressões de compactação de 1,00t; 3,00t e 5,00t. Posteriormente testaram as propriedades de resistência mecânica dos briquetes, sendo o índice de tamboramento e o índice de quebra dos briquetes foram de 95,00% e 98,00%, respectivamente e a resistência à compressão radial foi de 55,00 MPa.

De forma que como exposto por Eremim *et al.* (2003) e Carvalho e Brinck (2010), um dos métodos de ensaios usados para avaliar a qualidade dos briquetes são os testes de resistência ao impacto (teste de queda) e resistência à abrasão (ensaio de tamboramento e abrasão). Na verdade, os índices de resistência mecânica dos briquetes são um fator importante - e muitas vezes o principal fator - que determina seu valor comercial e a

viabilidade de usá-los em diferentes plantas metalúrgicas nas condições intrínsecas destas usinas (EREMIN *et al.*, 2003).

Entretanto, como descreveu Oliveira (2019), a literatura disponível sobre degradação de briquetes é limitada, assim o problema ao usar o teste de queda (*shatter test*) para avaliar a qualidade de briquetes é que não há uma norma padrão desenvolvida para esse tipo de matéria-prima e, por isso, o que acontece é que são usadas diferentes metodologias, que são variações ou adaptações da norma para o sínter.

E isto, além de dificultar a escolha de um método adequado para avaliar briquetes, prejudica também a comparação dos resultados com os valores dos testes de queda para o sínter e pelotas, por exemplo. Soma-se a isso ainda o fato de que os briquetes possuem tamanhos, formatos e volumes muito diferentes de pelotas e granulados, por exemplo, o que influencia diretamente nas forças que atuam sobre eles.

Assim, a avaliação da resistência a frio do sínter pode ser avaliada através de dois testes distintos: os ensaios de queda (*shatter test*) ou os ensaios de tamboramento (*tumbler test*). O *shatter test* tem procedimento estabelecido pela norma JIS M8711 (2011). O objetivo desse ensaio é medir a susceptibilidade do material a degradação e geração de finos pelo efeito de quedas sucessivas. Para isso, o ensaio é feito submetendo partículas peneiradas em 50,00mm, 25,00mm e 10,00mm, sendo agrupadas em uma caixa de amostra, a quedas repetidas de uma altura de 2 metros. Ao final do teste, a amostra de sínter ensaiada é peneirada em malhas de 10,00 mm. O resultado do ensaio, o índice *shatter*, é o percentual em massa da fração retida de 10,00 mm, em relação à massa total de amostra ensaiada.

Assim, de acordo com o trabalho Borowski *et al.* (2017) o índice de quebra dos briquetes deve ser no mínimo de pelo menos 90% Em estudo anterior, Richards (1990) que considerou que para o trabalho de laboratório, um valor mínimo de 50,00% em índice de quebra aceitável para briquetes de combustível desenvolvidos para aplicações industriais e domésticas.

Por outro lado, Al'perovich *et al.* (2008) e Nemchinova *et al.* (2017), relataram que através de extensivos ensaios em laboratório e testes industriais já realizados, verificaram que as partículas de finos agregadas em sua pesquisa deveriam atender os seguintes requisitos: força mecânica adequada (a capacidade de resistir à abrasão e ao desgaste em transporte e carregamento); tamanho uniforme (para permitir permeabilidade uniforme de gás); alta reatividade; resistividade elétrica; estabilidade térmica adequada (a capacidade de resistir mudanças bruscas de temperatura); e porosidade adequada (permitindo a penetração de reagentes gasosos, com aumento correspondente na superfície de reação).

Além, de que para atingir a resistividade necessária do agregado ($0,130 \Omega/m$) a $1200^{\circ}C$, a densidade adequada e a porosidade são $950,00 - 1250,00 \text{ kg/m}^3$ e $45,00\% - 55,00\%$, respectivamente.

3.8.1 Aglomerantes

A briquetagem precisa da adição de um material de ligação (aglomerante) para manter o briquete unido para transporte, formação de briquete e armazenamento, isto quando o material a ser aglomerado não possui resistência à compressão e ao impacto após a compactação (CARVALHO; BRINCK, 2010).

Segundo Zhang *et al.* (2018) os aglomerantes (aglutinantes) desempenham um papel fundamental no processo de produção de briquete. A força, a estabilidade térmica, o desempenho de combustão e o custo do briquete também dependem da qualidade de composição deles. Geralmente, as propriedades exigidas de um aglomerante de briquetes podem ser resumidas da seguinte forma: a) ligação forte; b) não poluente; c) nenhum efeito na liberação de calor e combustibilidade; d) não interferir na constituição dos componentes; e) ambientalmente aceitável; f) economicamente disponível. Com base na diferença de composição do material, o aglutinante de briquete pode ser dividido em três tipos: inorgânico, orgânico e composto.

Os ligantes inorgânicos têm excelentes vantagens, como forte adesão, não poluente, baixo custo e boa hidrofiliabilidade. Argila, cal, gesso, cimento, silicato de sódio e silicato de sódio são comuns tipos de ligantes de briquete inorgânicos. O briquete produzido com ligante inorgânico possui excelente capacidade térmica, mas o teor de carbono fixo e a eficiência de combustão é inferior, o conteúdo de cinzas é adicionado (ZHANG, 2012).

Os aglutinantes orgânicos não só têm um bom desempenho de ligação, mas o briquete preparado com ligante orgânico tem alta resistência à compressão e força do teste de queda. No entanto, o aglutinante orgânico é fácil de decompor em altas temperaturas, resistência mecânica e estabilidade térmica do briquete preparado com aglutinante orgânico são ruins em alta temperatura. O ligante orgânico pode ser dividido em quatro tipos como ligante de biomassa, alcatrão, breu e aglutinante de betume de petróleo, aglutinante de lignosulfonato e ligante de polímero. Os briquetes produzidos com aglutinante orgânico tem melhor resistência a frio, mas seu material volátil é alto, a resistência a quente é pobre, o processo de fabricação e os produtos de combustão são complexos (ZHANG *et al.*, 2001; LUMADUE *et al.*, 2012; MASSARO *et al.*, 2014)

Os aglutinantes compostos são compostos por dois ou mais ligantes, que combinam todas as vantagens de diferentes tipos de ligantes (ZHAO, 2013). Todavia, Carvalho e Brinck (2010), descreveram que os aglutinantes também podem ser divididos de acordo com sua função na mistura. Podem ser do tipo: matriz, filme ou aglutinantes químicos. Os diferentes tipos de aglomerantes estão expostos na Tabela III.6.

Tabela III.6 – Classificação dos aglomerantes

Tipos de Aglomerantes		
Matriz	Filme	Químicos
Alcatrão	Água	Ca (OH) ₂ + melão
Cimento <i>Portland</i>	Silicato de sódio	Silicato de sódio + CO ₂
Asfalto de petróleo	Lignosulfonatos	Epóxi

Kaminski e Peruch (2011) em estudo para aglomeração do resíduo do processo de coqueificação do carvão metalúrgico utilizaram dentre os aglomerantes, o cimento e a

água, para produção de briquetes com os resíduos. De maneira que estes ligantes foram utilizados foram produzidos com a porcentagem em massa de 3,85% a 4,00% para água e 3,70% a 3,85% para o cimento. Os briquetes endureceram rapidamente, e depois de 6 a 10 horas de tempo de cura, eles já puderam ser transportados e armazenados.

Todavia, D'Abreu e Filho (2004) produziram aglomerados cilíndricos utilizando cimento ARI, cal hidratada e cimento AL-61 com o objetivo de avaliar a os resultados de resistência intrínseca, na ruptura sob compressão, a fim de selecionar o mais adequado para fabricação de briquetes de finos de minério de ferro. Logo apresentaram os resultados da resistência intrínseca, na ruptura sob compressão dos mesmos e obtiveram com base em dados experimentais que os aglomerados de cimento AL-61, com relação de água/cimento de 0,30 e cura ao ar de 28 dias foram os que desenvolveram a mais alta resistência a compressão.

Por outro lado, Bizhanova *et al.* (2015) estudaram a influência dos aglutinante combinado na resistência à compressão dos briquetes e na taxa de aumento de força durante o armazenamento sob condições naturais, assim produziram 6 misturas de briquetes autorredutores com resíduos sólidos provenientes da indústria de ferroligas, com composição principal de poeira gerada na produção do ferrocromo (40,00% - 28,00%); lama do convertedor (25,40% - 43,70); minério de ferro concentrado (29,30%); cimento *Portland* (4,00 - 8,00%) e bentonita (0,40% - 0,50%) e sílica granulada (2,00%). Sendo, o resultado do trabalho a efetivação de que com a combinação dos ligantes foi possível reduzir a proporção de cimento *Portland* nas misturas e garantindo uma eficiente resistência mecânica de 84%.

Por outro lado, Nemchinova *et al.* (2017) estudaram a reutilização de pequenas frações de microssílica em agregados (pelotas) que poderiam ser adicionados à carga principal para produção de silício metálico. Assim, estes pesquisadores obtiveram para formulação dessas pelotas, com base na reação simplificada de produção de Silício_(s), a proporção de 24 - 27% de microssílica; 51 - 53% de agente de redução de carbono (uma mistura 1: 1 de coque de petróleo e carvão vegetal); 4 - 5% de finos de silício_(s); 14 - 15% aglutinante (uma mistura 4: 1 de silicato de sódio e pó de eletrofiltro da produção de alumínio).

Portanto, para esse lote de agregados produzidos, a resistência nos testes de queda foi de 82,5%, em média; obtiveram uma estrutura porosa (45,50%) para a formação de uma superfície ativa bem desenvolvida e a densidade aparente correspondente ($1100,00 \text{ kg/cm}^3$), demonstrando que esses agregados suportariam uma operação estável do forno.

Han *et al.* (2014) ao pesquisar sobre a aglomeração de poeira de forno da produção de aço utilizou como um dos aglomerantes o silicato de sódio e descreveu sobre seu mecanismo de redução através da análise do processo de redução do Fe_xO . Os briquetes produzidos com este aglomerante em comparação com os demais sem adição de silicato de sódio foram promovidos a metalização com resultados 4,60% superiores. E ainda através do estudo da exposição destes a elevação de temperatura analisando as imagens por microscopia eletrônica (MEV), percebeu-se que somente em torno de 1000°C as ligações entre as partículas finas da poeira do forno e do aglomerante decresceram.

Assim, para a mistura dos reagentes é de fundamental importância que o aglutinante seja distribuído uniformemente por toda superfície do material, pois a mistura dos reagentes representa uma das etapas mais importantes do processo de briquetagem. Outro fator importante é o teor de umidade do material antes da adição do aglutinante, pois o ajuste da quantidade de água na mistura depende do material e do tipo de aglutinante utilizado, e pode vir a influenciar no valor da pressão a ser aplicada (CARVALHO; BRINCK, 2010).

4. MATERIAL E MÉTODOS

Esta seção visa descrever os procedimentos metodológicos aplicados na pesquisa, como a caracterização dos resíduos metalúrgicos e como foram compostas as misturas para produção dos briquetes em escala de laboratório. Além dos ensaios físicos, químicos e metalúrgicos para avaliar parâmetros de qualidade dos briquetes produzidos.

4.1 A coleta dos resíduos no processo metalúrgico

Para a condução deste estudo, os resíduos do processo de produção utilizados como matérias-primas foram fornecidas por uma indústria metalúrgica de FeSi 75%, de acordo com a DN nº. 217/2017 do COPAM (MINAS GERAIS, 2017), é classificada como sendo de médio porte – $5 \text{ t/dia} \leq \text{Capacidade Instalada} \leq 30 \text{ t/dia}$ – e médio potencial poluidor, localizada no Estado de Minas Gerais no Brasil. médio porte, localizada no Estado de Minas Gerais no Brasil.

As técnicas de coleta foram pautadas na NBR 10007 (ABNT, 2004), as amostras compreenderam as massas de aproximadamente, 300 kg de sílica ativa; 300 kg de finos de carvão vegetal e de 200 kg de finos de minério de ferro. Decerto, essa quantidade de materiais visou compreender massa suficiente para a caracterização, produção, ensaios físicos e os ensaios metalúrgicos dos briquetes autorredutores em escala de bancada, pois, pressupõe-se que essa seja a proporção para atender o balanço de massa para produção de FeSi 75%, conforme foi exemplificado nos cálculos realizados no APÊNDICE I.

De maneira que os finos de minério de ferro e de carvão vegetal são provenientes do sistema de classificação e peneiramento de matérias-primas para a formação da carga dos fornos elétricos a arco submerso. Por outro lado, os resíduos sílica ativa foram coletados do material proveniente do sistema de tratamento de emissões atmosféricas (filtros de manga) dos fornos de produção de FeSi 75%.

Os experimentos foram conduzidos em cinco etapas, com o intuito de realizar a caracterização das matérias-primas, formulação das misturas e para avaliação do desempenho dos briquetes foram subdivididos em quatro etapas.

Para melhor entendimento dos procedimentos adotados, encontra-se apresentado no fluxograma da Figura 4.1, as etapas que foram adotadas como procedimentos metodológicos de produção dos briquetes autorredutores proposta nesta pesquisa.

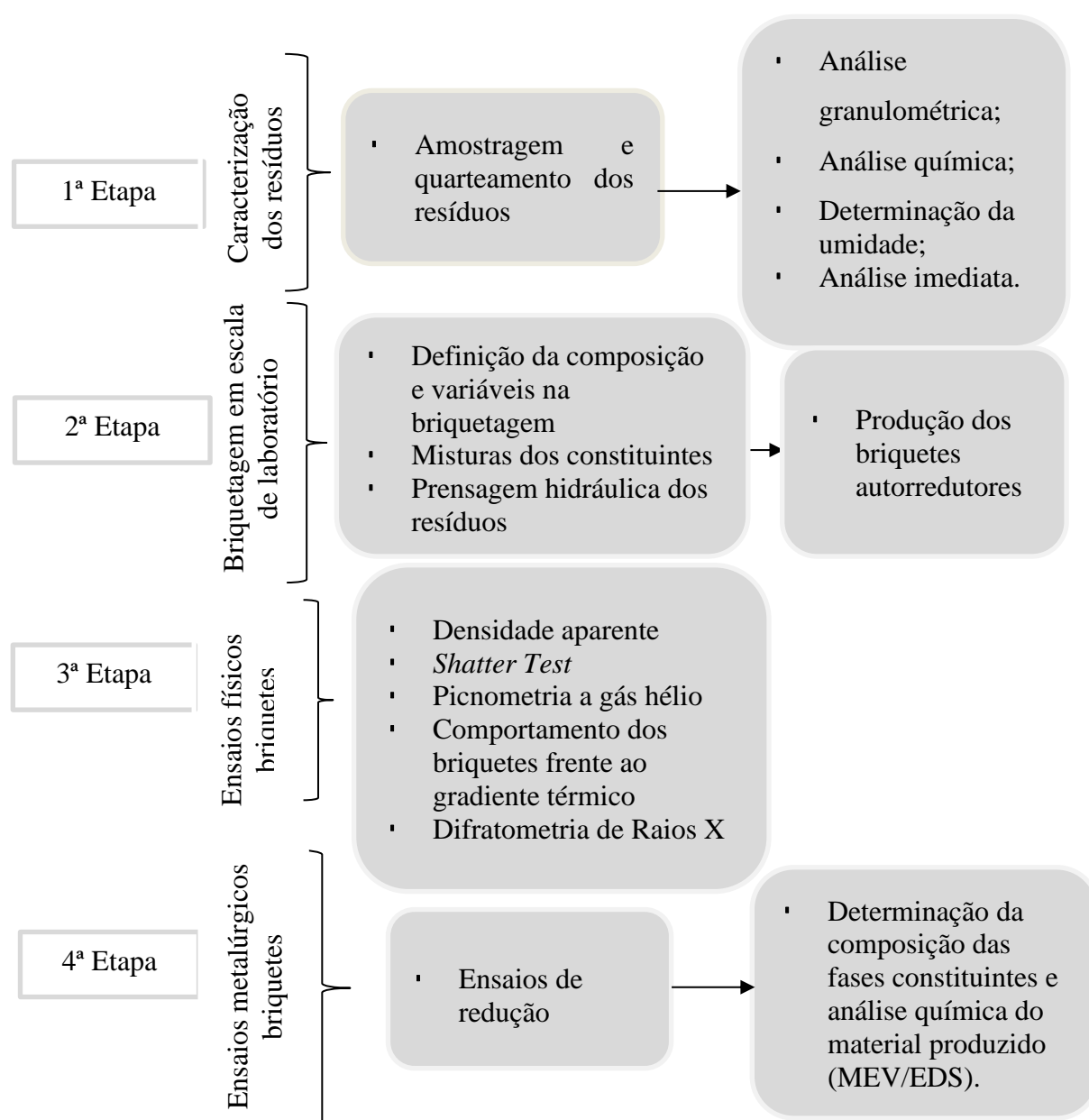


Figura 4.1 – Fluxograma da caracterização dos resíduos, produção e ensaios dos briquetes autorredutores

Nas próximas subseções encontram-se detalhadas cada uma das etapas adotadas nos procedimentos metodológicos.

As amostras de resíduos cedidas para a realização dessa pesquisa possuem granulometria $<3,00\text{mm}$, conforme estudos experimentais de Singh e Tathavadker (2010). Assim, todo o material foi acondicionado separadamente em sacarias de plástico, com massa de 25,00kg em cada saco.

4.2 Preparação dos resíduos utilizados como matérias-primas dos briquetes

As amostras dos finos de minério e carvão vegetal (matérias-primas) para produção dos briquetes autorredutores foram submetidas ao peneiramento em peneira quadrada de 3,00mm, para conferência da granulometria $<3,00\text{mm}$ desejável para a caracterização inicial como finos.

Assim, posteriormente as amostras foram submetidas aos procedimentos de amostragem e segregadas pelo método de quarteamento em pilhas cônicas, até obtenção de frações para realização da caracterização e confecção dos briquetes. As alíquotas segregadas foram utilizadas para caracterização física, química dos resíduos e para a produção dos briquetes (Figura 4.2).



(a) – Sílica ativa

(b) – Finos de minério de ferro

(c) – Finos de carvão vegetal

Figura 4.1 – Procedimentos de amostragem dos resíduos, em que: (a) Sílica Ativa; (b) finos de minério de ferro; e (c) finos de carvão vegetal.

4.3 Caracterização da sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal

Para a caracterização dos resíduos – sílica ativa; finos de minério de ferro e de carvão vegetal –, foram utilizados ensaios físico-químicos, por meio de análises: granulométricas; química; umidade; imediata (teor de umidade, voláteis, cinza e carbono fixo; e via úmida. As análises foram executadas em triplicatas e provenientes de amostras homogeneizadas e quarteadas.

4.3.1 Análise Granulométrica

A análise da granulometria foi realizada em alíquotas de amostras secas dos finos de minério de ferro e de carvão vegetal, através da técnica de peneiramento. Alíquotas da amostra foram passadas por uma série de peneiras com 3,35mm; 2,00mm; 1,00mm; 0,50mm; 0,25mm; 0,15mm; 0,075mm e 0,038mm de abertura, assim como exemplificado na figura 4.3.



Figura 4.3 – Procedimento de classificação granulométrica: conjunto de peneiras inseridas no sistema de vibração.

Esse procedimento consistiu na classificação das amostras em uma série de peneiras, de maneira a observar-se a distribuição da massa dos finos de carvão vegetal e de minério de ferro.

Por outro lado, a caracterização granulométrica da sílica ativa foi realizada utilizando a difração laser que é uma técnica amplamente utilizada para determinação do tamanho de partículas para materiais que vão desde centenas de nanômetros a vários micrômetros (BLOTT *et. al*, 2004; FISHER *et. al*, 2017). Corrobora-se que, devido à sílica ativa ser um resíduo constituído de partículas extremamente finas, granulometria entre $3,80\mu\text{m}$ a $238,30\mu\text{m}$, logo já está implícita a necessidade de utilização desta técnica de medição.

Assim, alíquotas da amostra foram analisadas pela técnica de difração a laser no equipamento Mastersizer 3000, da Malvern Panalytical (Figura 4.4).



Figura 4.4 – Analisador de tamanho de partícula por difração a laser Mastersizer 3000 (Malvern Panalytical, 2021).

4.3.2 Análise química

As análises químicas dos resíduos foram realizadas pelas técnicas de volumetria e de gravimetria para determinação da SiO_2 e do Fe_2O_3 na sílica ativa e nos finos de minério de ferro. Os demais óxidos constituintes dos finos de minério de ferro e das cinzas dos finos de carvão vegetal, bem como da sílica ativa foram analisados pela técnica de espectrometria de plasma acoplado indutivamente (ICP-OES), equipamento da marca Perking Elmer Optima, modelo 7300VD. Os resultados das análises elementares da sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal foram obtidos através de análises realizadas em triplicata. Ademais, a determinação da perda por calcinação (PPC) também foi realizada nos finos de minério de ferro e na sílica ativa.

4.3.3 Determinação da umidade

Para o ensaio de umidade dos finos de minério de ferro primeiramente, foi segregada alíquotas de 300,00g da amostra, de acordo com a norma NBR 3087 (ABNT, 2012). Em seguida, o material foi encaminhado para a estufa por no mínimo 5 horas, a uma temperatura de 110°C , até obtenção de massa constante para as amostras dos finos de minério de ferro. A massa de água foi determinada pela diferença da massa inicial e a massa após a secagem em estufa.

Para a determinação do teor de umidade nas amostras de finos de carvão vegetal, de acordo com norma NBR 8112:1986 (ABNT, 1986) foi segregada uma alíquota de 5,00g da amostra de carvão, que foi encaminhada em cadinho (previamente seco) para a estufa à temperatura de 110°C até a massa permanecer constante, e após o resfriamento, os cadinhos foram pesados novamente.

Para a determinação do teor de umidade nas amostras de sílica ativa, de acordo com a norma NBR 13956-2 (ABNT, 2012) foi segregada uma alíquota de 5,00g, que foi encaminhada em cadinho (previamente seco) para a estufa à temperatura de 110°C por um período de 1 hora, e após o resfriamento, os cadinhos foram pesados novamente.

É relevante destacar que todos os ensaios foram realizados por meio de triplicata para garantir a validação dos dados obtidos. Para determinação da umidade foi utilizado os cálculos das equações 4.1 e 4.2.

$$\text{Perda de massa (g)} : \text{Massa inicial (g)} - \text{Massa final(g)} \quad (4.1)$$

$$\text{Umidade (\%)} : \frac{\text{Perda de massa (g)}}{\text{Massa final(g)}} \times 100 \quad (4.2)$$

4.3.4 Análise imediata do carvão vegetal

A análise imediata foi realizada nos finos do carvão vegetal para determinação dos materiais voláteis (%) e cinzas (%), para posterior obtenção do valor do carbono fixo (%), de acordo com norma NBR 8112:1986 (ABNT, 1986).

Para a determinação do teor de materiais voláteis, a massa de 1,00g da amostra de carvão vegetal previamente seca foi encaminhada à mufla, os ensaios iniciaram com uma temperatura de 150°C por vinte minutos e aumentando gradativamente com variação de 50°C até chegar a 700°C. Posteriormente, o cadinho foi retirado da mufla, sendo esse pesado, após o resfriamento em dessecador. Para determinação dos materiais voláteis foi utilizado os cálculos das equações 4.3.

$$MV : \frac{(M_1 - M) - M_2}{M} \times 100 \quad (4.3)$$

Onde:

MV: Materiais voláteis (%);

M₁: Massa inicial do cadinho(g);

M₂: Massa final do cadinho(g) + resíduo(g);

M: Massa da amostra(g).

Para a determinação do teor de cinzas foi utilizado os cadinhos com amostra do ensaio de materiais voláteis (M1), estes resíduos foram conduzidos à mufla a temperatura de 900°C por aproximadamente 4 horas, para a queima completa da amostra inicial. Após esse procedimento, a amostra foi retirada da mufla e acondicionada em dessecador para o resfriamento e em seguida a pesagem, e determinação do teor de cinzas. Para determinação das cinzas foi utilizado os cálculos das equações 4.4.

$$Cz : \frac{(M_1 - M_2)}{M} \times 100 \quad (4.4)$$

Sendo:

Cz: Cinzas (%);

M₁: Massa inicial do cadinho(g);

M₂: Massa final do cadinho(g) + resíduo(g);

M: Massa da amostra(g).

Para determinação do teor do carbono fixo este foi determinado por diferença, conforme descrito na equação 4.5.

$$CF: 100 - (Umidade + MV + CZ) \quad (4.5)$$

Sendo:

CF: Carbono fixo (%);

U: Umidade (%);

MV: Materiais voláteis (%);

CZ: Cinzas (%).

4.3.5 Definição das características intrínsecas quanto à realização das análises e dos ensaios de caracterização dos resíduos.

Na Tabela IV. 1 estão descritas as normatizações empregadas para a execução dos procedimentos metodológicos e os laboratórios onde foram realizadas a caracterização dos resíduos (matérias-primas) para produção dos briquetes autorredutores.

Tabela IV.1 – Descrição das análises e ensaios realizados para caracterização resíduos. Continua...

Ensaio e análises	Material	Laboratórios	Parâmetros analisados	Metodologia
Análise granulométrica	Minério de ferro	Labore Analysis	Percentual de massa retido na série de peneiras.	NBR 3082:2019 (ABNT, 2019)
	Carvão vegetal			
	Sílica Ativa	ALTMANN S/A	Medição de tamanho das partículas por difração laser	ISO 13320:2020 (ISO, 2020)
Umidade	Minério de ferro	Labore Analysis	Percentual de água na amostra.	NBR 3087:2012 (ABNT, 2012); NBR 13956-2:2012 (ABNT, 2012) e NBR 8112:1986 (ABNT, 1986).
	Carvão vegetal			
	Sílica ativa			

Continuação... Tabela IV.1 – Descrição das análises e ensaios realizados para caracterização resíduos.

Ensaio e análises	Material	Laboratórios	Parâmetros analisados	Metodologia
Análise imediata	Carvão vegetal	Labore Analysis	Materiais Voláteis, Cinzas e Carbono Fixo.	NBR 8112:1986 (ABNT, 1986).
Análise química	Minério de ferro		Fe ₂ O ₃ , SiO ₂ , K ₂ O, Na ₂ O, Al ₂ O ₃ , P ₂ O ₅ , CaO, MgO e MnO.	NBR 13956-2:2012 (ABNT, 2012); NBR 9035:2007 (ABNT, 2007) e NBR 2598-1:2006 (ABNT, 2006)
	Carvão vegetal			
	Sílica ativa			

4.4 Formulação para composição dos briquetes autorredutores

A formulação dos briquetes autorredutores foi realizada mediante aos cálculos estequiométricos do balanço de massa simplificado para produção de 1 tonelada de FeSi 75%.

Efetivamente para saber a quantidade de matéria-prima necessária para produzir 1 tonelada de FeSi 75%, é preciso conhecer a composição química das matérias-primas e da liga metálica que se deseja produzir.

Nessa perspectiva, conforme descreveram Schei *et al.* (1998); Kadkhodabeigi *et al.* (2011); Hustad (2018) para a produção das ligas de FeSi o controle das misturas deve ser realizado de forma quantitativa (quantidade de carbono introduzido na relação carbono/quartzo) e qualitativo (natureza do quartzo, reatividade, distribuição granulométrica das matérias-primas e porosidade da carga).

Em suma, os cálculos para formulação dos briquetes estão descritos no Apêndice I e foram realizados utilizando os resultados obtidos na caracterização dos resíduos (matéria-prima). De forma que para o estudo da confecção dos briquetes foi inserida nesta seção 4, uma subseção de ensaios preliminares que aborda a produção dos briquetes autorredutores avaliando as variáveis aglomerantes e pressão de compressão para definição dos melhores resultados em relação ao comportamento da resistência mecânica para diferentes misturas.

4.4.1 Aglomerantes

Os aglomerantes ou ligantes que foram utilizados e selecionados para confecção dos briquetes autorredutores são a cal hidratada, cimento *Portland* e o silicato sódio. Estes ligantes foram devidamente citados em trabalhos científicos abordados na subseção 3.8, da Revisão Bibliográfica.

Em relação aos estudos descritos anteriormente, foi considerado as proporções dos ligantes, fixadas em até 10,00%, conforme o estudo de Pedro Buzin (2009), de modo que restando 90,00% da massa destinada ao conjunto da sílica ativa, finos de minério de ferro e do agente redutor (finos de carvão vegetal). De modo, que neste trabalho as proporções utilizadas de aglomerantes foram de 0,00%; 2,50%; 5,00%; 7,50% e 10,00%.

As características dos aglomerantes foram fornecidas pelos fabricantes, sendo a composição da cal hidratada de $\text{CO}_2 \leq 7,00\%$; de óxido de cálcio e magnésio não hidratado calculado $(\text{CaO} + \text{MgO}) \leq 15,00\%$ e de óxidos totais na base de não voláteis $\geq 88,00\%$. Por outro lado, a composição do cimento *Portland* de óxido de cálcio (CaO): 44,79%; sílica (SiO_2): 30,44%; alumina (Al_2O_3): 9,71%; óxido de ferro III (Fe_2O_3): 4,23%; óxido de magnésio (MgO): 1,95%; óxido de enxofre III (SO_3): 2,10% e perda ao fogo (PPC): 4,56%.

Ademais, a composição da solução do silicato de sódio que foi empregada como aglomerante no trabalho possui relação em massa $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (Razão) de 3,33; composta

por 8,97% de Na_2O ; 29,84% de SiO_2 ; com 38,8% de sólidos totais; 61,2% de H_2O ; densidade real de $1,40 \text{ g/cm}^3$ e viscosidade de 465,0 cP a 25°C .

4.4.2 Composição das Diferentes Misturas de Resíduos nas Formulações do Briquetes

A formulação das misturas dos resíduos para fabricação dos briquetes autorredutores acompanharam os percentuais calculados do modelo simplificado para produção 1000,00kg de FeSi 75%. Sendo, que a produção dos briquetes autorredutores neste trabalho visa à utilização de alta fração de microsilica na mistura do briquete, aumentando sua reatividade, reduzindo desperdícios no processo produtivo. Em contrapartida, a sílica ativa irá substituir o quartzo e esta foi a matéria-prima fornecedora de SiO_2 para os briquetes autorredutores. Logo, a composição percentual dos resíduos para a produção dos briquetes autorredutores, estão descritos na Tabela IV.2.

Tabela IV.2 – Composição da formulação dos briquetes autorredutores

Material	Composição quantitativa da carga no forno (kg)	Proporção nos briquetes (%)	Aglomerantes (%)
Sílica ativa	1785,71	43,72	0,00; 2,50; 5,00; 7,50; 10,00
Finos de Carvão vegetal	1313,56	32,16	
Finos de Minério de ferro	576,51	14,12	

De maneira que o acréscimo dos aglomerantes quando necessário à mistura, estes foram descontados na proporção da sílica ativa e quando necessário o acréscimo foi na proporção do carvão vegetal na mistura.

Ressaltando que esta decisão foi executada devido ao fato que em termos metalúrgicos, flutuações na composição do quartzo são de importância secundária, enquanto aquelas que afetam a base de carbono do agente redutor tem um impacto mais efetivo na relação carbono/quartzo da mistura, conforme descrito por Schei *et al.*, 1998; Kadkhodabegi *et*

al., 2011; Nemchinova *et al.* (2017); Hustad, 2018. Dessa forma, pretendeu-se com essa estratégia ressaltar o efeito autorredutor dos briquetes.

As misturas para a confecção dos briquetes foram homogeneizadas antes e executadas em um aparato misturador bancada (Figura 4.5), com tempo fixo de 10 minutos.



Figura 4.5 – Aparato misturador de bancada

Considerando-se necessário a adição de aglomerantes, logo o acréscimo foi realizado inicialmente com variações que ocorreram nas proporções de 0,00%; 2,50%; 5,00%; 7,50% e 10,00% embasados em estudos relacionados aos trabalhos de Buzin (2009) e Biszhanov *et al.* (2014).

A pesagem dos materiais para cada formulação foi realizada em uma balança analítica da marca Toledo do Brasil (modelo AS 220R - precisão de 0,01 g a 220g) de 0,001 g de incerteza. Estes pesados individualmente e sendo posteriormente misturados até se obter uma mistura homogênea. A Tabela V.3 demonstra as informações dos *blends* de sílica ativa, finos de minério de ferro, finos de carvão vegetal e aglomerantes estudados para

fabricação dos briquetes. A sigla M significa mistura, e o dígito sucessivo indica o tipo de mistura, no que tange à composição desta.

Tabela III.3 – Misturas produzidas com diferentes composições de sílica ativa.

Sigla da mistura (M)	Proporção dos componentes				
	Sílica ativa (%)	Finos carvão vegetal (%)	Finos minério de ferro (%)	Aglomerantes (%)	
M1	54,00	32,00	14,00	-	
M2	51,50	32,00	14,00	Cimento Portland	2,50
M3	49,00	32,00	14,00		5,00
M4	46,50	32,00	14,00		7,50
M5	44,00	32,00	14,00		10,00
M6	51,50	32,00	14,00		Cal Hidratada
M7	49,00	32,00	14,00	5,00	
M8	46,50	32,00	14,00	7,50	
M9	44,00	32,00	14,00	10,00	
M10	51,50	32,00	14,00	Silicato de sódio	
M11	49,00	32,00	14,00		5,00
M12	46,50	32,00	14,00		7,50
M13	44,00	32,00	14,00		10,00

Evidenciando que a soma das proporções dos resíduos e dos aglomerantes utilizados englobam o percentual em 100%. Cabe destacar que as proporções de água foram adicionadas posteriormente ao fechamento global das formulações das misturas elaboradas, adotando-se quatro níveis de umidade aleatórios para os testes: 0,00%; 5,00%; 10,00% e 15,00%.

Assim, para a produção dos briquetes, foi utilizado três tipos de aglutinante: cimento *Portland*, cal e silicato de sódio em 4 proporções (2,50%; 5,00%; 7,50% e 10,00%) e, com 4 proporções de água (0,00%; 5,00%; 10,00% e 15,00%). O efeito dos tratamentos experimentais nas propriedades dos briquetes foi determinado empregando-se, um esquema fatorial 3x4x4 (3 tipos de aglutinantes com 4 níveis de aglutinante com 4 níveis de água). Por outro lado, para os briquetes sem aglomerantes, houve também a confecção com 4 proporções de água (0,00%; 5,00%; 10,00% e 15,00%), num esquema fatorial de 1x4, sendo somente a água considerada como aglutinante. Assim, totalizando 52 tratamentos.

De maneira que, para tipo de mistura experimentou-se as 4 variações de proporções de água e em contrapartida, foram produzidos inicialmente para execução dos ensaios físicos 5 briquetes para cada tipo de tratamento, totalizando 260 unidades de briquetes.

4.4.3 Briquetagem por pistão

O procedimento de preparação dos briquetes se inicia adicionando às misturas já prontas um percentual em massa em água. A água utilizada foi água potável proveniente da rede pública de abastecimento. A umidade da mistura foi aferida com o auxílio de uma balança analítica da marca Toledo do Brasil (modelo AS 220R - precisão de 0,01 g a 220g) de 0,001 g de incerteza, adotando-se quatro níveis (0,00%; 5,00%; 10,00% e 15,00%) de umidade aleatórios. Este percentual acrescido de água foi calculado em relação ao percentual da massa de mistura utilizada, para que se obtenha a umidade desejada. Em seguida, a realização da mistura manual até completa homogeneização. A próxima etapa foi compactação.

No processo de compactação foi utilizada a técnica de briquetagem por pistão utilizando uma prensa hidráulica da marca Marcon, modelo MPH15 como exemplifica a figura 4.6, com capacidade máxima de força de compactação de 15,00t, já as dimensões da prensa hidráulica utilizada para o desenvolvimento deste trabalho estão descritas no ANEXO I.



Figura 4.6 – Fotografia da prensa hidráulica utilizada na compactação dos resíduos

Dessa forma, as misturas já prontas foram colocadas em um molde cilíndrico, com o auxílio de um êmbolo de aço inoxidável, assim os resíduos foram comprimidos até completar o volume do cilindro (Figura 4.7), já as dimensões dos componentes do molde cilíndrico utilizado para o desenvolvimento deste trabalho estão descritas no APÊNDICE II.



Figura 4.7– Fotografia das peças componentes do cilindro molde utilizadas na fabricação dos briquetes

4.4.4 Ensaios preliminares de compactabilidade para produção dos briquetes

Inicialmente para a realização dos ensaios preliminares utilizou-se a pressão de compactação definida pelo estudo de Singh e Tathavadker (2010), pois estes desenvolveram briquetes com resíduos da indústria de ferroligas. Sendo que, como já descrito na seção 3 de Revisão Bibliográfica, subseção 3.8, as forças aplicadas por estes pesquisadores foram 1,00t, 3,00t e 5,00t.

A primeira etapa estudada nesse trabalho foi entender o comportamento dos três tipos de resíduos componentes dos briquetes autorredutores. Inicialmente, sem adição de água e sem aglomerantes para conhecer o comportamento dos briquetes produzidos com os resíduos com suas características naturais. Em seguida, produzindo briquetes com adição de água e aglomerantes, na proporção mínima (5,00% água e 2,50% aglomerante) e máxima (15,00% água e 10,00% aglomerantes).

De igual modo, os briquetes foram ensaiados para avaliação das forças aplicadas de 1,00t; 3,00t e 5,00t para avaliar quais foram os efeitos, na resistência dos briquetes, aplicando estas forças de compressão, estipuladas para os ensaios de produção dos briquetes autorredutores. Entretanto as duas primeiras forças não obtiveram resistência quando comparada à 5,00 t (aproximadamente 70,84MPa), pois os mesmos pois eles não apresentaram compactação necessária – “esfarelaram” - para a continuação dos ensaios de briquetagem.

Assim, para a produção dos briquetes utilizou-se a pressão de compactação fixa de 5,00t (70,84MPa para o molde utilizado neste trabalho), por ser a força que permitiu aos briquetes uma resistência estrutural suficiente para realização dos ensaios de resistência mecânica.

Em conseguinte, não foram pesquisadas pressões de compactação superiores a 5,00t pois ao alcançar o objetivo proposto de resistência estrutural necessária a briquetagem, eventualmente se estendeu à relação menor força aplicada menor gasto de energia. Pois como relatou Pelegrino (2018) o consumo de energia específico é relacionado a pressão

da prensa operando com o material, a pressão da prensa operando vazia e a capacidade do equipamento; logo quanto maior pressão aplicada maior será a potência e consequentemente o consumo de energia elétrica.

A figura 4.8 representa a metodologia de produção dos briquetes deste trabalho.

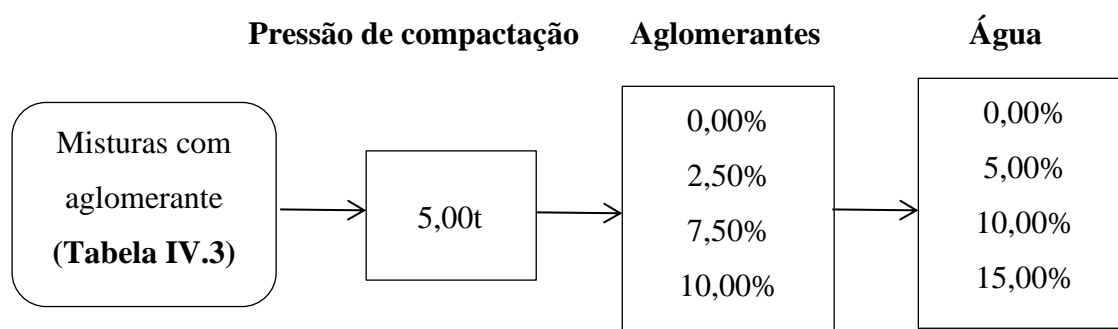


Figura 4.8 – Metodologia aplicada para produção dos briquetes autorredutores nos ensaios

Assim, devido à classificação imposta pelas variações nas misturas, conforme tabela IV.4 e as variações (0,00%; 5,00%; 10,00% e 15,00%) para a adição de água nas misturas, os briquetes foram produzidos e classificados com a sigla BM. Tal qual que, acrescentando na sigla BM a numeração da respectiva mistura de 1 a 13; e posteriormente o dígito (-); a letra A representando a água e seu percentual de adição em numeração de 1 a 4, sendo o número 1 para 0,00%; o número 2 para 5,00%; o número 3 para 10,00% e o número 4 para 15,00%, representando o percentual de água adicionada na respectiva mistura.

Na tabela IV. 4 está descrito a relação dos briquetes produzidos e suas respectivos tratamentos.

Tabela III.4 – – Relação de briquetes produzidos com as variações de composições em misturas e água.

Tratamentos	Classificação dos briquetes	Continuação dos Tratamentos	Classificação dos briquetes
1	BM1 - A1	27	BM7 – A3
2	BM1 – A2	28	BM7 – A4
3	BM1 – A3	29	BM8 - A1
4	BM1 – A4	30	BM8 – A2
5	BM2 - A1	31	BM8 – A3
6	BM2 – A2	32	BM8 – A4
7	BM2 – A3	33	BM9 - A1
8	BM2 – A4	34	BM9 – A2
9	BM3 - A1	35	BM9 – A3
10	BM3 – A2	36	BM9 – A4
11	BM3 – A3	37	BM10 - A1
12	BM3 – A4	38	BM10 – A2
13	BM4 - A1	39	BM10 – A3
14	BM4 – A2	40	BM10 – A4
15	BM4 – A3	41	BM11 - A1
16	BM4 – A4	42	BM11 – A2
17	BM5 - A1	43	BM11 – A3
18	BM5 – A2	44	BM11 – A4
19	BM5 – A3	45	BM12 - A1
20	BM5 – A4	46	BM12 – A2
21	BM6 - A1	47	BM12 – A3
22	BM6 – A2	48	BM12 – A4
23	BM6 – A3	49	BM13 - A1
24	BM6 – A4	50	BM13 – A2
25	BM7 – A1	51	BM13 – A3
26	BM7 – A2	52	BM13 – A4

Assim, totalizou-se 52 tipos de tratamento e em contrapartida, foram produzidos inicialmente para execução dos ensaios físicos 5 briquetes para cada tipo de tratamento, totalizando 260 unidades de briquetes.

Nesta perspectiva, a prensa hidráulica utilizada possui um sistema de medição da força aplicada, em toneladas (t), na superfície superior da amostra, o molde foi preenchido separadamente com cada tratamento sendo colocado internamente à matriz cilíndrica e densificado sob condições operacionais constantes (força de compactação de 5,00t, tempo de compactação de 60 segundos e tempo de cura de no mínimo de 10 dias), totalizando uma massa de, aproximadamente, 30,00g, correspondente à massa de cada um dos briquetes cilíndricos.

Por outro lado, na figura 4.9 apresentam-se os briquetes cilíndricos produzidos para realização dos ensaios, estes representam um determinado tratamento.



Figura 4.9 – Briquetes cilíndricos

A cura dos briquetes foi realizada com tempo mínimo de 10 dias à temperatura ambiente, esse tempo de cura foi pautado em estudos dos autores como D'Abreu e Filho (2004) e Buzin (2009) que utilizaram cura a ambiente.

4.6 Ensaios físicos efetuados nos briquetes autorredutores

As propriedades físicas dão uma indicação do comportamento do material durante o manuseio e a descida no forno. As propriedades metalúrgicas, por outro lado, indicam o comportamento dos materiais durante o processo de redução. Assim, como descreveram Kumar *et al.* (2008), algumas das propriedades que precisam ser consideradas (i) índices de quebra, abrasão ou tamboramento; (ii) porosidade; (iii) composição química; (iv) perda de massa; (v) comportamento de redução e (vi) degradação térmica. O desempenho de um alto-forno depende de uma grande extensão nas características físicas e químicas dos materiais.

Consequentemente, a seleção de elegibilidade dos ensaios para pesquisa do comportamento de resistência física dos briquetes se impõe como a primeira premissa para conhecimento do comportamento estrutural dos briquetes produzidos (KUMAR *et al.*, 2008); MUWANGUZI *et al.* 2012; NEMCHINOVA *et al.*, 2017).

Assim, foi necessário produzir inicialmente cinco briquetes cilíndricos para cada um dos tratamentos estipulados, estes foram devidamente identificados, armazenados (local seco e limpo para evitar contaminação). Em seguida, aguardou-se o tempo de cura de no mínimo 10 dias, posteriormente os briquetes foram medidos (altura e diâmetro) e fotografados antes de iniciar os ensaios físicos.

De modo que, os ensaios físicos foram aplicados seguidamente e em escala de bancada para determinação da densidade aparente e resistência mecânica - ensaios de queda (*shatter test*), ensaios do comportamento dos briquetes frente ao gradiente térmico- e a porosidade.

De como que como descreveu Oliveira (2019) a resistência mecânica dos briquetes de minérios utilizados no setor metalúrgico é determinada usando métodos emprestados de padrões estabelecidos para testes de briquetes de carvão, coque e minério pelletizado. Embora existam métodos de ensaios padrão ISO; ASTM; JIS, para determinar a qualidade dos granulados de minério de ferro, pelotas e sinter, em contrapartida ainda não foram

desenvolvidos métodos padrão para testar briquetes de minério de ferro ou outros constituintes.

De modo que a avaliação da qualidade de briquetes foi feita por meio de medições utilizando procedimentos adaptados para briquetes a partir de testes padrão ISO 616 (ISO, 1995); ISO 8371 (ABNT, 2015); ISO 7215 (ISO, 2015); ASTM D440 (2002) e JIS M8711 (2011), comumente aplicados para pelotas, sínter ou minérios granulados.

Por outro lado, para a realização dos ensaios de redução, estes somente foram aplicados para aqueles dois tratamentos que atenderam aos critérios de elegibilidade, segundo adaptação da pesquisa realizada por Kumar *et al.* (2008); Nemchinova *et al.* (2017).

Em suma, deve-se registrar o fato de que essa seleção se deveu ao alto valor econômico para execução desses ensaios de redução em alta temperatura, agregando-se também à dificuldade de se encontrar este tipo específico de forno e sua funcionalidade devido às características intrínsecas para o conjunto de materiais que compõem os briquetes autorredutores pesquisados. Salienta-se que para execução desses ensaios de redução obteve-se o apoio de pesquisadores da *Norwegian University of Science and Technology* (NTNU) na Noruega.

Em relevância, cita-se que a seleção das propriedades mecânicas, densidade aparente e porosidade, são embasadas nos critérios de qualidade dos briquetes que são características fundamentais e estão atrelados conjuntamente com as condições cinéticas e termodinâmicas que venham a promover a autorredução (EREMIM *et al.*, 2003; AL'PEROVICH *et al.*, 2008; CARVALHO, BRINCK, 2010; MUWANGUZ *et al.*, 2012; BOROWSKI *et al.*, 2017; NEMCHINOVA *et al.*; 2017 e OLIVEIRA, 2019). De modo que, a metodologia para o processo de seleção dos briquetes que foram encaminhados aos ensaios de autorredução, estão descritos na figura 4.10.

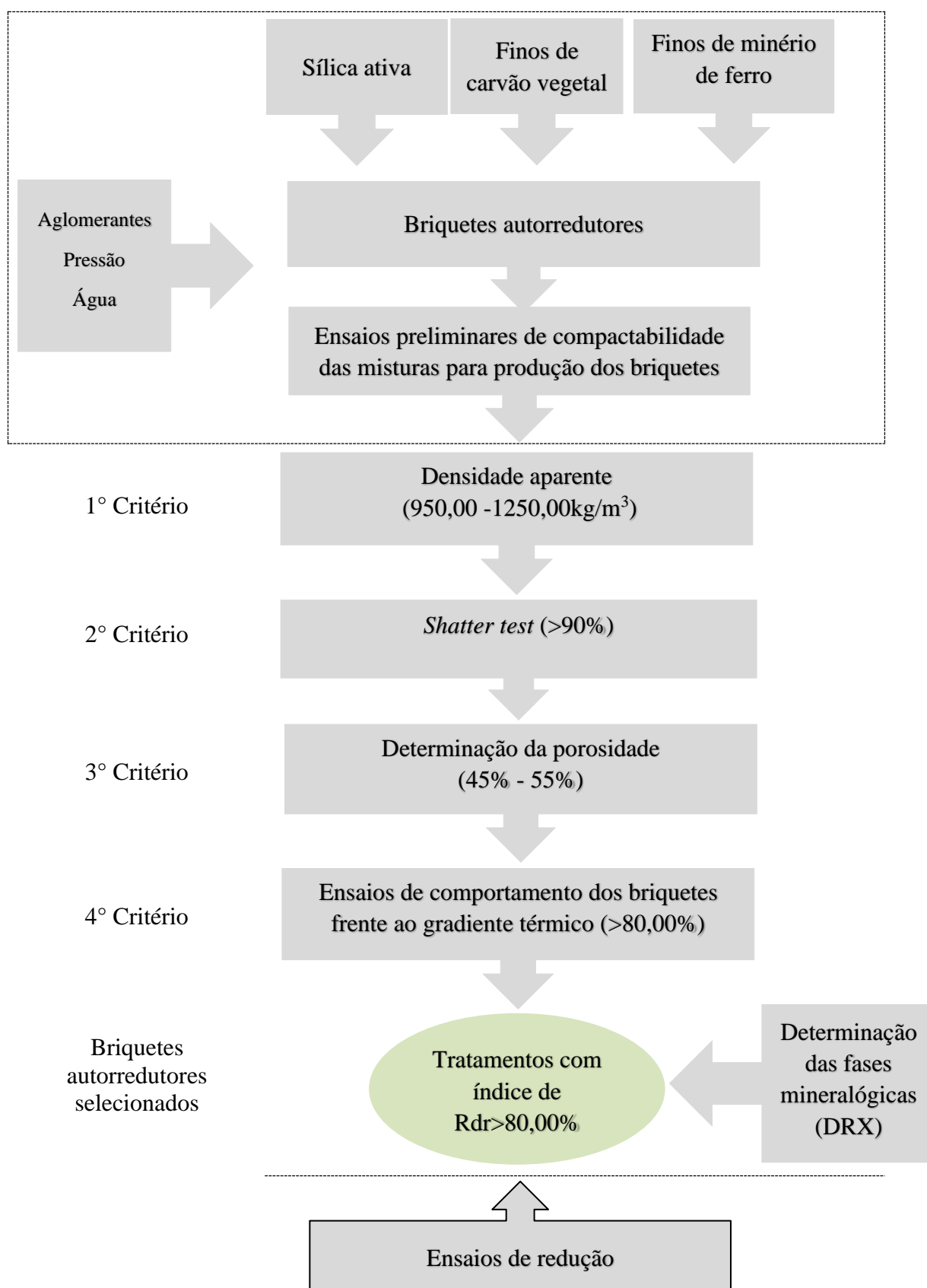


Figura 4.10 – Fluxograma do processo experimental e de ensaios realizados

Em relevância, cita-se que a seleção das propriedades mecânicas, densidade aparente e porosidade, são embasadas nos critérios de qualidade dos briquetes que são características fundamentais que devem atender as condições técnicas e operacionais de sua utilização como carga complementar para uso em SAF e estão atrelados conjuntamente com as condições cinéticas e termodinâmicas que venham a promover a autorredução (EREMIM *et al.*, 2003; AL'PEROVICH *et al.*, 2008; CARVALHO, BRINCK, 2010; MUWANGUZ *et al.*, 2012; BOROWSKI *et al.*, 2017; NEMCHINOVA *et al.*; 2017 e OLIVEIRA, 2019).

4.6.1 Densidade aparente dos briquetes

A densidade aparente (DA, g/mm^3) dos briquetes foi determinada pela relação da massa/volume em um dado teor de umidade. Todavia, posteriormente a unidade de medição da densidade aparente foi transformada para kg/m^3 .

De forma, que para a determinação do volume de cada briquete produzido, foi adotado o volume de um cilindro circular qualquer e então foram feitas medições do diâmetro em três pontos, base, meio e no topo dos briquetes utilizando-se um paquímetro digital (Figura 4.11).

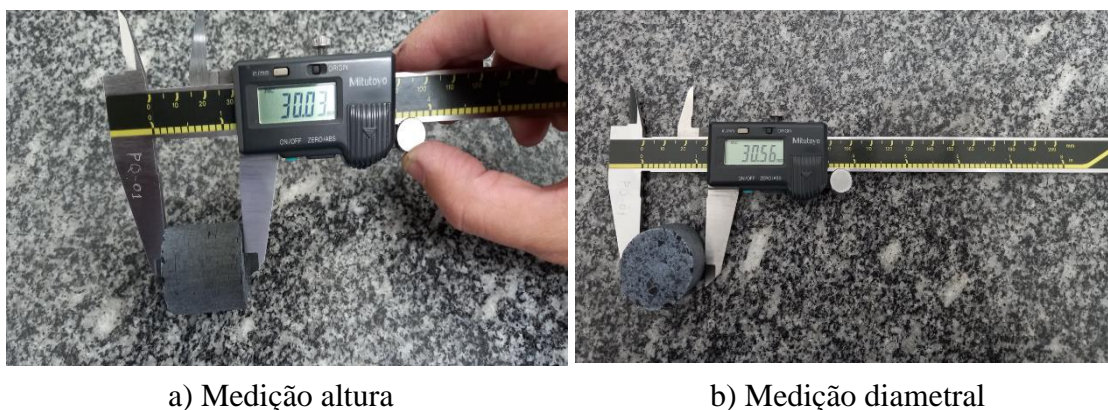


Figura 4.11 – Medição dos briquetes autorredutores utilizando paquímetro digital

A massa foi determinada por meio de uma balança analítica com precisão de 10^{-3}g . Este procedimento foi semelhante ao realizado por Lemos (2015) e Oliveira (2019).

Dessa forma, como já descrito na revisão bibliográfica nos trabalhos de Al'perovich *et al.* (2008) e Nemchinova *et al.* (2017), os autores relataram de que para atingir a resistividade necessária ($0,13 \Omega/m$) a $1200^{\circ}C$, para utilização do agregado em fornos elétricos a arco, a densidade adequada é de $950,00-1250,00kg/m^3$. Para cada mistura pré-definida dos briquetes, mediu-se a densidade de cinco repetições de cada um dos tratamentos briquetes, obtendo-se a média dos valores. Cabe destacar que este parâmetro tem importância para o planejamento do transporte dos briquetes e a sua possível utilização na carga dos fornos ou em outros equipamentos de redução.

4.6.2 Avaliação do *Shatter test*

O teste de queda para avaliação do índice de quebra (*shatter test*) tem sido largamente empregado para avaliação da resistência ao impacto de diferentes tipos de aglomerados como, por exemplo, pelotas, briquetes e minério granulado, além do próprio sinter (KUMAR *et al.* 2012; NEMCHINOVA *et al.*, 2017; OLIVEIRA, 2019). A metodologia para o desenvolvimento dos ensaios com variações ou adaptações foi aplicável à execução dos ensaios para os briquetes autorredutores.

Os testes foram desenvolvidos em briquetes após 10 dias de cura a ambiente, para simular a degradação devido à queda durante o transporte da planta de briquetagem até o topo dos fornos elétricos.

Assim, como a planta de briquetagem deve ser instalada dentro da usina que utilizará estes aglomerados, pois desta maneira os esforços aplicados de abrasão e queda são menores que os aplicáveis nas demais matérias primas.

As variações ou adaptações na metodologia das normas ASTM D440 (2002), ISO 616 (1995) e da JIS M8711 (2011) foram aplicáveis à execução dos ensaios para os briquetes, devido às limitações da altura de queda em relação à massa de briquetes produzidos. Logo, como proposto por essas metodologias o teste de resistência ao impacto consiste basicamente em submeter uma massa do aglomerado a quedas sucessivas de uma altura pré-determinada e após as quedas determinar a porcentagem em massa de partículas

inferior a certo tamanho, valor este que será chamado de índice de resistência à queda. Ou ainda, o tamanho médio dos briquetes antes e depois do teste de fragmentação também pode ser determinado para fornecer informações adicionais sobre sua resistência.

De modo que para os ensaios realizados nesta etapa foi montado um aparato utilizando um tubo de PVC com 100,00mm de diâmetro com uma chapa metálica (espessura de 10,00mm) acoplado ao tubo. Foram realizados ensaios de queda em todas as amostras de briquetes cilíndricos produzidos.

Os procedimentos envolveram pesagem e registro da massa inicial do briquete, seguido por queda gravitacional dos briquetes a altura inicial de 0,30m e posteriormente a altura de 1,50m, como exemplificado na Figura 4.12.



a) Aparato utilizado para ensaio de queda
0,30m

b) Aparato utilizado para ensaio de
queda 1,50m

Figura 4.12 – Fotografias dos aparatos utilizados durante os ensaios de queda

A queda inicial na altura de 0,30m foi repetida cinco vezes para cada briquete e posteriormente, a massa dos briquetes foi pesada e seu tamanho anotado. A porcentagem de perda de material foi calculada pela equação 4.7.

$$\% \text{ perda material} : \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100 \quad (4.7)$$

Onde:

M_1 : massa do briquete antes do ensaio (g)

M_2 : massa do briquete depois do ensaio (g)

Foi possível utilizar os 52 tratamentos dos briquetes produzidos, conforme já descrito na tabela IV.5, no ensaio de queda na altura inicial de 0,30m. Entretanto, somente os briquetes que obtiveram valores de perda de material, iguais ou inferiores a 10,00%, foram posteriormente produzidos para a sequência dos ensaios de queda em altura de 1,50m. De modo que, todos os resultados de resistência mecânica para ambos os ensaios de queda foram expostos na seção 5, subseção 5.3.2.

Assim, o procedimento metodológico para a queda gravitacional de 1,50m envolveu a fabricação de mais 5 briquetes de cada tratamento que atenderam estes critérios estabelecidos (BM01-A2; BM01-A3; BM01-A4; BM02-A3; BM02-A4; BM03-A3, BM03-A4; BM04-A3; BM04-A4; BM05-A3; BM05-A4; BM06-A4; BM07-A4; BM08-A4; BM09-A4; BM10-A4; BM11-A3; BM11-A4; BM12-A3; BM12-A4; BM13-A2; BM13-A3; BM13-A4) totalizando outras 115 unidades de briquetes.

Dessa forma foi realizada a pesagem e o registro da massa inicial dos briquetes e posteriormente, estes foram submetidos à queda. Em seguida, foram individualmente passados através de uma peneira 9,50mm, enquanto a massa do briquete retido na peneira era registrada. Esta faixa granulométrica foi definida devido a ser a malha inferior limitante para inserção de matérias-primas nos fornos elétricos de produção de FeSi (AASLY, 2008; KADKHODABEIGI, 2011; NEMCHINOVA *et al.* 2017)

O índice de quebra foi obtido em uma série de cinco briquetes, por mistura produzida, sendo a média calculada dessas cinco séries. Assim, o resultado do índice *shatter* foi à porcentagem em massa da fração passante em 9,50mm que foi definida como índice de geração de finos por queda. Sendo o percentual em massa da fração passante do briquete (M_1), em relação à massa total da amostra de briquete ensaiada (M). A fórmula para o

cálculo do índice de quebra está descrita pela equação 4.8 e a fórmula para Resistência *Shatter* (R) está definida na equação 4.9.

$$\text{índice de quebra} : \frac{M_1}{M} \times 100 \quad (4.8)$$

Onde:

M₁: massa do briquete passante na peneira de 9,50mm (g)

M: massa do briquete antes da quebra (g)

$$R : 100 - (\%) \text{índice de quebra} \quad (4.9)$$

Onde:

R: Resistência *Shatter* (%)

Assim, já é pressuposto que o teste de resistência à quebra é considerado o melhor diagnóstico geral da resistência dos briquetes. De maneira que, o objetivo deste ensaio foi obter valores da resistência a frio dos briquetes, em um ensaio não padronizado por normas internacionais.

De maneira que, ao considerar, a resistência a queda estabelecida ao coque das usinas brasileiras, resistência *shatter* acima de 90,00% são considerados adequados. Logo, somente as amostras de briquetes que obtiveram valores de resistência à quebra, iguais ou superiores a 90,00%, foram produzidos para a determinação da porosidade.

4.6.3 Determinação da porosidade pela técnica de picnometria a gás hélio

Esta análise também foi realizada para os briquetes que obtiveram resultados iguais ou superiores a 90% para o ensaio de resistência a queda (1,50m). A análise de porosidade é um parâmetro importante na determinação da resistência física e da resistividade elétrica, conforme já descrito na revisão bibliográfica. Al'perovich *et al.* (2008) e Nemchinova *et*

al. (2017), relataram de que para atingir a resistividade necessária ($0,13 \Omega/m$) a $1200^{\circ}C$, para utilização do agregado em fornos elétricos a arco, a porosidade adequada é de 45,00-55,00%.

Efetivamente, o procedimento técnico da análise de picnometria gasosa emprega o uso de um gás inerte (hélio) sobre a superfície de uma amostra. De modo a aplicar o Princípio de deslocamento de Arquimedes para avaliação do volume ocupado por uma forma irregular. O gás de deslocamento preencherá todos os espaços dentro da célula de amostra, incluindo, quando a amostra material está presente, poros dentro dessa amostra. O equipamento utilizado foi o Ultrapyc modelo 5000 da marca Anton Paar (Figura 4.13).



Figura 4.12 – Picnômetro a gás, série Ultrapyc modelo 5000 da marca Anton Paar (Anton Paar, 2020)

De modo que, estes parâmetros estão descritos na seção de resultados e para calcular a porosidade dos briquetes foi utilizada a equação 4.10.

$$\text{Porosidade} : \frac{Vg - Vp}{Vg} \times 100 \quad (4.10)$$

Onde:

Vg: volume geométrico (g/cm^3);

V_p: volume picnômetro (g/cm³).

4.6.4 Ensaios de comportamento dos briquetes frente ao gradiente térmico

A influência da temperatura na força (integridade) dos briquetes autorredutores foi analisada naqueles tratamentos que atenderam aos critérios de porosidade entre 45% - 55%. O ensaio proposto avaliou qualitativamente e quantitativamente as características físicas de resistência à alta temperatura dos briquetes confeccionados.

Entretanto como não é um ensaio normalizado, os procedimentos para quantificação deste ensaio foram baseados nos ensaios do índice de crepitação que é uma das principais características metalúrgicas de granulados de minério de ferro para uso em reatores de redução.

Assim, para realização dos ensaios de degradação frente a gradiente térmico foram realizadas adaptações em diversas, entretanto permitindo-se embasar nas normas NBR ISO 8371 (ABNT, 2015); ISO 7215 (2015) e nas pesquisas de Nemchinova *et al.* (2017) que estudaram características físicas e metalúrgicas dos briquetes provenientes dos resíduos da produção de silício metálico para utilização em fornos elétricos de ferroligas

De modo que, no procedimento experimental deste ensaio, diferentes patamares de temperatura foram empregados para análise da degradação térmica dos briquetes. Os ensaios foram realizados em forno mufla de laboratório de marca Quimis, modelo Q-318M24, com variação de temperatura de 0°C a 1200°C em incrementos de 300°C. De modo que, foram colocados 3 briquetes de cada tratamento (aproximadamente 100,00g), respectivamente em cada um dos patamares de temperatura: 0°C a 300°C; 600°C a 900°C e 900°C a 1200°C, e estes mantidos na temperatura máxima especificada por 60 minutos. A figura 4.14 apresenta o forno mufla e a peneira utilizada nos ensaios.



Figura 4.14 – Forno mufla e peneira utilizada nos ensaios de degradação frente à gradiente térmico.

Já no final do experimento, as amostras foram removidas do forno e resfriadas à temperatura ambiente. Os briquetes foram pesados, antes e depois do tratamento de pré-aquecimento e posteriormente foram submetidos ao peneiramento em peneira granulométrica com malha de 9,50mm. Ou seja, a resistência ao gradiente térmico foi determinada como o percentual retido acumulado na peneira de 9,50mm, sendo esta malha tomada como referência devido a ser a granulometria mínima para inserção de matéria-prima nos fornos elétricos a arco.

Com base nisso, a resistência em relação a influência da temperatura nos briquetes autorredutores (R_{dr}) foi calculada pela equação 4.11.

$$R_{dr} : \frac{M_1}{M} \times 100 \quad (4.11)$$

Sendo:

M_1 : é a massa dos briquetes retida em malha de 9,50 mm (g);

M é a massa do aglomerado inicial (g).

Assim, somente foram selecionados para avaliação de sua redução os tratamentos de briquetes autorredutores que apresentaram valores de $R_{dr} > 80\%$ (KULIKOV E ISTOMIN (2004; NEMCHINOVA *et al.*, 2017; SWIRKOWSKY, 2018).

4.6.5 Determinação das fases mineralógicas por difração de raios X (DRX)

As amostras dos tratamentos que obtiveram o valor de $R_{dr} > 80,00\%$ foram submetidas a análises qualitativas por difratometria de raios X (DRX), no Departamento de Engenharia de Minas (DEMIM) da UFMG.

O difratômetro utilizado foi um equipamento da marca Philips PANalytical modelo PW1710, usando radiação $\text{CuK}\alpha$ e monocromador. Os difratogramas foram obtidos passo de $0,06^\circ(2\theta)$, a 40kV e 40mA. O método de análise se baseou na comparação dos valores das distâncias interplanares e das intensidades dos picos nos difratogramas das amostras analisadas e uma amostra de referência, utilizando o padrão do banco de dados PDF-2 Release 2010 do ICDD – International Centre for Diffraction Data e o software X'Pert HighScore PLUS versão 4.0.

4.7 Análise de parâmetros metalúrgicos dos briquetes autorredutores

As avaliações do comportamento metalúrgico são determinantes para investigação das fases metálicas e carbonosas dos briquetes autorredutores em função das temperaturas experimentais, bem como seu caráter autorredutor.

Salienta-se que os critérios adotados como condição pré-estabelecida para seleção dos tratamentos dos briquetes autorredutores conciliam com as premissas estabelecidas para seleção da carga no SAF. De modo que, devido a imposição da consonância desses requisitos e com base na reduzida quantidade de tratamentos que atenderam a todos os critérios não foram necessários a realização de testes estatísticos inferenciais.

4.7.1 Ensaios de redução-fusão

A avaliação das amostras dos tratamentos dos briquetes autorredutores que foram selecionados com $R_{dr} > 80,00\%$, foram experimentadas em diferentes temperaturas para verificação de sua aplicabilidade como carga complementar, estas simulando as zonas

intermediária e interior do SAF, buscando relacionar ao contexto de produção de ferroligas e Si metálico. Conforme determinaram Kadkhodabeigi *et al.* (2011); Nemchinova *et al.* (2017); Hustad (2018), Broggi *et al.* (2020); Folstad *et al.* (2021); Aarnæs *et al.* (2020), os ensaios de fusão têm como finalidade avaliar a composição dos produtos obtidos no processo, por meio da investigação da liga final.

De modo que, o rendimento e o comportamento autorredutor dos briquetes selecionados, foram pesquisados para confirmar sua aplicabilidade na produção de FeSi. Assim, foi utilizado um forno de tubo de grafite com temperatura máxima de operação de $2000^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, no laboratório do Departamento de Ciências e Engenharia da Universidade de Ciência e Tecnologia da Noruega (NTNU).

O equipamento é dividido em duas partes, sendo essas: i) câmara de reação, localizada na parte superior, e ii) câmara de produção de gás, na parte inferior. Uma visão geral do sistema é demonstrada na Figura 4.15.

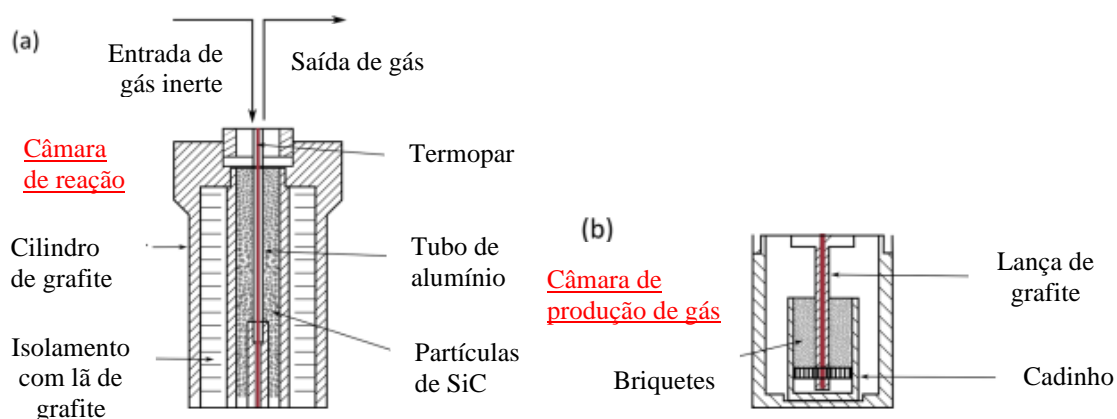


Figura 4.15 – a) Câmara de reação; b) Câmara de produção de gás (Broggi *et al.*, 2020)

No sentido de homogeneizar a atmosfera dentro do forno foi purgado gás hélio (He) antes de iniciar os experimentos, e a pressão foi reduzida para 0,18mmHg, antes de injetar gás inerte a 1atm. O He_(g) foi utilizado em fluxo com taxa de 0,10l/min.

Assim, no cadinho de grafite (especificações técnicas descritas no ANEXO II) foi colocado aproximadamente 25,00g em massa do briquete autorredutor que em seguida, foram introduzidos no forno e aquecido em temperaturas especificadas (Tabela IV.5).

Tabela III.6 – Matriz experimental para os ensaios de redução

Ensaio de redução	Temperatura (°C)	Intervalo de tempo (min.)	Tempo na temperatura alvo (min.)	He _(g) (L/min.)
1	1500	00:25:00	30	0,10
	1800	00:15:00		
	1800*	00:30:00		
	25	00:30:00		
2	1500	00:25:00	30	0,10
	1850	00:15:00		
	1850*	00:30:00		
	25	00:30:00		
3	1500	00:25:00	30	0,10
	1750	00:15:00		
	1750*	00:30:00		
	25	00:30:00		
4	1700	00:25:00	30	0,10
	2000	00:15:00		
	2000*	00:30:00		
	25	00:30:00		

Nota: * temperatura alvo (°C) para a realização do teste.

Ressalta-se que houve necessidade de executar um ensaio preliminar para investigação do comportamento dos briquetes autorredutores desta pesquisa. Assim, uma amostra de um determinado tratamento com massa de 24,65g foi selecionado para execução do experimento de redução em temperatura de inserção imediata a 2000°C e mantido por 30 minutos neste sistema. A intenção foi verificar o quanto de massa do briquete seria consumida e assim, medir o que restaria de material. Dessa forma, podendo definir se o

tempo poderia ser ou não prolongado, estabelecendo a metodologia de temperaturas alvo e o tempo de exposição para os experimentos de redução.

Então, após o ensaio exploratório sobraram apenas 4,50g da amostra do tratamento pesquisado (Figura 4.16). Assim, devido a essa grande perda de massa executou-se somente o ensaio em temperatura alvo a 2000°C, somente para esse tratamento experimental. Cabe destacar, que devido a esta ocorrência há indicação de que a maior parte do silício deixou o sistema experimental como gás SiO; como descrito pela reação da equação 4.10:



Figura 4.16 – a) Material fundido dentro do cadinho de grafite; b) Material fundido coletado do cadinho de grafite

De modo que, na temperatura investigada (2000°C) na câmara de produção de gás, a reação química é descrita pela equação 4.9:



Assim, demonstrou-se a viabilidade que uma menor quantidade de gás SiO seja formado e por outro lado uma maior quantidade de SiC, pois este seria um produto preliminar para

produção de FeSi ou Si metálico, conforme descrito nas reações parciais das equações 4.11 e 4.12:



De maneira que foi proposto a realização dos experimentos em gradientes térmicos com temperaturas de introdução das amostras inferiores a 2000°C (Tabela IV.5). Ressalta-se que, devido a limitação de tempo e recursos financeiros optou-se por realizar os ensaios de redução aplicando em diferentes patamares de temperatura para os tratamentos, mas sem a realização de repetições dos ensaios experimentais.

Posteriormente, o material remanescente resfriado à temperatura ambiente foi retirado do cadinho de grafite. Nestas amostras foram realizadas análises de imagens por microscopia eletrônica de varredura e análises semiquantitativas por espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS).

4.7.2 Microscopia eletrônica de varredura

As análises via microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram realizadas nas amostras após os ensaios de redução, no laboratório do Departamento de Ciências e Engenharia da Universidade de Ciência e Tecnologia da Noruega (NTNU).

As imagens foram produzidas por MEV da marca Zeiss modelo Sigma 300. O microscópio também estava equipado com EDS da marca Bruker para determinar a composição química de pontos de interesse. Imagens geradas por elétrons retroespalhados (BSE) foram utilizadas para investigação e análise das fases produzidas.

Para o processo de preparação das amostras para análise em MEV foi utilizado fundição, corte e polimento, sendo prosseguido da seguinte forma:

i) os cadinhos foram fundidos em resina epóxi de iodo;

- ii) os cadinhos fundidos foram cortados com máquina lâmina de corte Labotom-5, utilizando lâmina de diamante (inicialmente cortados em seção transversal – Figura 4.17(a); em sequência o corte foi realizado no fundo do cadinho – Figura 4.17(b) e posteriormente, no topo do cadinho – Figura 4.17(c));
- iii) amostras cortadas foram novamente fundidas em resina epóxi comum;
- iv) moídas e polidas;
- v) revestidas com carbono para análise no MEV.

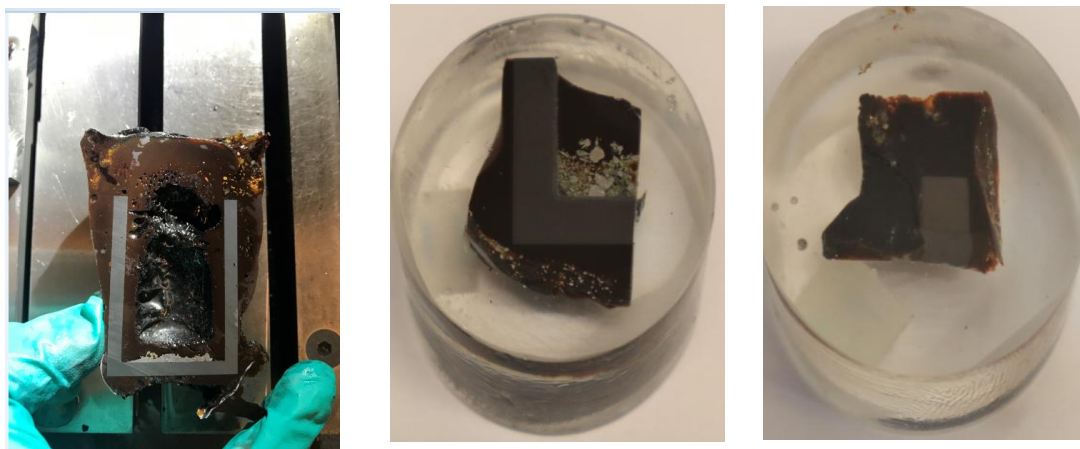


Figura 4.17 – a) Cadinho cortado em seção transversal; b) Corte do fundo do cadinho e c) Corte do topo do cadinho

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir são apresentados os resultados referentes aos ensaios de caracterização dos resíduos (finos de carvão vegetal e de minério de ferro e a sílica ativa). Posteriormente são apresentados os resultados dos ensaios físicos: densidade aparente, *shatter test*, porosidade, comportamento frente a gradiente térmico e os resultados obtidos nos ensaios metalúrgicos aplicados aos briquetes autorredutores.

5.1 Caracterização das amostras

5.1.1 Análise granulométrica

O ensaio de granulometria corresponde ao processo no qual se obtém as informações a respeito do tamanho das partículas de um material sólido. A grandeza associada à distribuição granulométrica do material correspondente à abertura nominal, em milímetros, da malha de uma peneira.

O gráfico da análise granulométrica de frequência por difração a laser (Figura 5.1) demonstra a distribuição do tamanho de partícula na sílica ativa, onde se observa um comportamento de seleção multimodal em diferentes faixas granulométricas.

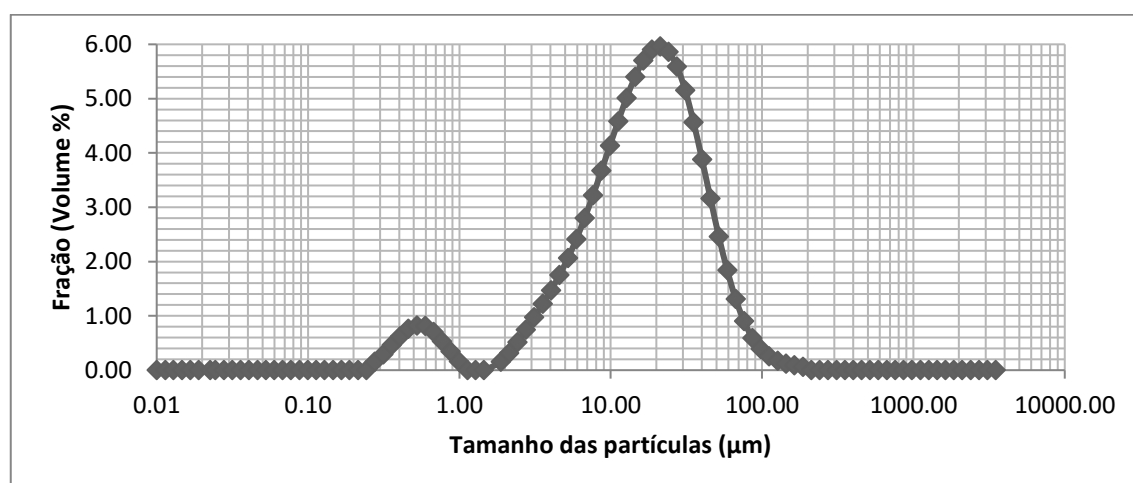


Figura 5.1 – Curva de distribuição granulométrica da sílica ativa obtida por difração a laser

Para fins comparativos foram agrupadas a partir do gráfico de frequência acumulada nos intervalos de diâmetro esférico equivalente (D.E.E.) de $0,01 \leq f \leq 1$, $1 \leq f \leq 10$, $10 \leq f \leq 100$, $100 \leq f \leq 1000$, $1000 \leq f \leq 10000 \mu\text{m}$. As maiores concentrações das partículas encontraram-se nos intervalos de $1 \leq f \leq 10 \mu\text{m}$ e $10 \leq f \leq 100 \mu\text{m}$ com valores médios que variaram, respectivamente, de 0,15% até 4,13% e 0,39% a 5,96%.

Além do que na Tabela V.1 estão listados os percentuais passantes (10%, 50% e 90%) e seus respectivos diâmetros:

Tabela V.1 – Análise granulométrica realizada na sílica ativa

% Passante	Diâmetro (μm)
10	4,19
50	17,90
90	48,10
Diâmetro Médio	23,30

Quanto à distribuição dos grãos, conforme relatado na Tabela V.2 o diâmetro das partículas amorfas de sílica ativa está em consonância com os resultados obtidos em diversos trabalhos científicos como Chashin *et. al* (2009), Zhdanov *et. al* (2015), Kero *et al.* (2017).

Na figura 5.2 encontra-se a curva granulométrica com o passante acumulado dos resíduos (finos de minério e carvão vegetal) na forma em que foram doados para produção dos briquetes autorredutores.

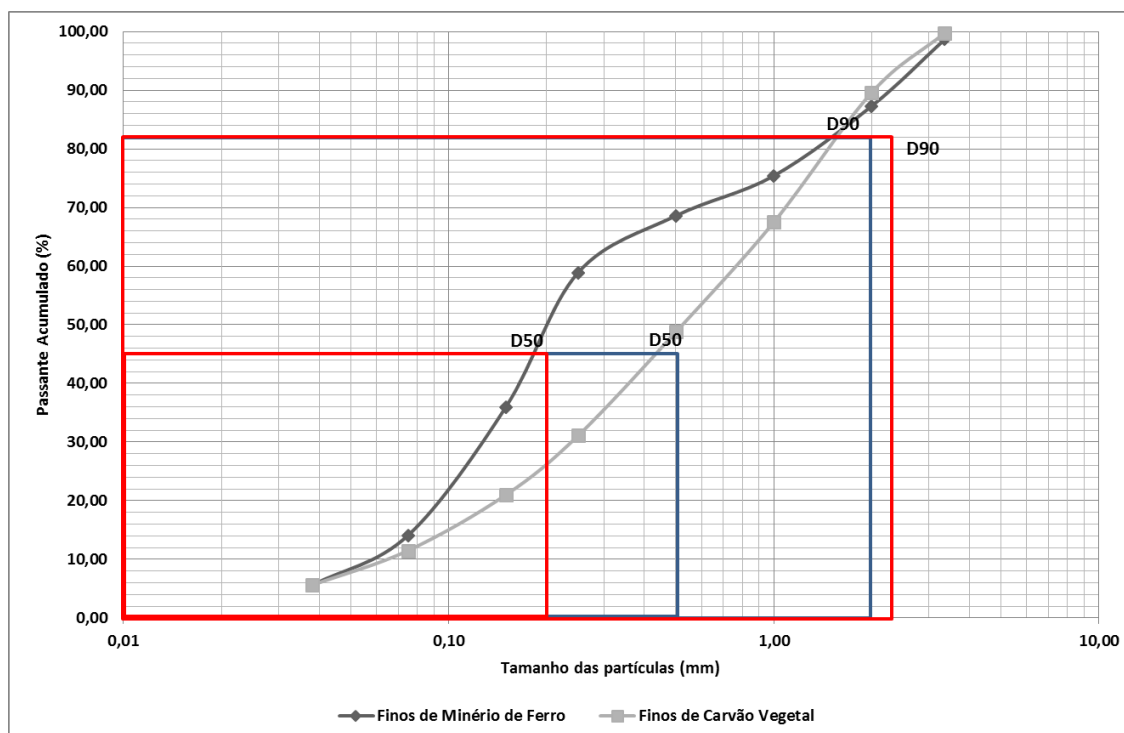


Figura 5.2 – Curva de distribuição granulométrica dos finos de minério de ferro e de carvão vegetal

Observou-se pela Figura 5.2 que tanto os finos de minério de ferro como os finos de carvão vegetal grande quantidade de partículas finas em sua constituição, sendo aproximadamente 90% delas com tamanhos abaixo de 2,00mm. Porém, no geral, a curva dos finos de carvão vegetal possui uma inclinação inferior, o que indica que, nesse caso, há uma maior variabilidade no tamanho das partículas.

Assim, verificando a ampla distribuição granulométrica dos resíduos que foram utilizados neste trabalho, esperou-se que as partículas ultrafinas e finas da sílica ativa em conjunto com as partículas finas do carvão vegetal e do minério de ferro se aglomerassem em uníssono para que os espaços vazios pudessem ser preenchidos de maneira eficiente.

Pois, conforme descreveu Coetsee (2018) as partículas mais finas são preferidas para briquetagem, corroborando com Vining *et al.* (2017) afirmaram que a briquetagem é um processo alternativo prospectivo para aglomerar finos, em se tratando de aglomeração por pressão (briquetagem). Embora ser desejável um *blend* que apresente uma distribuição

granulométrica mais ampla, evidenciando a presença de partículas de diferentes tamanhos, desde os maiores até os menores tamanhos de partículas.

Mas por outro lado, como descreveu Oliveira (2019) ao determinar os parâmetros de condições granulométricas e de umidade de cada matéria-prima se promoveu um melhor entendimento sobre a efetiva compactabilidade das misturas, que é uma etapa importante para a produção de aglomerados como os briquetes. Além disso, a presença de partículas finas e curvas de distribuição granulométricas mais suaves vêm favorecer a ação do aglomerante, pois aumenta a superfície de contato para criação de pontes de ligação entre as partículas.

De modo que, a presença de partículas de diferentes tamanhos favorece uma melhor acomodação entre elas, com os vazios entre as partículas maiores sendo preenchidos com as frações mais finas. Por isso espera-se que o uso da sílica ativa na produção de briquetes seja um fator positivo em se tratando de curvas granulométricas das misturas, devido à alta porcentagem de partículas finas e ao seu caráter pozolana altamente reativo. Esse arranjo na estrutura possibilita a produção de um aglomerado mais compacto, reduzindo os espaços vazios entre as partículas e ampliando a área de contato e, como consequência, resulta em um aglomerado mais resistente.

5.1.2 Análise química

Os resultados das análises elementares da sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal estão descritos na Tabela V.2, que apresenta os resultados médios das análises químicas dos resíduos utilizados para produção dos briquetes autorredutores.

Tabela V.2 – Valores médios das análises químicas e umidade das amostras de sílica ativa, finos de carvão vegetal e finos de minério de ferro.

Óxidos (%)	Resíduos		
	Sílica ativa	Finos de carvão vegetal*	Finos de minério de ferro
SiO ₂	90,00	65,86	38,46
Al ₂ O ₃	0,16	10,10	0,32
P ₂ O ₅	0,14	0,46	0,05
CaO	0,38	6,99	0,07
TiO ₂	0,007	0,34	0,012
MnO	0,08	0,25	0,02
Fe ₂ O ₃	0,96	7,26	60,68
MgO	0,85	1,12	-
Na ₂ O	0,50	-	-
K ₂ O	2,83	2,45	-
PPC	4,78	-	0,39
Umidade (%)	1,86	2,13	1,29

Nota: *Análise química do carvão vegetal é realizada através da queima para cinzas.

Assim, como descrito na tabela IV.3, a sílica ativa apresentou uma composição química típica das indústrias metalúrgicas de ferrosilício, similares aos resultados obtidos em diversos trabalhos científicos como Polyakch *et. al* (2014), Zhdanov *et. al* (2015), Nemchinova *et. al* (2017).

Em contrapartida, a composição química dos finos de carvão vegetal apresentou resultados mais elevados que a composição química do carvão vegetal descritos por Silveira e Almeida (1988) no estudo para produção de ferroligas.

Por outro lado, os finos de minério de ferro possuem composição química com baixa porcentagem de ferro e dos demais elementos de ganga, mas alta porcentagem de sílica. Corroborando, com a composição química da pesquisa de Ray *et al.* (2018) onde foi utilizado um minério de ferro de baixo teor de Fe para a produção de FeSi.

Devido à proveniência desses insumos para produção dos briquetes autorredutores, que são resíduos do processo metalúrgico, estes possuem características químicas pertinentes com uma matéria-prima com teor mais elevado de impurezas (ganga). Por isso, faz-se necessário a utilização dos briquetes autorredutores como carga complementar nos fornos elétricos, logo a necessidade da presença dos minérios na carga dos fornos – formando um *blend* –, para que esses atuem como um corretivo à qualidade química dos briquetes, resultando em uma carga com composição química adequada aos processos de redução.

Além disso, a análise imediata dos finos de carvão vegetal, que consiste na determinação da umidade (teor de água do material), cinzas (material residual após a combustão), materiais voláteis (o teor de material que se queima no estado gasoso) e carbono fixo (o teor de material que se queima no estado sólido) estão apresentados na Tabela V.3.

Tabela V.3 – Resultados da análise imediata dos finos de carvão vegetal

Componentes	%
Materiais voláteis	20,98
Umidade	2,13
Cinzas	26,88
Carbono fixo	50,01

Com base nos resultados descritos na Tabela V.4, os componentes dos finos de carvão vegetal apresentaram compatibilidade com análises similares geradas no processo de peneiramento das metalúrgicas e ou siderúrgicas, como apresentado por Lucena *et. al* (2008).

5.2 Ensaio preliminares de compactabilidade das misturas para produção dos briquetes

A avaliação qualitativa dos efeitos, na resistência dos briquetes, aplicando às variáveis estipuladas (proporção de água, proporção de aglomerantes e forças de compressão) foi determinante para seleção das combinações definidas. De modo que, os briquetes produzidos inicialmente sem adição de água e sem aglomerantes e com as três forças de

compressão aplicadas não apresentaram resistência estrutural, conforme demonstrado na figura 5.3.



a) força aplicada 1,00t

b) força aplicada 3,00t

c) força aplicada 5,00t

Figura 5.3 – Briquetes produzidos com resíduos com suas características *in natura*

De igual modo, os briquetes produzidos com adição de água e aglomerantes, na proporção mínima (2,50% aglomerante e 5,00% água) e máxima (10,00% aglomerantes e 15,00% água), apresentaram resistência somente para força aplicada de 5,00t (aproximadamente 70,84MPa).

5.3 Ensaios físicos efetuados nos briquetes autorredutores

5.3.1 Densidade aparente

A densidade aparente tem influência direta na estocagem e transporte dos briquetes, pois, quanto maior a densidade de um material, melhor será seu armazenamento. Pois em escala plena é necessário garantir a integridade física dos briquetes autorredutores e assim, sua devida utilização como matéria prima nos fornos com o menor grau de finos gerados.

Adicionalmente, conforme descreveu Nemchinova (2017) para se atingir a resistividade necessária dos briquetes ($0,130\Omega/m$) a $1200^{\circ}C$, a densidade aparente adequada é $950-1250kg/m^3$. Assim, os valores de densidade aparentem também foram avaliados para cada um dos briquetes produzidos e sendo considerada como critério de qualidade. Sendo, a influência da proporção dos aglomerantes e da umidade relacionada à densidade obtida dos briquetes autorredutores. De modo que, os valores médios obtidos de densidade aparente estão expostos na Tabela V.4.

Tabela V.4 – Resultados médios da densidade aparente dos briquetes autorredutores. Continua...

Tratamentos	Densidade aparente (kg/m ³)
BM01 – A1	1061,21
BM01 – A2	1161,81
BM01 – A3	1196,55
BM01 – A4	1214,50
BM02 – A1	1070,97
BM02 – A2	1170,08
BM02 – A3	1226,68
BM02 – A4	1245,38
BM03 – A1	1048,51
BM03 – A2	1077,24
BM03 – A3	1128,86
BM03 – A4	1188,45
BM04 – A1	1059,32
BM04 – A2	1113,40
BM04 – A3	1200,37
BM04 – A4	1249,22
BM05 – A1	1097,77
BM05 – A2	1167,96
BM05 – A3	1197,01
BM05 – A4	1245,88
BM06 – A1	985,64
BM06 – A2	1041,48
BM06 – A3	1054,79
BM06 – A4	1118,22
BM07 – A1	1013,66
BM07 – A2	1028,08
BM07 – A3	1074,30
BM07 – A4	1146,96

Continuação...Tabela V.4 – Resultados médios da densidade aparente dos briquetes autorredutores

Tratamentos	Densidade aparente (kg/m ³)
BM08 – A1	986,01
BM08 – A2	1002,59
BM08 – A3	1105,53
BM08 – A4	1162,01
BM09 – A1	978,98
BM09 – A2	1036,01
BM09 – A3	1089,29
BM09 – A4	1201,20
BM10 – A1	1017,01
BM10 – A2	1099,68
BM10 – A3	1187,05
BM10 – A4	1217,47
BM11 – A1	1059,76
BM11 – A2	1072,66
BM11 – A3	1120,01
BM11 – A4	1165,39
BM12 – A1	1029,12
BM12 – A2	1073,31
BM12 – A3	1129,38
BM12 – A4	1246,85
BM13 – A1	1069,75
BM13 – A2	1118,87
BM13 – A3	1138,47
BM13 – A4	1238,01

De maneira que, como exposto na Tabela V.4 os valores obtidos de densidade aparente dos briquetes autorredutores desta presente pesquisa alcançaram a variação aceitável estipulada. Assim, para os todos os tratamentos de briquetes que foram produzidos, estes indicaram que a adição de água nas proporções estabelecidas estabeleceu um

comportamento crescente para o aumento da densidade aparente para todos os tratamentos em relação à proporção de aglomerantes.

Inclusive, reitera-se a importância da adição de água como agente ligante e estimulador das características dos aglomerantes, proporcionando e auxiliando a formação das pontes de ligação entre aglomerantes e partículas utilizadas nos briquetes produzidos. A água adicionada aos componentes dos briquetes teve a capacidade de promover a interação adequada para sua integridade estrutural e posterior, medição da densidade aparente.

Por outro lado, ainda como exposto na Tabela V.4 para a proporção de 2,50%; 5,00%; 7,50% e 10,00% para os diferentes tipos de aglomerantes, o cimento *Portland* apresentou os maiores valores crescentes de densidade aparente, em seguida o silicato de sódio e posteriormente a cal hidratada.

Corroborado com as pesquisas de Rejdak *et al.* (2020) que descreveu que as diferenças na densidade podem ser causadas pelas propriedades reológicas da mistura compactada e ou pelos diferentes comportamentos dos ligantes durante o processo de reticulação e secagem.

Assim, como descreveram Rhen *et al.* (2005); Mani *et al.* (2006); Tumuluru *et al.* (2011) a densidade aparente é um fator muito importante para implementação da prática industrial de transporte e armazenamento de materiais. A formação de um aglomerado com maior densidade promove consequentemente um aumento na produtividade. Entretanto, neste trabalho a importância de diversas características estão atreladas em um filtro para definição de um aglomerado com características adequadas para sua possível produção como carga complementar para inserção nos fornos elétricos a arco submerso.

De maneira que, a avaliação dessas características relacionadas a seus respectivos *sets point* é que definiram aqueles briquetes autorredutores que foram encaminhados para os ensaios de *shatter test*.

5.3.2 *Shatter Test*

Salienta-se que para todas as formulações, o aumento na densidade aparente dos briquetes resultou em ganhos de resistência à queda, gerando uma quantidade menor de finos após a queda em altura inicialmente a 0,30m e posteriormente a 1,50m. Consequentemente, se deve ao fato de que maiores densidades proporcionam um melhor empacotamento e um contato mais efetivo entre as partículas, reduzindo os espaços vazios, o que aumenta a resistência das pastilhas.

À medida que a proporção de sílica ativa da mistura cresce, a tendência é de diminuição da densidade seguida também de uma queda na resistência dos briquetes. A presença de umidade proporciona uma força coesiva necessária para a aderência das partículas a serem aglomeradas. Esta força também depende da capacidade de adsorção da água pelas partículas, auxiliando assim na resistência mecânica.

Assim, no estudo dos três tipos de aglomerantes utilizados neste trabalho e o efeito deles sobre a resistência mecânica dos briquetes autorredutores produzidos frente às quedas das alturas de 0,30m e 1,50m é de fundamental importância.

5.3.2.1 *Shatter Test – 0,30m*

De maneira que nas Figura 5.4 está demonstrado a relação dos resultados médios da densidade aparente com as médias de resultados da resistência mecânica à predefinida queda para a proporção dos briquetes confeccionados sem aglomerantes

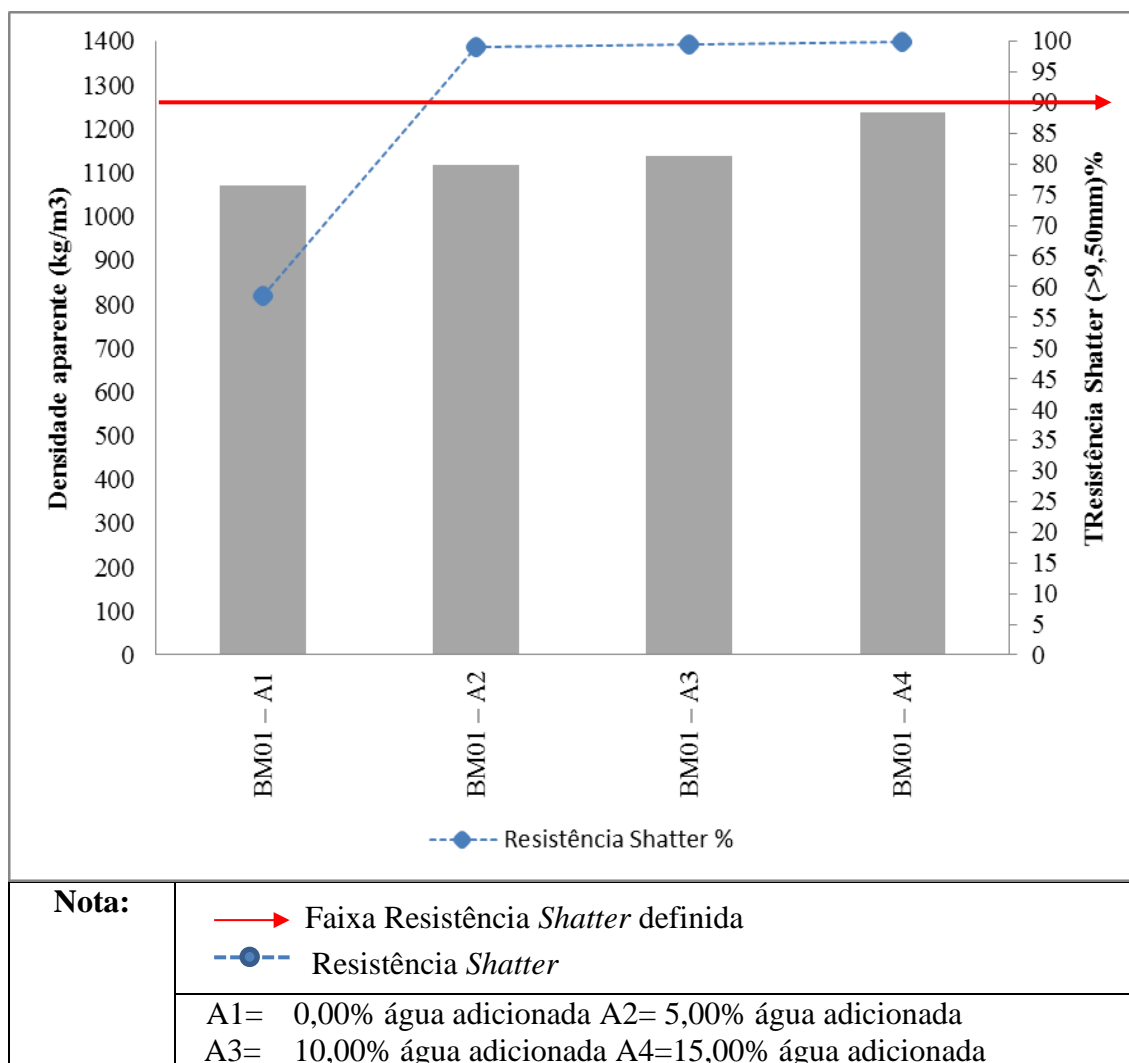


Figura 5.4 – Briquetes autorredutores sem aglomerantes

Os briquetes autorredutores sem aglomerantes (BM01); obtiveram resistência *shatter* estipulada ($R > 90,00\%$) somente quando as adições de água foram de 5,00%, 10,00% e 15,00%. Confirma-se devido a maior proporção do componente dos briquetes autorredutores ser a sílica ativa, de modo que a demanda de água da mistura está relacionada com a área superficial e com densidade de empacotamento das partículas: quanto maior a área superficial e menor a densidade de empacotamento maior será a demanda de água.

Embora, fique evidente o efeito que a quantidade de água exerceu sobre a resistência mecânica dos briquetes autorredutores, mesmo em briquetes sem adição de aglomerantes. É importante salientar o papel importante que a água adicionada possui, devido a seu

efeito de capilaridade, que aglomera as matérias-primas e confere resistência inicial, essencial para sua modelagem (SOUSA; ARAÚJO, 2015).

Por outro lado, nas Figura 5.5; está apresentado a relação entre a densidade aparente e a resistência dos briquetes com aglomerantes nas proporções de 2,50% para os diferentes tipos de aglomerantes, cimento *Portland*, silicato de sódio e cal hidratada.

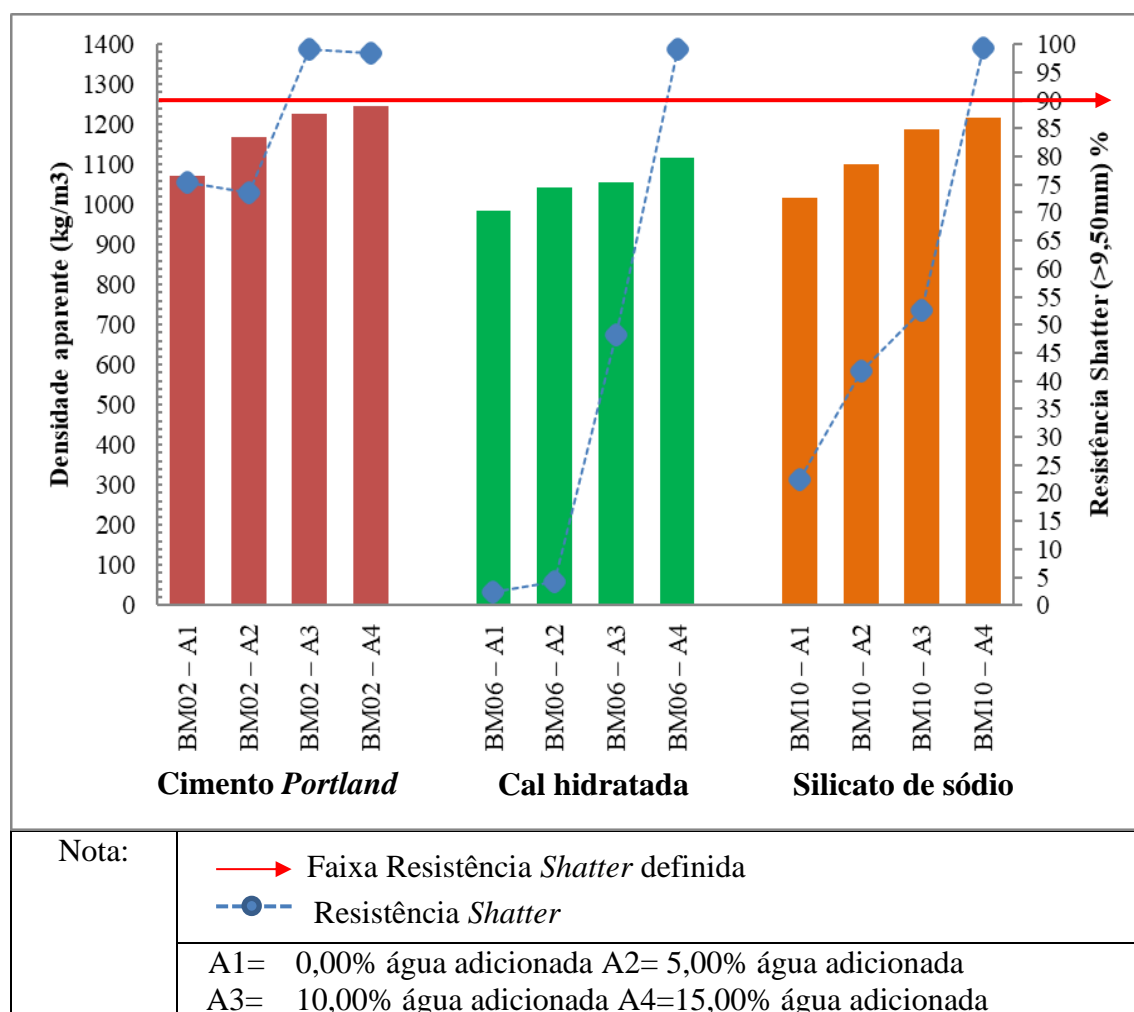


Figura 5.5 – Briquetes autorredutores com proporção de 2,50% de aglutinantes

Conforme apresentado pela Figura 5.5 a densidade aparente para todos os tratamentos com proporção 2,50% de aglomerantes obtiveram valores de densidade aparente dentro da variação da densidade estipulada ($950,00\text{kg/m}^3 - 1250,00\text{kg/m}^3$). Paulatinamente, os resultados obtidos para a resistência a queda (0,30m) foram crescentes em relação aos valores da densidade aparente.

Observou-se também que os tratamentos confeccionados com aglomerante cimento *Portland* obtiveram os maiores valor de densidade aparente (1070,97 kg/m³; 1170,08 kg/m³; 1226,68 kg/m³ e 1245,38 kg/m³) e menor variabilidade para os resultados obtidos de resistência *shatter* (0,30m), mas que somente 2 tratamentos (BM02 – A3 e BM02 – A4) obtiveram o índice de resistência *shatter* acima do valor estipulado (R>90,00%).

Por outro lado, os tratamentos confeccionados com aglomerante cal hidratada obtiveram os menores valor de densidade aparente (985,64 kg/m³; 1041,48 kg/m³; 1054,79 kg/m³; 1118,22 kg/m³) e maior variabilidade para os resultados obtidos de resistência *shatter* (0,30m), em que somente 1 tratamento (BM06 – A4) obteve o valor do índice de resistência *shatter* acima do estipulado, R= 99,18%.

Já, os tratamentos confeccionados com silicato de sódio obtiveram valores de densidade aparente entre os valores obtidos do cimento *Portland* e da cal hidratada. Salienta-se que o maior valor obtido de resistência *shatter* (0,30m) compreendeu o tratamento BM10 – A4, R= 99,27%.

Por outro lado, na Figura 5.6 está apresentado a relação entre a densidade aparente e a resistência dos briquetes com aglomerantes nas proporções de 5,00% para os diferentes tipos de aglomerantes, cimento *Portland*, silicato de sódio e cal hidratada.

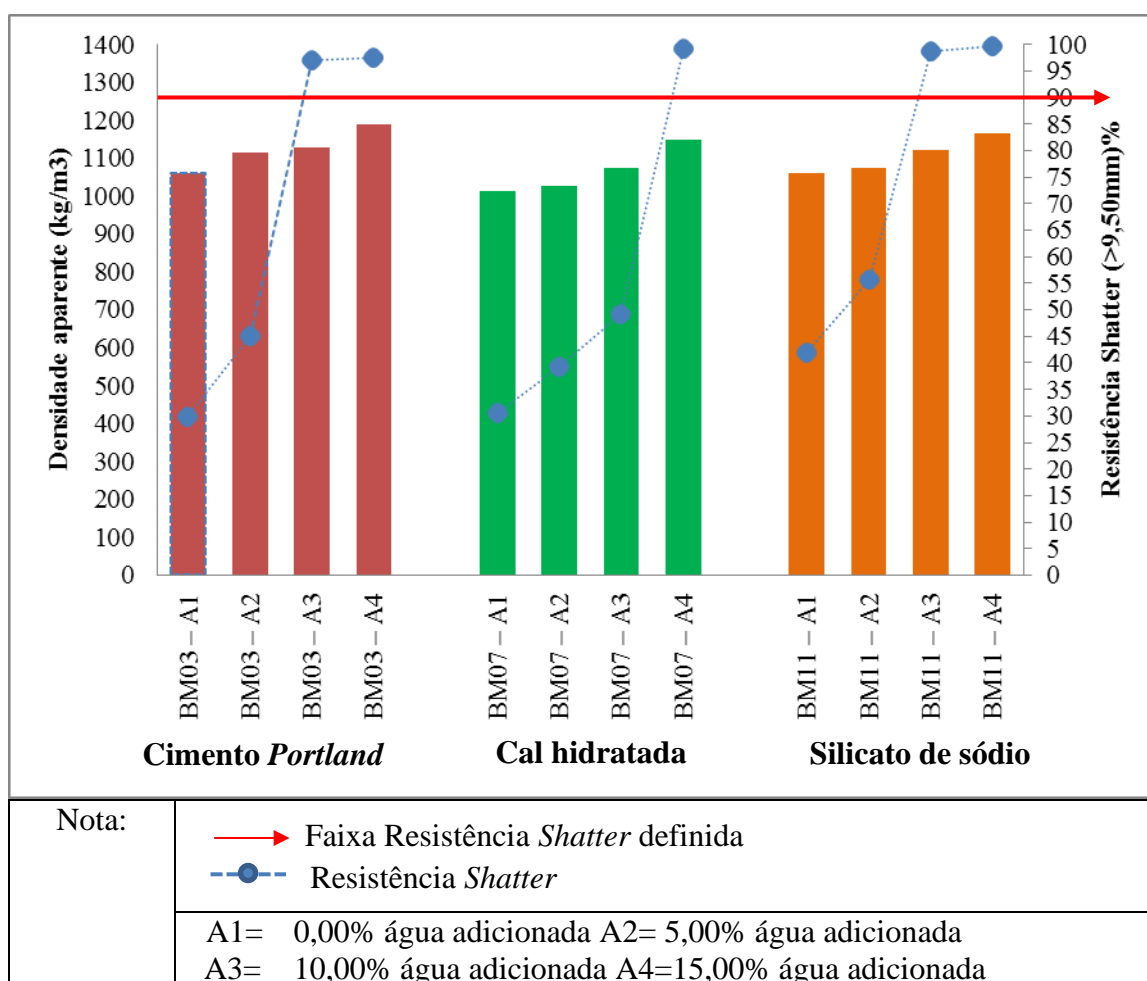


Figura 5.6 – Briquetes autorredutores com proporção de 5,00% de aglutinantes

Também, conforme apresentado pela Figura 5.6 a densidade aparente para todos os tratamentos com proporção 5,00% de aglomerantes obtiveram valores de densidade aparente dentro da variação da densidade estipulada ($950,00\text{kg/m}^3 - 1250,00\text{kg/m}^3$). Paulatinamente, os resultados obtidos para a resistência *shatter* (0,30m) foram crescentes em relação aos valores da densidade aparente.

Percebeu-se que os todos os tratamentos obtiveram valores bem próximos de densidade aparente; no caso dos briquetes confeccionados com aglomerante cimento *Portland* ($1059,32\text{kg/m}^3$; $1113,40\text{kg/m}^3$; $1128,86\text{kg/m}^3$ e $1188,45\text{kg/m}^3$), com aglomerante cal hidratada ($1013,66\text{kg/m}^3$; $1028,08\text{kg/m}^3$; $1074,3\text{kg/m}^3$ e $1146,96\text{kg/m}^3$); e com aglomerante silicato de sódio ($1059,76\text{kg/m}^3$; $1072,66\text{kg/m}^3$; $1120,01\text{kg/m}^3$ e $1165,39\text{kg/m}^3$).

Em relação, à resistência *shatter* somente 2 tratamentos confeccionados com aglomerante cimento *Portland* (BM03 – A3 e BM03 – A4); 1 tratamento com aglomerante cal hidratada (BM07-A4) e 2 tratamentos com aglomerante silicato de sódio (BM011 – A3 e BM11 – A4) obtiveram o índice de resistência *shatter* acima do valor estipulado ($R > 90,00\%$).

Já, na Figura 5.7 está apresentado a relação entre a densidade aparente e a resistência dos briquetes com aglomerantes nas proporções de 7,50% para os diferentes tipos de aglomerantes, cimento *Portland*, silicato de sódio e cal hidratada.

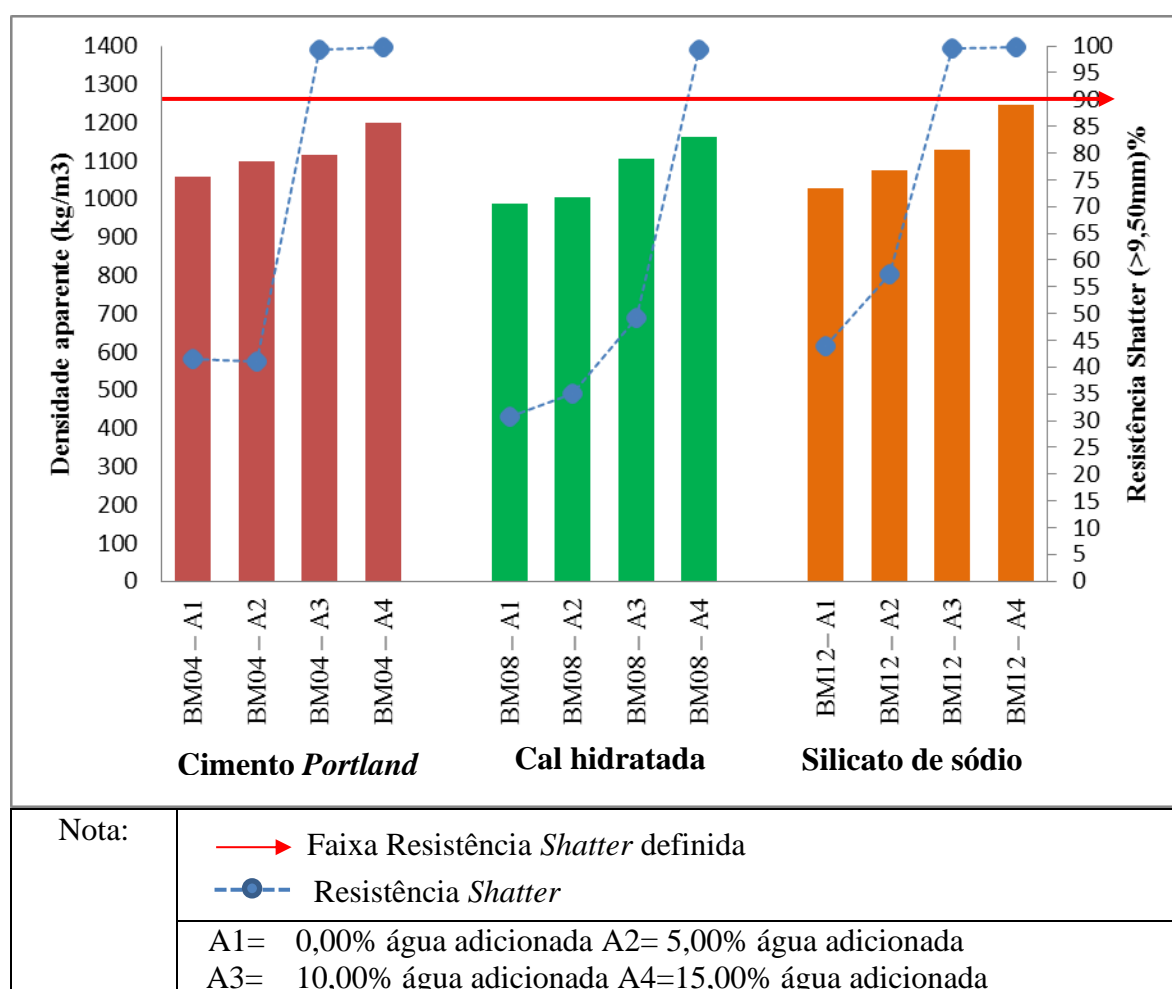


Figura 5.7– Briquetes autorredutores com proporção de 7,50% de aglutinantes

Os tratamentos de briquetes autorredutores confeccionados com os três tipos de aglomerantes (Figura 5.7), com proporção de 7,50%, também obtiveram densidade aparente dentro da variação estipulada ($950,00\text{kg/m}^3 - 1250,00\text{kg/m}^3$).

Mas, quanto à resistência *shatter* somente 2 tratamentos confeccionados com aglomerante cimento *Portland* (BM04 – A3 e BM04 – A4); 1 tratamento com aglomerante cal hidratada (BM08 – A4) e 2 tratamentos com aglomerante silicato de sódio (BM012 – A3 e BM12 – A4) obtiveram o índice de resistência *shatter* acima do valor estipulado ($R > 90,00\%$).

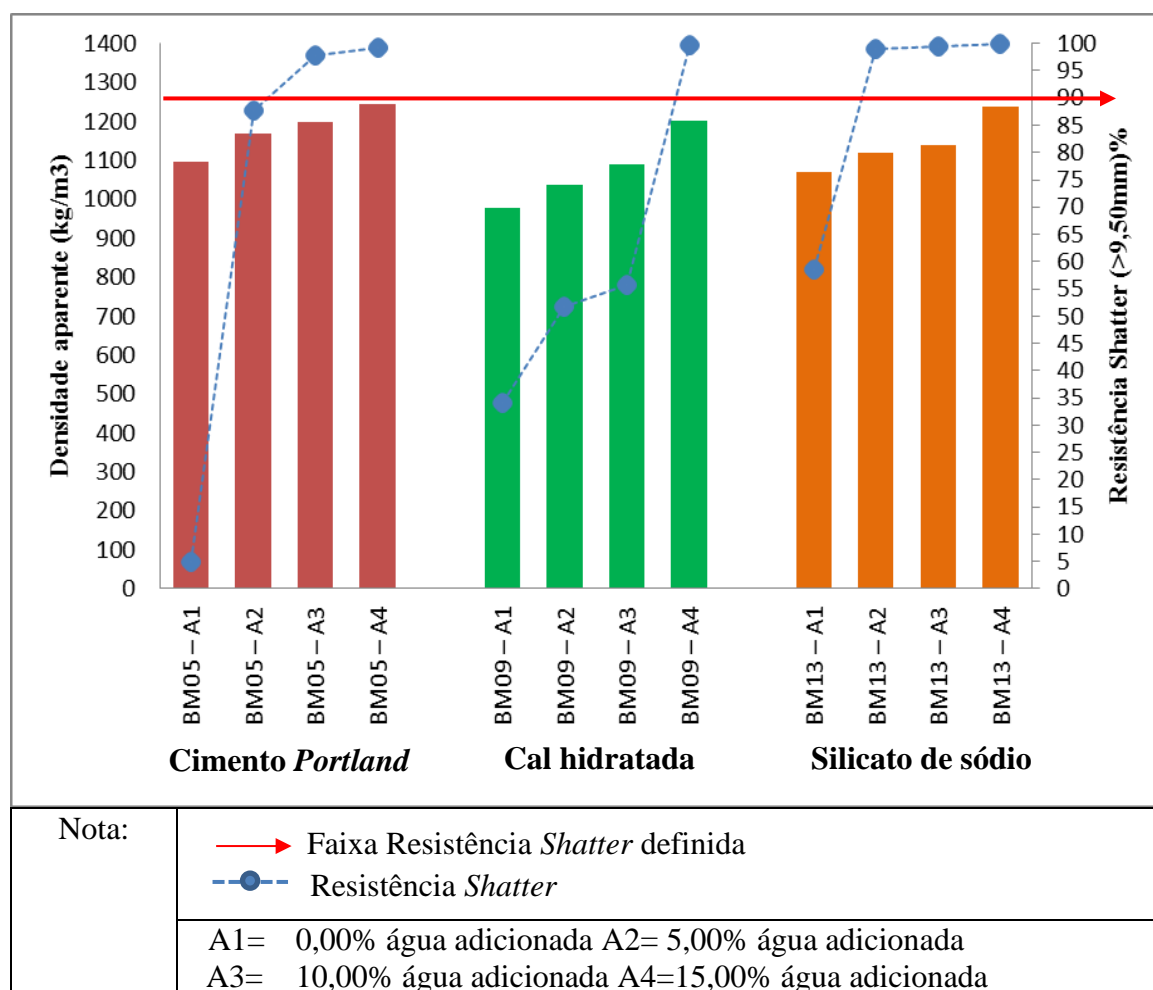


Figura 5.8 – Briquetes autorredutores com proporção de 10,00% de aglutinantes

Finalmente, os tratamentos de briquetes autorredutores confeccionados com os três tipos de aglomerantes (Figura 5.8), com proporção de 10,000%, também obtiveram densidade aparente dentro da variação estipulada ($950,00\text{kg/m}^3 - 1250,00\text{kg/m}^3$).

Por outro lado, quanto à resistência *shatter* somente 2 tratamentos confeccionados com aglomerante cimento *Portland* (BM05 – A3 e BM05 – A4); 1 tratamento com aglomerante cal hidratada (BM09 – A4) e 3 tratamentos com aglomerante silicato de sódio (BM012 –

A2; BM012 – A3 e BM12 – A4) obtiveram o índice de resistência *shatter* acima do valor estipulado ($R > 90,00\%$).

Salienta-se que a resistência ao impacto dos briquetes para altura de 0,30m apresentou valores médios que em relação à densidade aparente obtida já era esperado maiores resultados sequencialmente: cimento *Portland*, sem aglomerantes, silicato de sódio e por último a cal hidratada.

Observou-se também que os briquetes confeccionados com cimento *Portland* como aglomerante obtiveram altos valores de densidade aparente, portanto também de resistência mecânica na maioria dos tratamentos. Mas, por outro lado, somente obtiveram a resistência estipulada ($> 90,00\%$) quando houve adição de água nas proporções de 10,00% e 15,00%.

De modo, que nesta presente pesquisa as características de alta resistência ao impacto para os briquetes utilizando o cimento *Portland* como aglomerante foram confirmadas. Corroborando, com a pesquisa de Castro e Pandolfelli (2009) na determinação da resistência do concreto avaliaram que quando se mistura a água com o cimento formam-se vários compostos, entre eles os silicatos hidratados de cálcio (C-S-H) e o hidróxido de cálcio (C-H), mas ao adicionar a sílica ativa esta reage com (C-H), produzindo mais (C-S-H), aumentando a resistência mecânica do concreto.

Hermann *et. al* (2016) expôs que a proporção para inserção de sílica ativa em massas de cimento seria de 15% a 20%. Entretanto, neste presente trabalho explora-se outra vertente que seria a produção de briquetes autorredutores utilizando como componente principal a sílica ativa e a possibilidade que envolve a avaliação do uso potencial do cimento *Portland* como aglomerante das misturas em diferentes tratamentos, inclusive com variações em massa dos diferentes tipos de componentes (sílica ativa, finos de carvão vegetal e finos de minério de ferro) e das proporções de aglomerantes e proporções de água.

Por outro lado, ressalta-se que os briquetes autorredutores confeccionados com aglomerante cal hidratada (BM06; BM07; BM08 e BM09), somente obtiveram a resistência ao impacto estipulada $>90,00\%$, quando estes tinham adicionados no seu respectivo tratamento à proporção máxima de água, em $15,00\%$. As adições inferiores de proporção de água ($0,00\%$; $5,00\%$ e $10,00\%$) obtiveram resultados não satisfatórios já que a degradação dos materiais foi maior que 10% .

Esses resultados já eram esperados, considerando que as misturas contendo cal hidratada como aglomerante já demonstravam baixa resistência e fragilidade, mesmo durante a compactação. Corroborando, com a pesquisa de Zhang *et.al* (2018) que descreveram que as propriedades de coesão da cal não são fortes para diversos tipos de materiais e que a proporção de adição da cal deve ser entre $25\% - 30\%$, quando esta utilizada como único aglomerante.

Em consonância, Rejdak *et al.* (2020) em sua pesquisa avaliaram briquetes de finos de carvão mineral e biomassa aglutinados com diferentes tipos de aglomerantes orgânicos, inorgânicos e combinações entre esses. Estes autores, citam com relevância, que o tipo e a quantidade dos ligantes podem afetar a extrusão, e assim ao utilizar a cal virgem ou cal hidratada, os briquetes elaborados com este tipo de aglomerante não apresentaram resultados satisfatórios, causando deterioração tanto na compactação e posteriormente apresentando resistência mecânica bem abaixo do mínimo assumido ($R= 85,00\%$). No entanto, a adição de uma mistura de melão e cal resultou em melhora da resistência, aliás o efeito foi ficando melhor à medida que a proporção de melão para cal aumentou.

Sequencialmente, os briquetes confeccionados com o aglomerante silicato de sódio apresentaram resistência mecânica adequada para os seguintes tratamentos BM10 – $2,50\%$ do aglomerante e $15,00\%$ de água; BM11 – $5,00\%$ do aglomerante e quando adicionada $10,00\%$ e $15,00\%$ de água; BM12 – $7,50\%$ quando adicionada $10,00\%$ e $15,00\%$ de água; e BM13 – $10,00\%$ do aglomerante e quando adicionada $5,00\%$; $10,00\%$ e $15,00\%$ de água.

Corroborando com a pesquisa de Han *et al.* (2014) que descreveram sobre os mecanismos de briquetagem em fornos rotativos (RHF), para os briquetes produzidos com *blast furnace dust* e confeccionados com ligante contendo silicato de sódio e ligante de amido de milho. Os resultados mostram que as ligações de oxigênio e silício produzidas entre as partículas de gel de ácido de sílica após a reação de cura têm efeito na ponte de conexão (ponte de conexão de íon negativo), que pode conectar as partículas de gel e as partículas de carvão em uma estrutura de rede complexa.

De forma geral, a presença de líquidos, como umidade livre entre as partículas, especialmente em um processo de aglomeração úmida, causa forças coesivas entre as partículas. Camadas de adsorção finas ($\geq 3,00$ nm de espessura) são imóveis e podem formar ligações fortes entre as partículas adjacentes, suavizando a rugosidade da superfície e aumentando a área de contato entre as partículas ou diminuindo a distância entre as partículas e permitindo que as forças de atração intermoleculares participem no mecanismo de ligação (KALIYAN; MOREY, 2009).

Assim, dos 52 tratamentos de briquetes autorredutores testados para resistência ao impacto em queda de 0,30m somente 23 alcançaram a $R > 90,00\%$, sendo estes portanto, encaminhados para o ensaio de queda a 1,50m de altura.

5.3.2.2 Shatter Test – 1,50m

De forma que, na figura 5.9 está exposto os valores médios de resistência ao impacto nos briquetes autorredutores para altura de 1,50m.

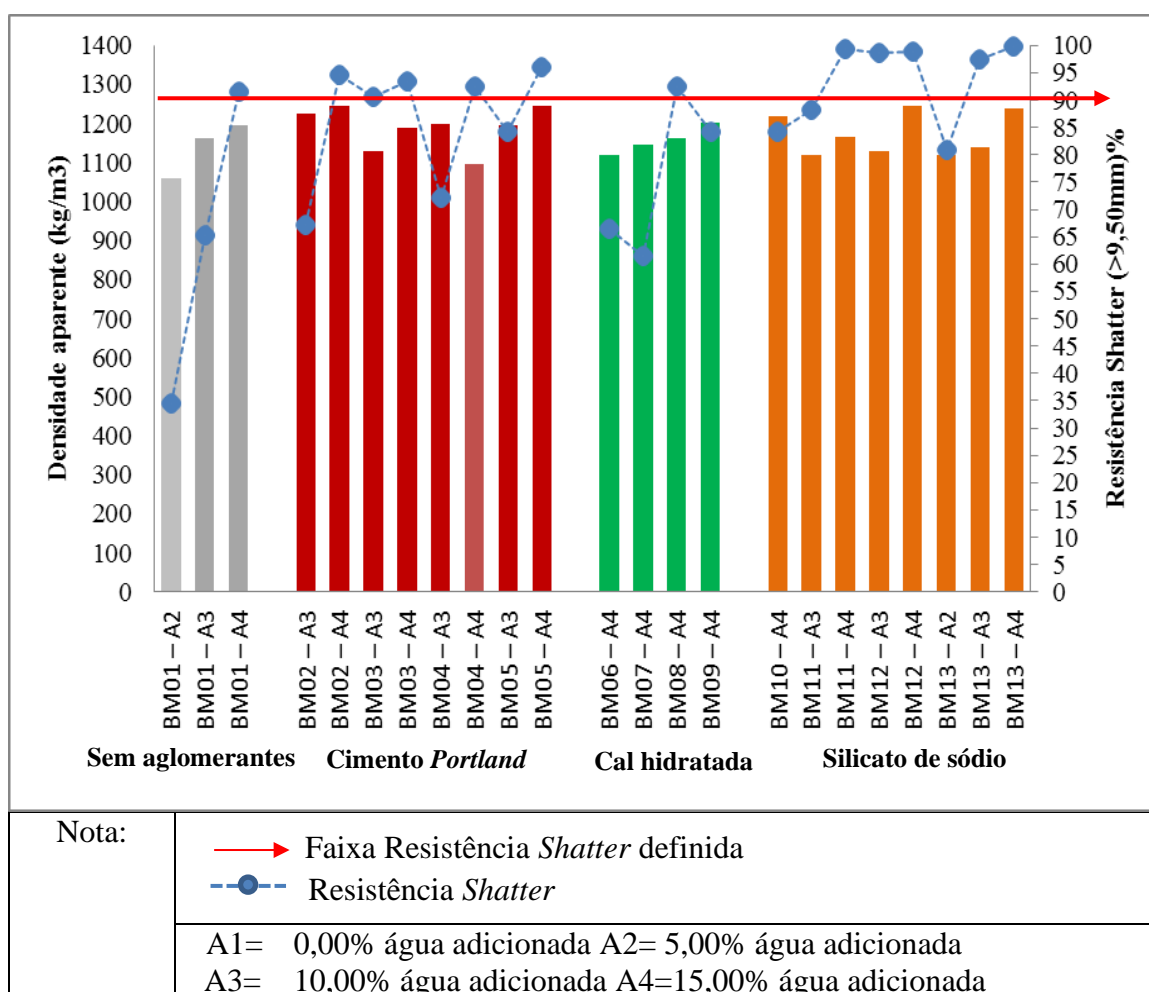


Figura 5.9 – Briquetes autorredutores e sua resistência ao impacto na altura de 1,50m

De maneira que, percebeu-se pela figura 5.9 que 8 briquetes com aglomerante cimento *Portland* e 8 com silicato de sódio foram testados neste ensaio, para a cal foram 4 e 3 para os briquetes sem aglomerantes. Entretanto, após a realização dos ensaios e concretização dos resultados, somente 12 briquetes autorredutores atenderam à premissa estipulada de $R > 90,00\%$; destes expõem-se que 1 tratamento sem aglomerantes, 5 tratamentos com cimento *Portland*, 1 tratamento com cal hidratada e 5 com silicato de sódio. Sendo estes tratamentos (BM01-A4; BM 02-A4; BM 03-A3; BM 03-A4; BM 04-A4; BM 05-A4; BM 08-A4; BM 11-A4; BM 12-A3; BM 12-A4; BM 13-A3 e BM 13-A4) encaminhados para análise de suas porosidades e posterior seleção.

5.3.3 Porosidade

Na maioria dos materiais utilizados como matéria-prima para produção de briquetes, a condição necessária para produzir um compactado resistente é reduzir a porosidade ao mínimo e aumentar a densidade ao máximo. Condição essa que é obtida principalmente por meio da alteração da pressão de compactação. Entretanto, para este trabalho os briquetes autorredutores produzidos necessitavam atender a porosidade estipulada (45,00% - 55,00%), conforme os estudos de Al'perovich *et al.* (2008) e Nemchinova *et al.* (2017).

Assim, a pressão de compactação utilizada neste trabalho mesmo sendo aproximadamente de 70,84MPa, veio a proporcionar aglomerados com grau de porosidade e densidades adequados.

Os briquetes autorredutores analisados para a determinação da porosidade somente 10 tratamentos de um total de 12 briquetes autorredutores atenderam a premissa (45,00% - 55,00%), estes seriam BM01-A4; BM 02-A4; BM 03-A3; BM 03-A4; BM 04-A4; BM 05-A4; BM 08-A4; BM 11-A4; BM 12-A3; BM 12-A4. Destes, representando 01 briquete sem adição de aglomerantes, 5 briquetes com cimento *Portland*, 01 briquetes com cal e 3 briquetes com silicato de sódio.

Os resultados com seus respectivos valores médios estão apresentados na Tabela V.5 retratando a porosidade dos briquetes pela técnica de picnometria via gás hélio.

Tabela V.7 – Valores médios dos resultados de porosidade dos briquetes autorredutores.

Briquetes autorredutores	Porosidade (%)
BM01 - A4	47,64
BM02 - A4	51,28
BM03 - A3	48,69
BM03 - A4	47,61
BM04 - A4	47,31
BM05 - A4	45,57
BM08 - A4	49,30
BM11 - A4	46,19
BM12 - A3	45,15
BM12 - A4	46,00
BM13 - A3	44,25*
BM13 - A4	42,63*

Nota:	* Briquetes que não atenderam a variação de porosidade estipulada
	A1= 0,00% água adicionada A2= 5,00% água adicionada A3= 10,00% água adicionada A4=15,00% água adicionada

Como descrito na Tabela V.5, os briquetes autorredutores que obtiveram a porosidade adequada e que atenderam a variação estipulada 45,00%-55,00%, foram somente para 10 tipos de briquetes autorredutores, que seriam BM01-A4; BM 02-A4; BM 03-A3; BM 03-A4; BM 04-A4; BM 05-A4; BM 08-A4; BM 11-A4; BM 12-A3; BM 12-A4. Destes, representando 01 briquete sem adição de aglomerantes, 5 briquetes com cimento *Portland*, 01 briquete com cal e 3 briquetes com silicato de sódio.

De maneira que, ao comparar os valores obtidos de porosidade entre os tratamentos de briquetes produzidos com cimento *Portland* (BM 02-A4; BM 03-A4; BM 04-A4; BM 05-A4) e silicato de sódio (BM 12-A3 e BM 13-A3) e (BM 11-A4; BM 12-A4; BM 13-A4); percebeu-se que para a mesma proporção de adição de água e aumento na proporção do aglomerante, os valores foram decrescentes.

Assim, pode ser visto que a porosidade dos briquetes dependem tanto da relação água/aglomerante da mistura como do grau de hidratação. Confirmando, os resultados

obtidos por Singh (2003) que, no caso do teor de cimento, as razões H/C e S/C aumentam no CSH. Isso pode ser devido ao fato de que a diminuição do teor de cimento leva a um aumento da porosidade, o que, por sua vez, leva ao aumento da umidade. O aumento da umidade disponível também permite mais formação de Ca(OH)_2 que resulta na diminuição de C no gel de CSH; portanto, um aumento na razão de S/C.

Por outro lado, no caso dos briquetes produzidos com aglomerante silicato de sódio as partículas do de gel têm atividade intensiva, elas penetram nos briquetes e bloqueiam os poros capilares, e a conexão entre as partículas dos componentes dos briquetes é reforçada pelas partículas de gel de ácido de sílica. Logo, o aumento no teor do aglomerante irá diminuir a quantidade e tamanho dos poros que estes possuem (Han, *et al*, 2014).

Em seguida, após análises e avaliação das porosidades dos briquetes autorredutores, os tratamentos que atenderam a variação estipulada foram encaminhados para o ensaio de degradação frente a gradiente térmico.









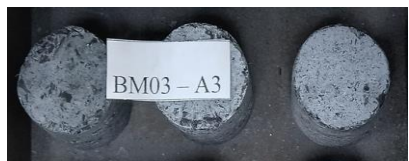







5.3.4 Degradação frente a gradiente térmico

O comportamento dos briquetes autorredutores foi avaliado de modo qualitativo para verificação das características de crepitação, sendo estas condições indicadas por avaliação visual.













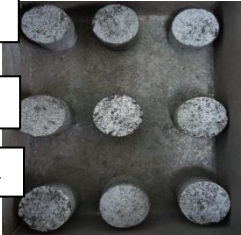



Por outro lado, foi calculado os valores médios do percentual retido na malha de 9,50mm para avaliação quantitativa da resistência frente a gradiente térmico.

De modo que, no Quadro 1 pode ser visualizado o aspecto físico dos briquetes após o ensaio de degradação térmica em diferentes condições de temperatura, pois o tempo estipulado foi de 60 minutos a cada temperatura.

Quadro V.1 – Aspecto visual dos briquetes após os ensaios de degradação térmica frente à gradiente térmico

Temperatura (°C)			
300°C	600°C	900°C	1200°C
			
			
			
			

Quadro V.1 – Aspecto visual dos briquetes após os ensaios de degradação térmica frente à gradiente térmico

Temperatura (°C)			
300°C	600°C	900°C	1200°C
 <p>BM04-A4</p>			
 <p>BM05-A4</p>			
 <p>BM08-A4</p>			
 <p>BM12-A4 BM12-A3 BM11-A4</p>			

Na condição inicial temperatura (300°C), observou-se que apenas a região externa do aglomerado foi afetada. Conforme o tempo de ensaio aumentou até atingir 60 minutos, o calor é conduzido ao núcleo do briquete, acelerando a perda de massa. A partir de 60 minutos, a 600 °C, inicia a formação de trincas superficiais, isso evidencia a formação de gases internos que são liberados para a parte externa do briquete através destas trincas.

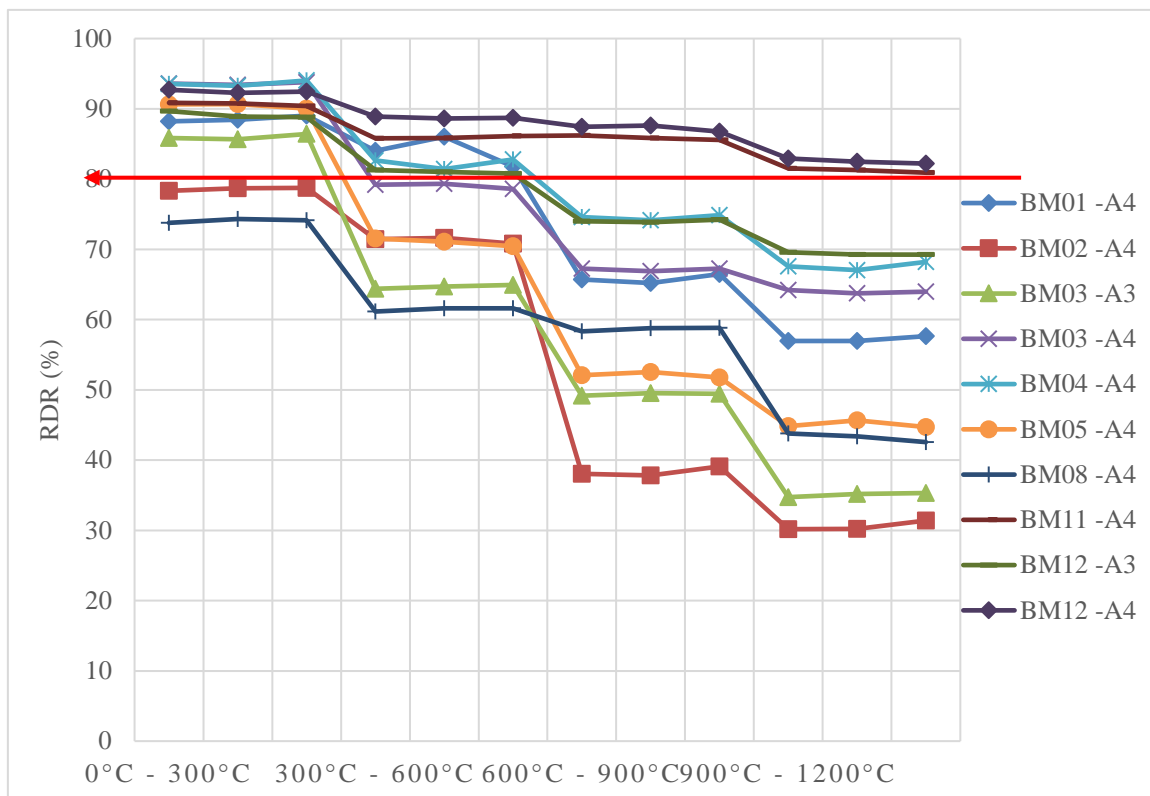
Ao aumentar a temperatura para 900 °C, é possível identificar trincas superficiais, que após 60 minutos em mufla, se propagam até o centro do aglomerado. De modo, que, para essas condições em que foram submetidas os briquetes autorredutores, as reações ocorreram de forma intermediária pois sugere-se que para máxima conversão da sílica ativa em carbeto silício seria necessário uma temperatura superior a 1600°C.

Entretanto possivelmente reações entre o minério de ferro e o redutor (carvão vegetal) poderiam já ter ocorrido a 1200°C. Outra característica em destaque, é o surgimento de áreas de contração de material interno das amostras. Acima de 900 °C, já foi possível visualizar trincas profundas e características de crepitação e inchamento, portanto, nota-se que quanto maior for a temperatura, mais rápido será o início das reações de redução.

Assim, como Kulikov e Istomin (2004) avaliaram a resistência a degradação térmica e determinaram o valor do $R_{dr}= 80,00\%$ para os briquetes produzidos com a composição de resíduos do eletrofiltro na produção de alumínio metálico. E adicionalmente, Nemchinova *et al.* (2017) que encontraram valores médios de $R_{dr}= 82,50\%$ para os briquetes produzidos com 23,00 - 27,00% sílica ativa, 51,00% - 53,00% de agente redutor de carbono, 4,00% - 5,00% de finos de silício e 14,00% -15,00% de aglomerante de silicato de sódio.

De maneira que neste presente trabalho, para a avaliação do comportamento frente ao gradiente térmico inferiu-se o limite inferior de $R_{dr}>80,00\%$.

Por outro lado, a demonstração dos valores médios de três repetições da resistência frente a gradiente térmico em relação aos patamares de temperatura está exposta na Figura 5.10.



Nota: —→ Faixa de resistência a degradação definida

Figura 5.10 – Influência da temperatura sobre a resistência dos briquetes autorredutores

Assim, de acordo com a figura 5.10, notou-se que para o tratamento de briquetes sem aglomerantes não obteve a $R_{dr} > 80\%$ estipulada para atender à premissa de resistência a degradação a gradiente térmico, a partir da temperatura de 600°C . Entretanto, em relação ao tratamento de briquetes sem aglomerantes, o tratamento BM01-A4, seu comportamento de resistência frente ao gradiente térmico ($R_{dr} = 57,65\%$) foi maior que que alguns dos tratamentos que possuíam cimento *Portland* como aglomerante (BM02-A4; BM03-A3 e BM05-A4);

De igual modo, percebeu-se que a partir de 600°C a resistência de alguns tratamentos de briquetes autorredutores produzidos com cimento *Portland* reduziram drasticamente como apresentado na Tabela V.6 que para os patamares estudados estes apresentaram as seguintes evoluções de resistência a degradação.

Tabela V.6 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica

Tratamentos	Temperatura (°C)			
	0° - 300°C	300° - 600°C	600° - 900°C	900° - 1200°C
BM01-A4	89,03%	81,81%	66,49%	57,65%
BM02-A4	78,59%	71,30%	38,31%	30,59%
BM03-A3	85,97%	64,68%	49,39%	35,09%
BM05-A4	90,45%	71,01%	52,12%	45,07%

Embora para os tratamentos de briquetes autorredutores BM 03-A4 e BM 04-A4 a resistência a degradação obteve R_{dr} superiores a 60,00%, como apresentado na Tabela V.7.

Tabela IV.7 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica

Tratamentos	Temperatura (°C)			
	0° - 300°C	300° - 600°C	600° - 900°C	900° - 1200°C
BM03-A4	93,59%	79,03%	67,13%	63,97%
BM04-A4	93,62%	82,29%	74,54%	67,61%

Ressalta-se os tratamentos de briquetes com cimento *Portland*, nenhum obteve a $R_{dr} > 80,00\%$. Corroborando com a pesquisa de Singh (2003) que descreveu que a perda de força está relacionada ao efeito combinado da destruição da fase de ligação (C-S-H) e início das transformações de fases dos óxidos de ferro.

Sequencialmente, o tratamento BM 08-A4 com adição de cal hidratada como aglomerante apresentou resistência degradação térmica com R_{dr} inferiores a 45,00%, o que corroborou com os resultados obtidos nos estudos de D'Abréu e Filho (2004) e Zhang *et.al* (2018).

Por outro lado, os tratamentos de briquetes autorredutores com aglomerante silicato de sódio apresentaram resultados satisfatórios em que 2 tratamentos (BM11-A4 e BM12-A4) atenderam à premissa estabelecida para seleção definida para este trabalho, como apresentado na Tabela V.8.

Tabela V.8 – Valores médios dos resultados de resistência a degradação térmica

Tratamentos	Temperatura (°C)			
	0° - 300°C	300° - 600°C	600° - 900°C	900° - 1200°C
BM11-A4	90,67%	85,92%	85,88%	81,24%
BM12-A3	89,12%	81,03%	74,03%	69,36%
BM12-A4	92,48%	88,75%	87,28%	82,54%

Assim, como na pesquisa de *Han et al.* (2014) que relataram que as ligações entre silicato de sódio e as partículas constituintes ocorrem aproximadamente a 1000°C, logo em temperatura superior aos demais aglomerantes estudados. Corroborando, com a pesquisa de *Zambrano et al.* (2016), que analisaram a influência do silicato de sódio em *pellets* de finos de cromita e carbono, sendo que este aglomerante acrescentado nos briquetes em torno de 4,00% com cura a ambiente, apresentou a melhor performance mesmo após exposição a alta temperatura 900°C (1173K) a 1100°C (1373K).

Mas é importante ressaltar, que a resistência mecânica à quente diminui a cada elevação dos patamares de temperatura estipulados e ao respectivo tempo de exposição ao gradiente térmico. Esta ocorrência pode estar relacionada à quebra das ligações dos aglomerantes e das partículas constituintes dos briquetes autorredutores, além do consumo dos finos de carvão vegetal pelas reações de redução, como também pela temperatura superior a 900°C já ocorre formação de cinzas para quaisquer resquícios de finos de carvão vegetal residuais.

Observou-se que as variações de tipos e proporções de ligantes, proporção de água e composição dos briquetes autorredutores são fatores importantes para estabelecer o limiar máximo e mínimo que estipula um padrão para a estabilidade estrutural dos briquetes autorredutores.

5.3.4 Determinação das fases mineralógicas por difração de Raios-X

Cabe destacar que, a realização das análises da composição mineralógica presentes nos briquetes autorredutores buscaram relacionar e observar se os resultados obtidos nos testes realizados são consistentes com os principais minerais encontrados na literatura científica (Dana e Hurlbut, 1984; Silveira e Almeida (1988); Zhdanov *et al.* 2014).

Observou-se a presença de quartzo (SiO_2), mas esta fase é predominantemente amorfa proveniente da microssílica e dos finos de carvão vegetal, conforme descreveram Silveira e Almeida (1988); Malhotra e Mehta (1996); Lucena *et. al* (2008); Polyakch *et. al* (2014), Zhdanov *et. al* (2015). Sequencialmente a fase hematita foi obtida dos finos de minério de ferro que foram utilizados, pois como descreveram Dana e Hurlbut (1984); Souza (2005) um dos principais representantes de minerais portadores de ferro e em maior concentração nos depósitos brasileiros são a hematita (Fe_2O_3). Já, a fase da calcita é predominante dos finos de carvão vegetal, conforme descreveu Silveira e Almeida (1988).

Assim, pela análise dos difratogramas (Figuras 5.11 e Figura 5.12) a constituição dos tratamentos de briquetes autorredutores, demonstraram as fases constituintes predominantes dos resíduos que foram utilizados como matéria-prima: quartzo, hematita e calcita. Cabe destacar que, os resultados obtidos pelas análises em DRX corroboram com os teores obtidos com a realização das análises químicas realizadas ICP, descritas na subseção 5.1.2.

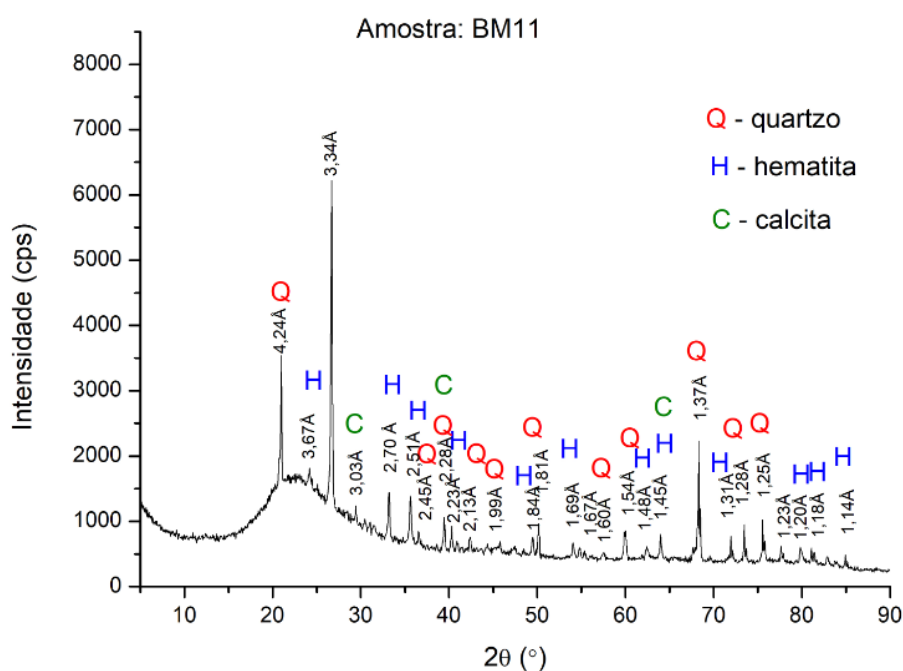


Figura 5.11 – Análise mineralógica da amostra de briquetes BM11-A4

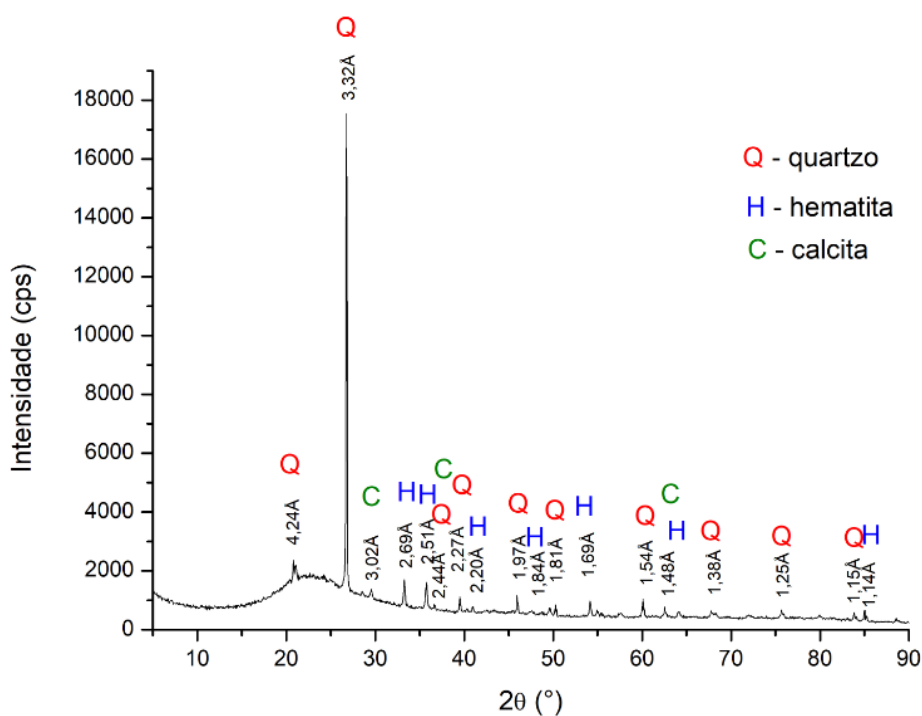


Figura 5.12 – Análise mineralógica da amostra de briquetes BM12-A4

5.4 Análise de parâmetros metalúrgicos dos briquetes autorredutores

5.4.1 Ensaios de redução

Neste subcapítulo foram apresentados e discutidos os principais resultados obtidos pela redução carbotérmica dos tratamentos de briquetes autorredutores, BM11-A4 e BM12-A4, que atenderam aos critérios de seleção impostos por este trabalho. O subcapítulo refere-se aos resultados obtidos por meio dos experimentos de redução nas temperaturas de 1750°C, 1800°C, 1850°C e 2000°C para estes briquetes autorredutores.

5.4.2 Efeitos da temperatura na perda de massa

A perda de massa dos briquetes foi um indicador de que ocorreram reações carbotérmicas em que se promoveu o consumo da matéria-prima geradora de $\text{SiO}_{(g)}$ e $\text{CO}_{(g)}$. Isso significa que a elevação da temperatura promove maior produção de gases e logo, propicia a uma maior perda de massa, conforme já descrito por Sindland; Tangstad (2021). A Figura 5.13 demonstra a perda de massa total de cada tratamento de briquetes autorredutores submetidos aos ensaios de redução em alta temperatura.

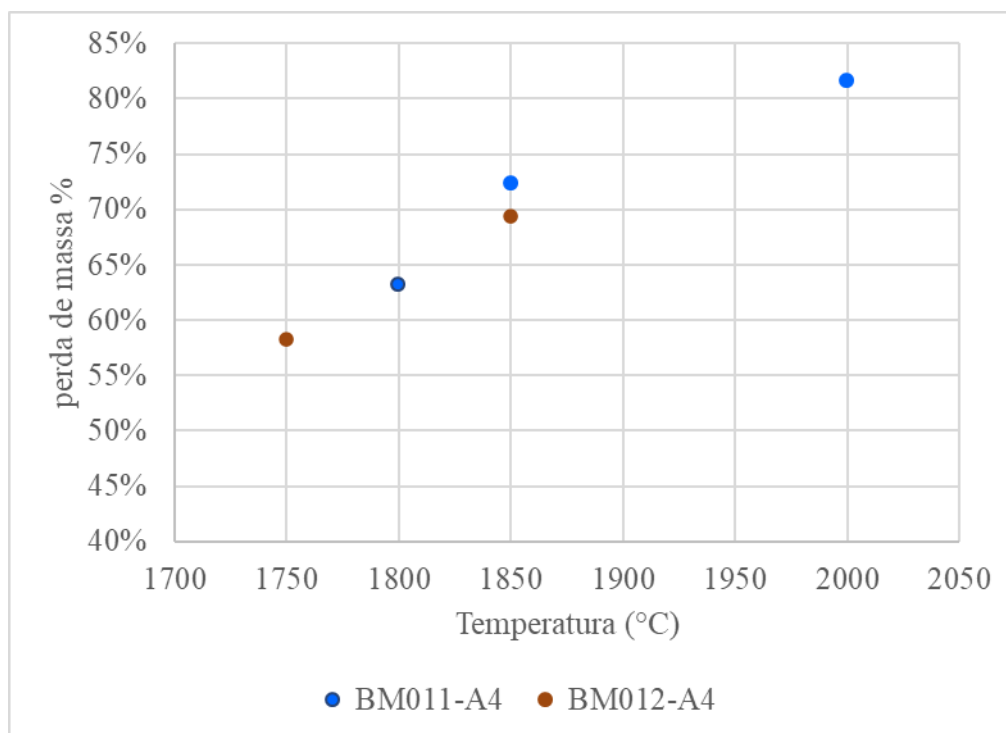


Figura 5.133 – Influência da temperatura sobre a massa dos briquetes autorredutores

A perda de massa total ficou entre 58,00 a 82,00%, com o aumento da temperatura de 1750°C a 2000°C. Resultados semelhantes a estes foram relatados por outros pesquisadores, como Bao *et al.* (2013) utilizando aglomerados de finos de quartzo e SiC, na faixa de temperatura de 1550 – 1820°C, a perda de massa obtida foi de 49,3% – 85,5%;

Li *et al.* (2016), em sua experimentação com aglomerados de finos de quartzo <70µm em ensaios de redução que abrangeram temperaturas de 1600 – 1900°C, foi respectivamente 55,8% – 77,7%. Já os autores Foldast *et al.* (2021) que produziram aglomerados com finos de quartzo de granulometria 0,4mm e SiC com partículas de 0,5mm a 10,0 mm, durante o aquecimento em temperaturas alvo entre 1700°C e 1900°C, obteve perda de massa de 35,61% - 90,13%.

Dessa forma, foi possível constatar que os resultados encontrados no presente estudo, estão em consonância com os trabalhos de Andersen (2010), Gasic 2013; Bao *et al.* (2013) que descreveram que a perda de massa é inerente as matérias-primas no decorrer do processamento e produção da liga metálica. Esses autores descreveram que a carga fria no interior do SAF captura os gases, promovendo uma suficiente redução da viscosidade do SiO₂ fundido a 1750°C, sendo observado uma rápida perda de massa, relacionada possivelmente ao aumento

da taxa de reação. Pois, a temperatura de fusão da sílica pura é 1720°C, mas as temperaturas de amolecimento e fusão para diferentes quartzos industriais variam entre 1600°C a 1800°C.

5.4.3 Análise Microestrutural dos produtos de reação

Considerando que, nas temperaturas dos ensaios de redução todo o metal será uma solução líquida de Fe-Si. Entretanto, quando resfriado após os experimentos, ele se solidifica em FeSi-FeSi₂ ou FeSi₂-Si, dependendo da quantidade de Si na solução líquida (conforme diagrama de fases de Fe-Si, seção 3.6, página 47). De modo que, verificando no diagrama de fase de Fe-Si quanto de Si; FeSi e FeSi₂ em fase metálica foi produzido pode se ver a composição do metal (KHAJAVI; BARATI, 2012).

Assim, os produtos remanescentes dos experimentos de redução foram examinados metalograficamente em microscópio eletrônico de varredura, para conhecer e determinar as fases formadas nestes tratamentos de briquetes autorredutores que foram pesquisados em diferentes temperaturas. Os resultados obtidos pela análise semiquantitativa em MEV/EDS determinaram a composição das fases individuais presentes, metálicas, carbonosas ou escória. Confrontando os resultados de composição em massa ou atômica de Si, das fases metálicas obtidas pelas análises no EDS é possível relacioná-las às informações fornecidas pelo diagrama de Fe-Si, e assim confirmar a presença da respectiva fase metálica (Si; FeSi e FeSi₂).

Conforme descreveram Li *et al.* (2016) a investigação das possíveis fases originais que restaram (SiO₂, FeO_x, C, bem como do aglomerante); das formadas como SiC, FeSi com composição variável de Fe a Si, e a geração de escória (FeO, SiO₂ e óxidos provenientes do aglomerante) é de extrema importância para determinação da viabilidade de inserção dos briquetes autorredutores como carga complementar para o SAF. Ressaltando que, a produção de SiC e FeSi seriam, portanto, produtos interessantes em um briquete.

5.4.3.1 Análise dos produtos de reação dos briquetes autorredutores - referentes ao tratamento BM11-A4

As amostras foram analisadas por MEV e além do SiC e da escória que se esperava que formasse, outras fases foram encontradas: FeSi, Si, FeSi₂ e SiC, para todas as temperaturas investigadas 1800,1850 e 2000°C.

A Figura 5.14, demonstra a micrografia (100x) dos produtos do ensaio de redução-fusão do tratamento BM11-A em temperatura de 1800°C por 30 minutos. Em destaque três áreas utilizadas na investigação dos produtos. De modo que, as Figuras 5.15 a 5.17, apresentam estas áreas com aumento de 1000X.

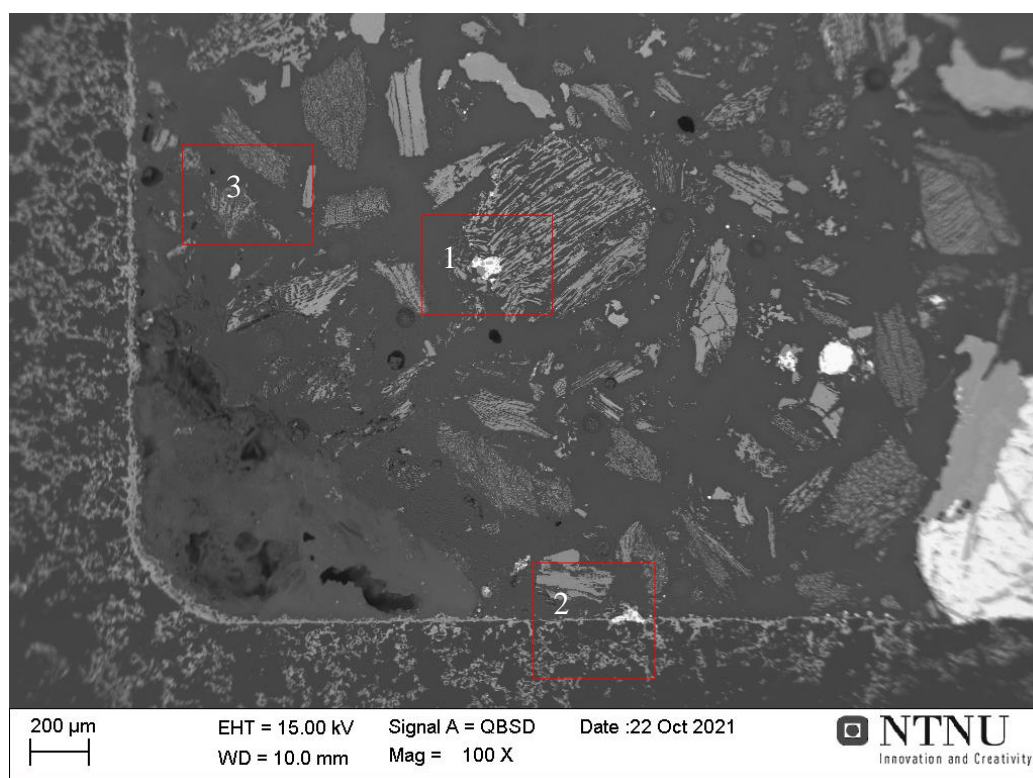


Figura 5.14 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 100X. a Áreas selecionadas em microestrutura que contêm os produtos da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Assim, na Figura 5.15 demonstra a área 1 da Figura 5.14 apresentando fases metálicas de FeSi₂ e Si. De modo que, devido a ocorrência das sub reações cinéticas provenientes do processo de produção de FeSi e Si metálico, também foram produzidas partículas de SiC(s). As informações da composição média em massa das fases produzidas encontram-se descritas na Tabela V.9.

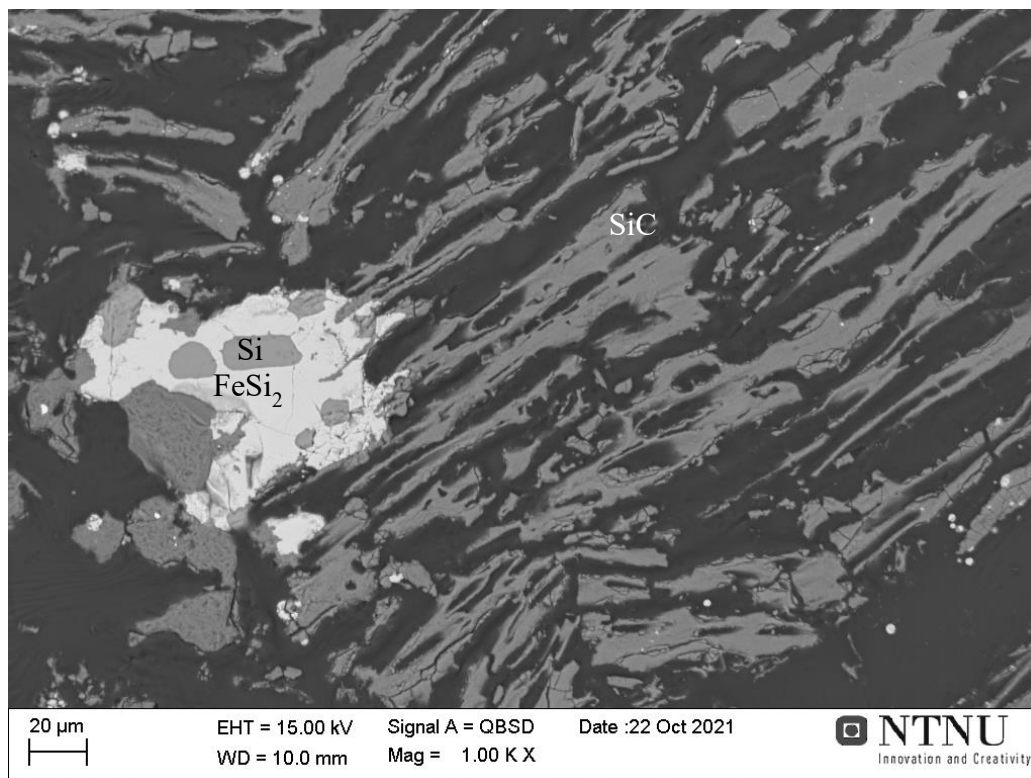


Figura 5.15 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 1 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Tabela V.9 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	8,86	47,85	43,29	-	-	-	-	-
Si	12,51	84,85	-	2,64	-	-	-	-
SiC	19,63	60,60	-	-	8,83	3,98	1,58	7,39

As fases obtidas demonstram o desempenho dos briquetes autorredutores produzidos sob a metodologia proposta na dissertação. Outros pesquisadores, Esfahani e Barati (2011); Li *et al.* (2016), promoveram estudos de redução de finos de quartzo (SiO₂) em temperaturas análogas e obtiveram performance semelhante de produção de Si, FeSi₂ e SiC. Especialmente os estudos que utilizaram temperaturas finais similares ao utilizado no procedimento experimental.

Os resultados das análises pelo EDS da composição em massa das fases metálicas produzidas, corroboram com as informações descritas pelo diagrama de Fe-Si (página 47). Cabe destacar

que, mediante a investigação da literatura científica Hustad (2018) experimentou modelos de produção de FeSi utilizando as matérias primas carvão vegetal, quartzo e minério de ferro, em três temperaturas diferentes (1600, 1700 e 1800°C) e obteve fases de Si (83,6%Si), FeSi₂ (48,8%Si) e FeSi (66,9%Si) em composição de Si% análogas à obtidas neste trabalho. Em relação, às fases produzidas a maior parte do metal analisado foi em percentual de 50/50, respectivamente Si e FeSi₂. Assim, mediante consulta ao diagrama de fases de Fe-Si (página 47) houve produção da liga FeSi 75%.

A Figura 5.16 demonstra a Área 2 da Figura 5.14 também apresentando fases metálicas de FeSi₂ e Si e estas estão em consonância com os trabalhos de Esfahani e Barati (2011); Li *et al.* (2016) e Hustad (2018). Observou-se também a formação de escória contendo predominante óxidos de cálcio e silício, sendo que Hustad 2018 em sua pesquisa assumiu valores ideais na composição da escória para a produção do silício 75% na fase de metal; em composição 29,1 % Al₂O₃; 25,9 % CaO e 45 % SiO₂. A composição química média em massa das fases descritas está inserida na Tabela V.10.

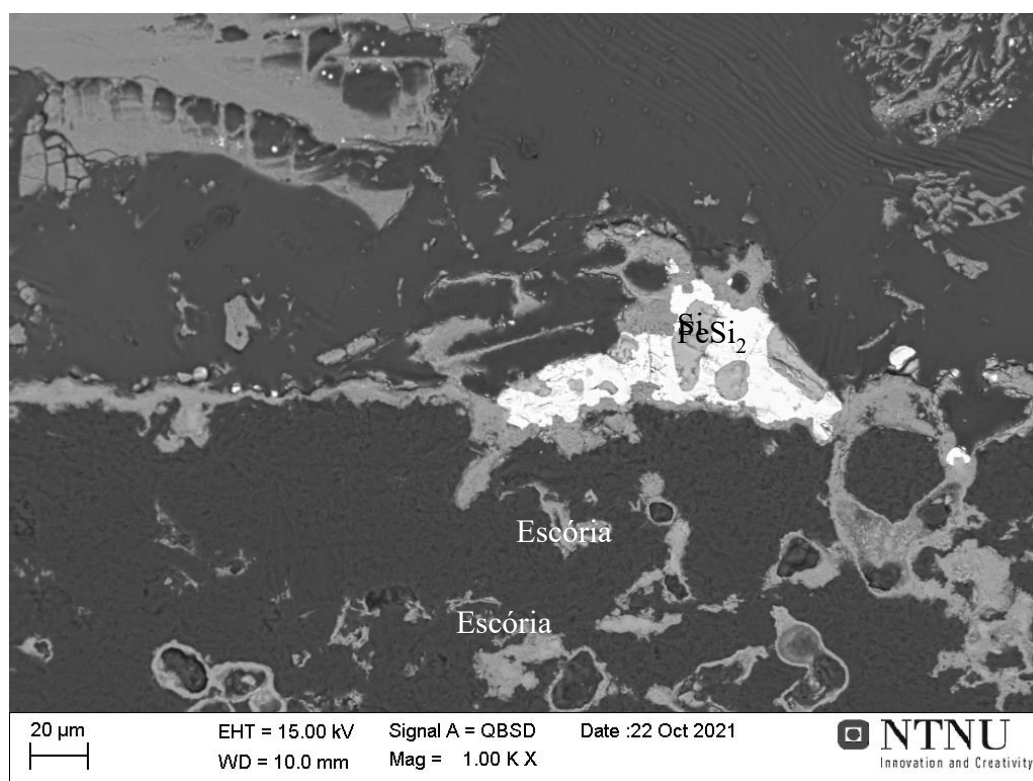


Figura 5.164 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 2 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Tabela V.10 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	8,80	47,28	43,92	-	-	-	-	-
Si	11,18	85,87	2,93	-	-	-	-	-
Escória	8,36	35,65	-	-	25,11	5,22	2,41	23,26

Cabe também destacar que Hustad (2018) ao estudar a formação de escórias em diferentes tipos de temperaturas (1600, 1700 e 1800°C) durante a produção de FeSi, também observou somente a presença de SiO₂ na escória formada. A composição de fase de impurezas da escória obtida neste trabalho é predominante constituída de CaO-SiO₂.

Por outro lado, a Figura 5.17 demonstra a área 3 da Figura 5.14 apresentando somente presença de partículas de SiC_(s), fases provenientes da ocorrência das sub reações cinéticas do processo de produção de FeSi e Si metálico. A composição química média desta fase encontrada está inserida na Tabela V.11.

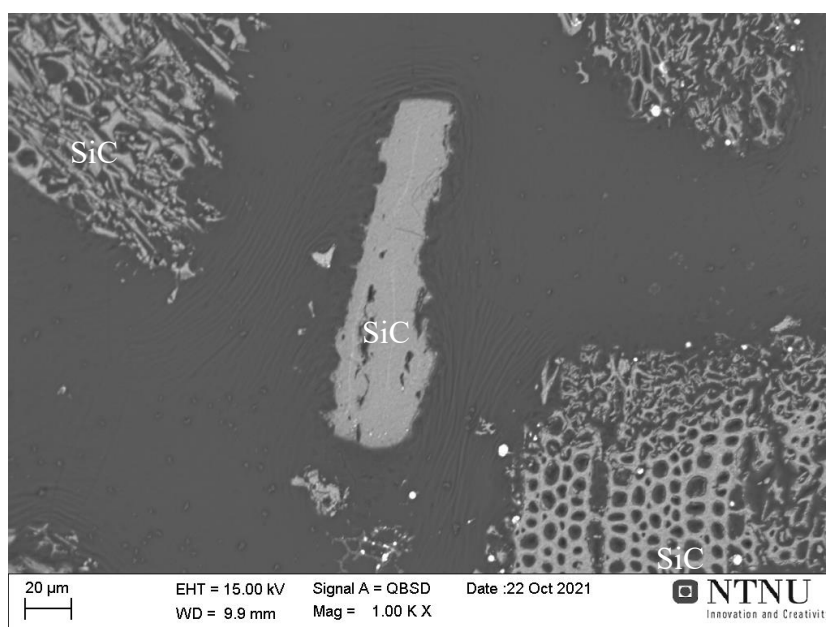


Figura 5.17 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 3 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Tabela V.11 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
SiC	26,17	68,87	-	2,03	1,81	0,93	0,38	-

Cabe destacar que foi observada que todo carbono do carvão vegetal foi transformado em SiC. Entretanto, mediante aos cálculos executados para o balanço de massa (APÊNDICE 3) percebe-se pela visualização das micrografias que houve maior produção de SiC(s) do que o calculado.

Para confirmação da condensação do gás SiO em temperatura 1800°C, um dos produtos da reação da sílica em alta temperatura, foi realizada a análise por EDS de uma área selecionada (Figura 5.18) próxima ao topo do cadinho. Observou-se que o gás SiO condensado dos briquetes autorredutores reagiram com o C_(s) do cadinho e produziram alguns grânulos de fase carbonosa de SiC_(s) incrustados no cadinho. De modo que a equação 5.1 representa a reação parcial do processo:

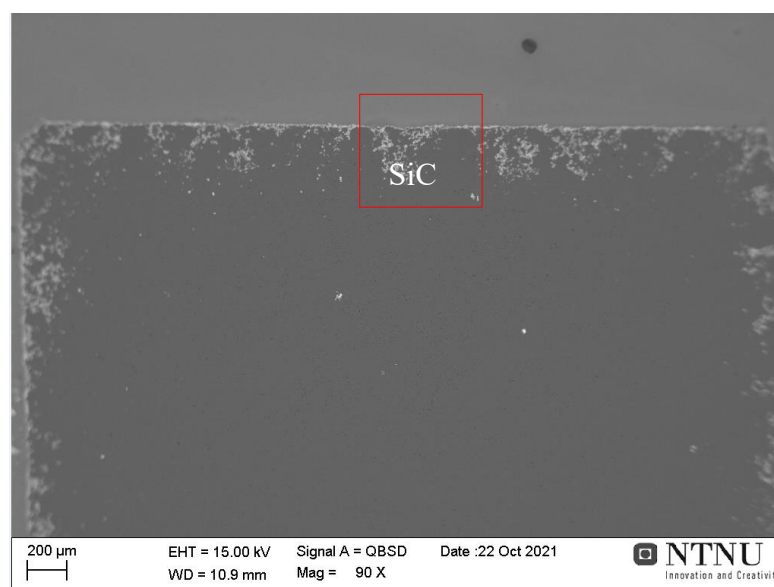


Figura 5.18– Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 90X. Área selecionada em microestrutura do material remanescente no topo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Assim, como descreveram Bao *et al* (2016) e Aarnæs *et al* (2020), o Si perdido como gás de SiO, pode ser visto no topo do cadinho de carbono, sendo este parcialmente transformado em SiC (Figura 5.19). A composição química média desta fase carbonosa está inserida na Tabela V.12.

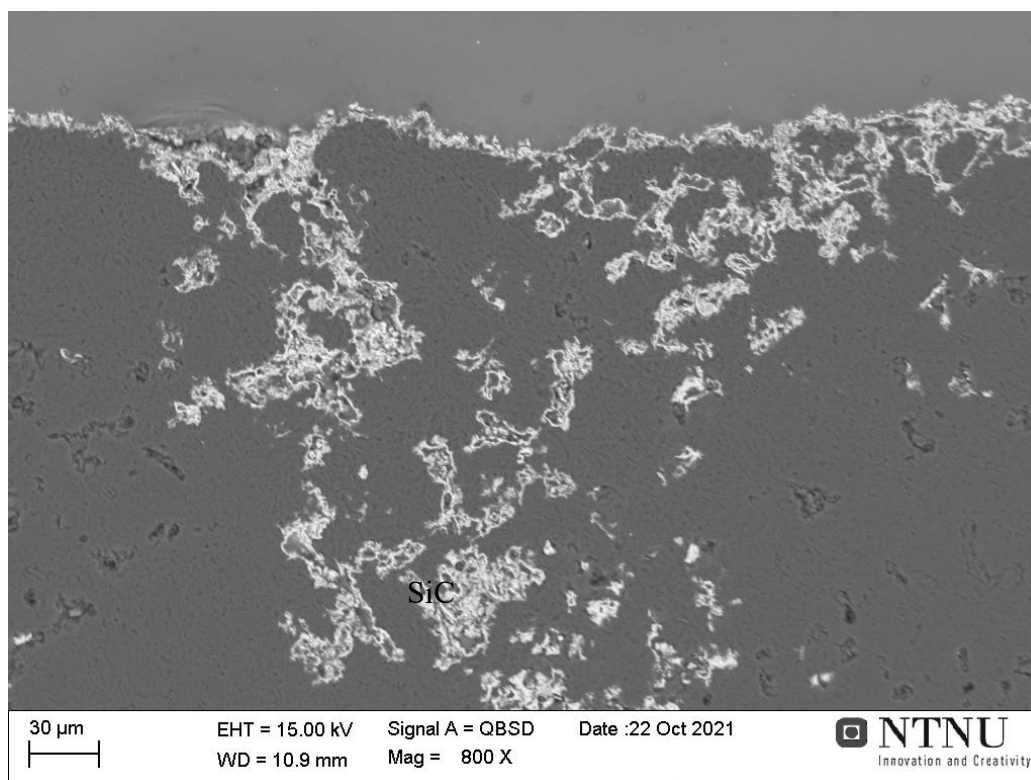


Figura 5.19 – Imagem de elétrons secundários (MEV) com aumento de 800x. Microestrutura de determinada área selecionada do material remanescente no topo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1800°C (30 minutos)

Tabela V.12 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1800° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
SiC	34,55	61,81	-	1,46	1,58	0,60	-	-

Já agora na Figura 5.20 observa-se a micrografia (90x) dos produtos do ensaio de redução-fusão do tratamento BM11-A em temperatura de 1850°C por 30 minutos, que apresenta em destaque 3 áreas com presença de fases de interesse para investigação de sua composição.

Percebeu-se um aumento na quantidade de partículas metálicas em relação à temperatura de 1800°C e um enriquecimento do teor de Si para as fases do silício metálico, o FeSi_2 e para o SiC , bem como já se apresenta a formação de partículas metálicas da fase de FeSi . De modo que, as Figuras 5.21 a 5.24, demonstram estas áreas com aumento de 1000X.

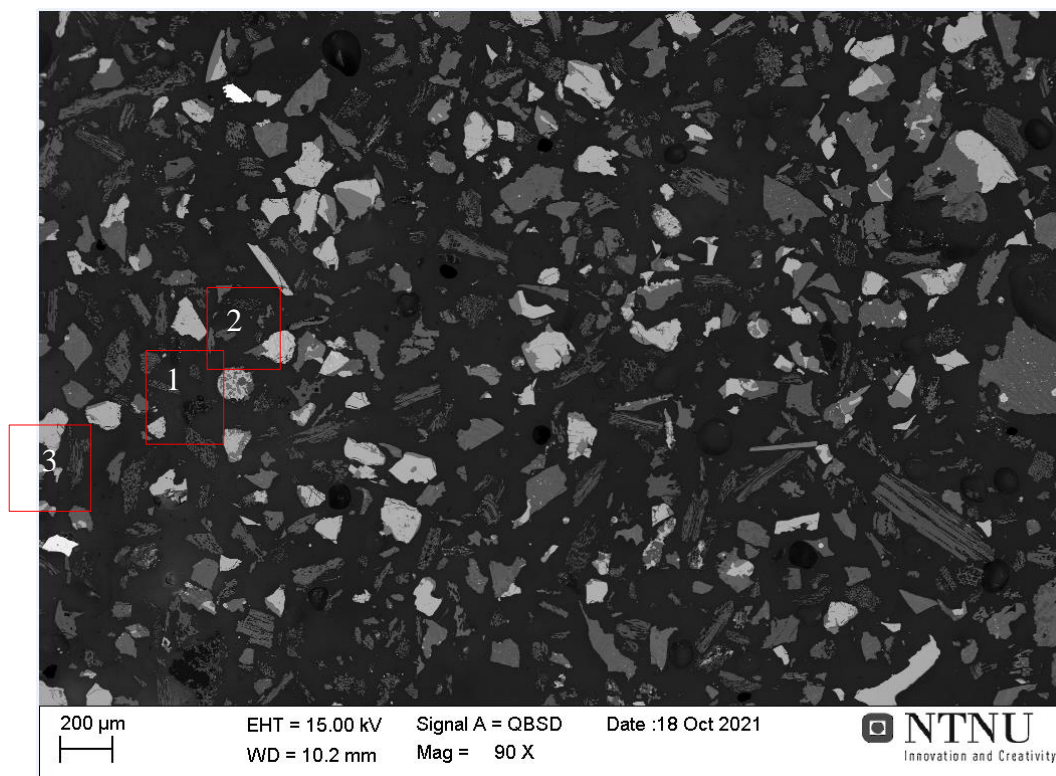


Figura 5.20 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 90x. Microestrutura dos produtos da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)

Assim, na Figura 5.21 está representada a Área 1 da Figura 5.20 apresentando fases metálicas de FeSi_2 e Si , bem como fases de carbono na forma de SiC . A composição química média das fases investigadas está inserida na Tabela V.13.

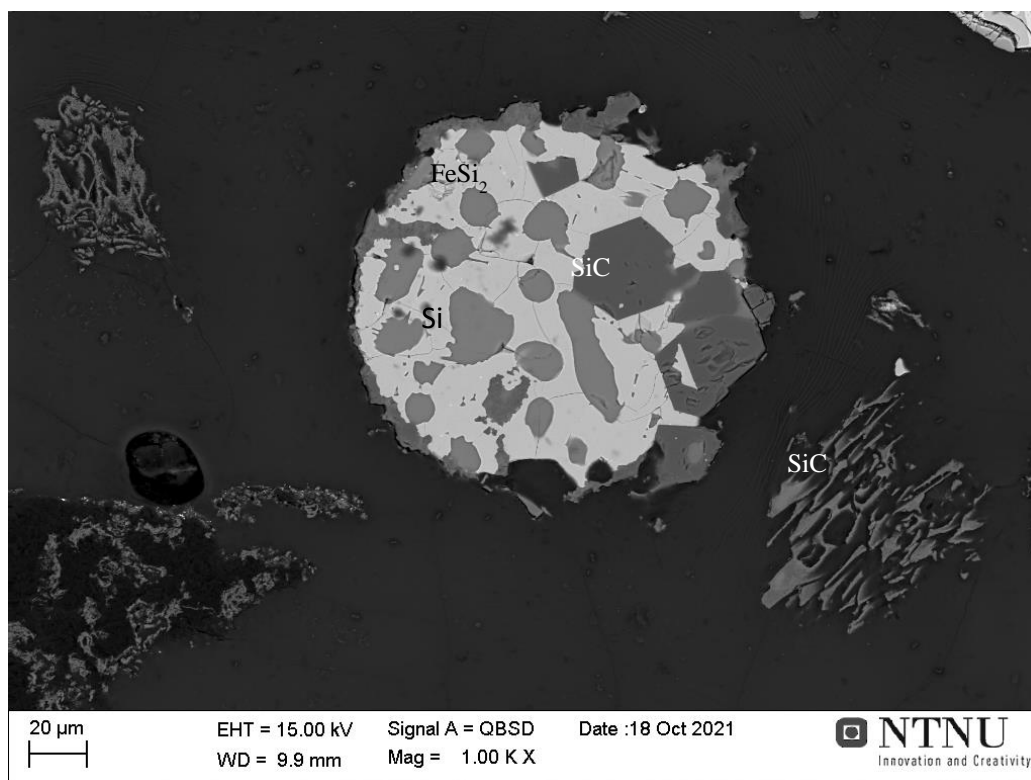


Figura 5.21 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 1 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.13 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	5,47	50,03	44,49	-	-	-	-	-
Si	-	93,31	-	6,69	-	-	-	-
SiC	19,29	76,97	-	3,74	-	-	-	-

Ressalta-se que a partir da temperatura de 1850°C, o carbono presente nas de FeSi₂ em encontra-se em quantidade mais reduzida em comparação com a composição química na temperatura de 1800°C, o que se sugere que o aumento da temperatura propiciou as reações carboquímicas inerentes ao processo de produção de FeSi, ocorrendo a evolução gradativa das reações de consumo do C_(s) (GASIC, 2013; LI, 2016; HUSTAD, 2018). Além, do que é nítido pelas informações da Tabela V.13 em comparação com as Tabela V.9 e Tabela V.10, que o Si metálico produzido a partir 1850°C já não possui C_(s) em sua composição química. A Figura

5.22 está representada a Área 2 da Figura 5.19 apresentando fases metálicas de FeSi_2 , Si, FeSi e fases de carbono na forma de SiC. A composição química da média em massa dos elementos está inserida na Tabela V.14.

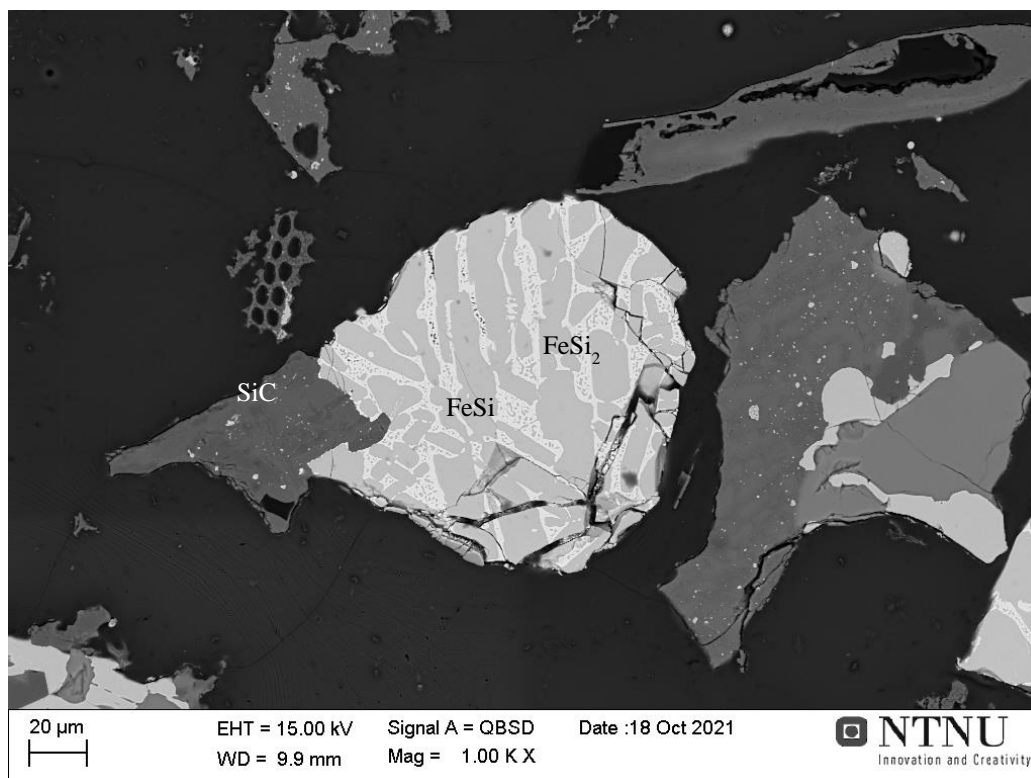


Figura 5.22 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 2 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.14 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi_2	5,18	46,58	48,27	-	-	-	-	-
FeSi	4,33	30,59	65,07	-	-	-	-	-
SiC	16,55	65,54	-	4,22	7,02	3,13	3,64	-

A formação de FeSi também foi observada por Tangstad *et al.* (2019) que simularam os experimentos em forno de indução com cadinhos de grafite que foram preenchidos com coque, quartzo, pelotas de minério de ferro e cavacos de madeira. Três conjuntos de experimentos

foram realizados para simular a produção de três diferentes graus de liga: 96, 75 e 52% Si (em massa) em duas temperaturas diferentes de 1850°C e 1900°C, e um tempo de espera constante de 30 min. A produção de FeSi 52% foi considerada possível nas condições experimentais e estava presente no cadinho. Aumentando a espera para 60min, estava presente no caso do FeSi 96%, mas a quantidade de metal produzida era insignificante.

Dois mecanismos de produção de Si foram observados: transpiração do metal Si da camada de condensado ao redor do cadinho e produção de Si nas partículas de SiC, em consonância com o trabalho de Tangstad *et al.* (2010). A Figura 5.23 está representada a área 3 da Figura 5.19 apresentando fases metálicas de FeSi₂, fases de carbono na forma de SiC e escória, com composição em massa descrita na Tabela V.15.

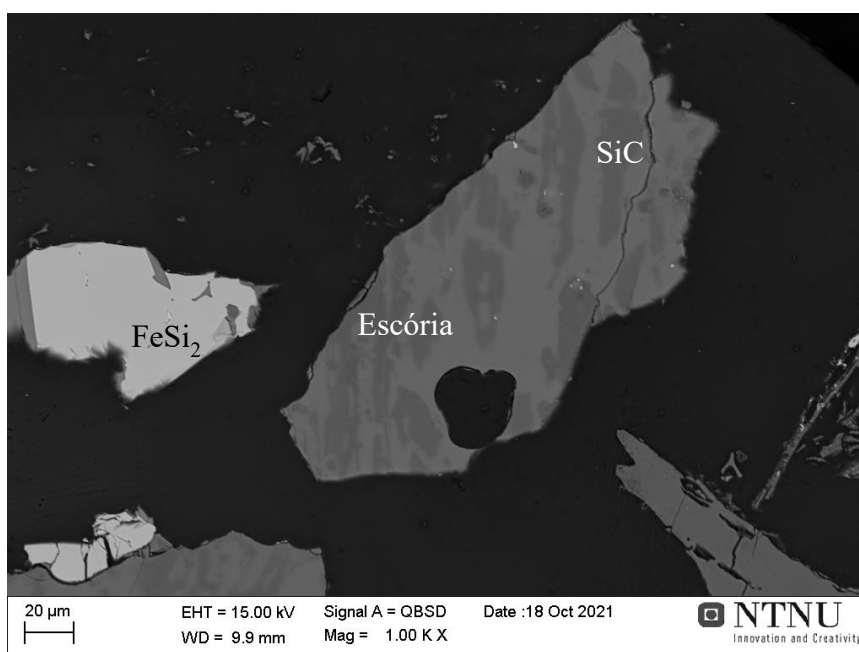


Figura 5.23– Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação da Área 3 após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.15 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	-	53,45	45,62	0,93	-	-	-	-
SiC	16,49	62,88	-	3,27	5,90	4,68	-	6,77
Escória	2,31	19,83	-	-	30,01	16,29	2,33	29,22

Percebeu-se que a escória presente na Tabela V.15 aos teores de Al e Ca são superiores que os encontrados na temperatura 1800°C (Tabela V.10). O que corrobora com o trabalho de Yefimets *et al.*(2015) que descreveu que a viscosidade das escórias tendem a elevar com o aumento da temperatura e as impurezas tendem a diminuir em maior concentração de SiO₂, assim separando da liga metálica. Em consonância, Shei *et al* (1998); Hustad (2018) confirmaram que processo de produção de ferrosilício mesmo sendo considerado um processo livre de escória devido à alta pureza das matérias-primas, há ainda formação de escória. As impurezas de óxido mais abundantes são óxido de alumínio (Al₂O₃) e óxido de cálcio (CaO) que forma uma fase de escória junto com SiO₂. Isso criará um sistema de escória Al₂O₃-CaO-SiO₂.

A dissertação em estudo descreve a utilização de resíduos como matéria na redução de briquetes autorredutores, assim seus teores de impurezas possuem valores mais elevados que o especificado pela literatura para produção de FeSi. Sendo a intenção de utilização desses briquetes autorredutores como carga complementar que permitam impurezas mais elevadas.

A Figura 5.24 seleciona com aumento de 1000X uma área do fundo do cadinho do ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos) que demonstra a formação de fases metálicas de Si e FeSi₂. Bem como fases de carbono na forma de SiC, e escória. As análises semiquantitativas das fases presentes em composição em massa estão descritas na Tabela V.16

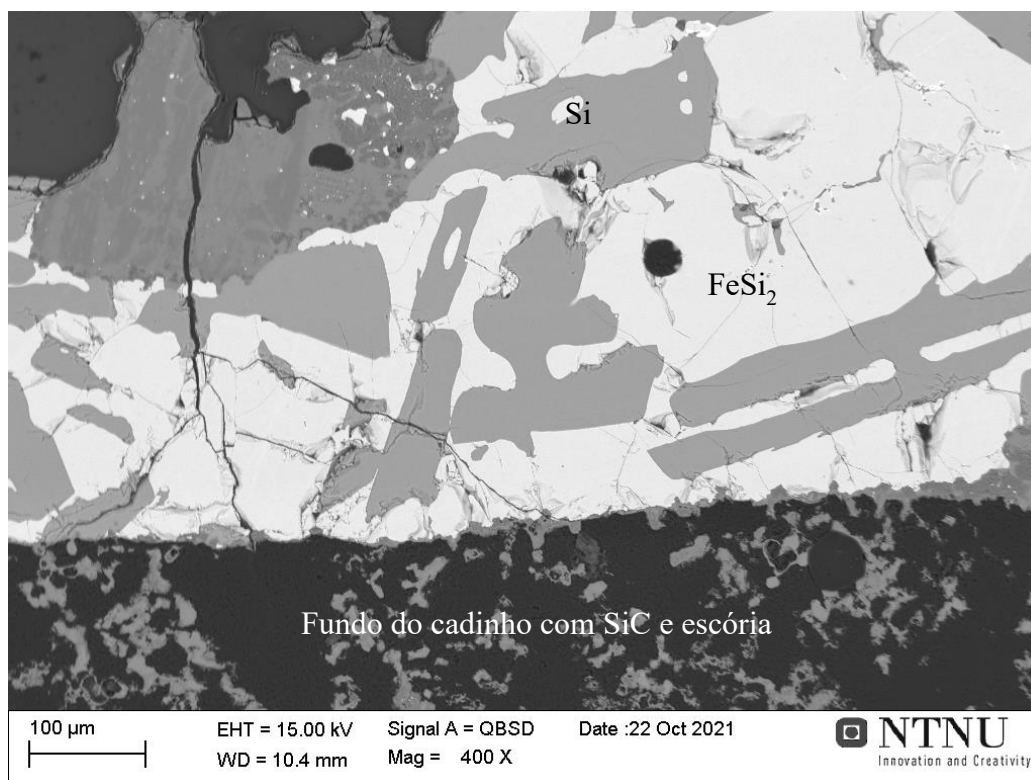


Figura 5.24 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 1000X. Microestrutura dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.16 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	8,62	48,77	42,61		-	-	-	-
Si	10,94	86,15		2,91				
SiC	19,75	60,3	-	-	6,97	5,54	1,16	6,29
Escória	5,89	20,82			30,06	17,63	4,05	21,57

A formação das fases metálicas de Si também foi observada na pesquisa de Jayakumari (2020) que demonstrou a possibilidade de produzir Si em temperaturas inferiores ou próximas de 1800°C, quando há formação de SiO_(g) sob alta pressão. Este pesquisador também descreveu sobre formação de SiC_(s) durante o processo de produção de Si/FeSi, sendo formado em cristais ou como observado nesta dissertação em superfície.

Finalmente, na Figura 5.25 apresenta a micrografia (90x) dos produtos do ensaio de redução do tratamento BM11-A em temperatura de 2000°C por 30 minutos, em destaque 2 áreas com presença de fases para investigação de sua composição. Percebeu-se que na temperatura 2000°C as fases metálicas encontram-se mais consolidadas e em maior proporção que SiC. De modo que, as Figuras 5.26 (a) e 5.26 (b), demonstram estas áreas com aumento de 400X.

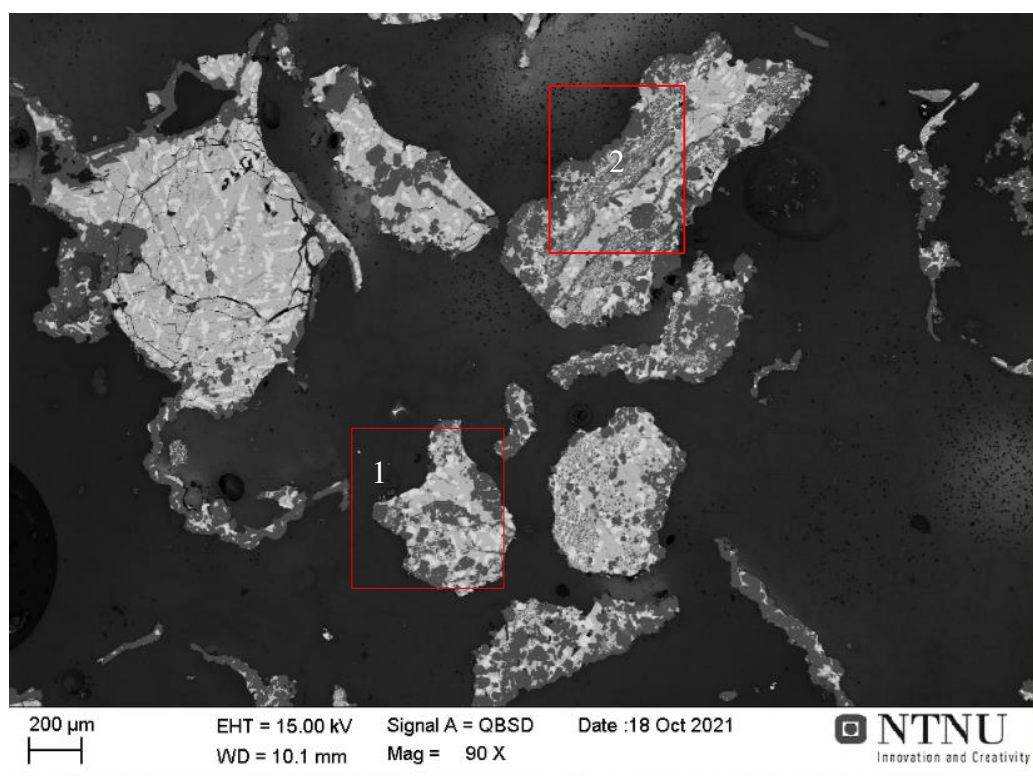
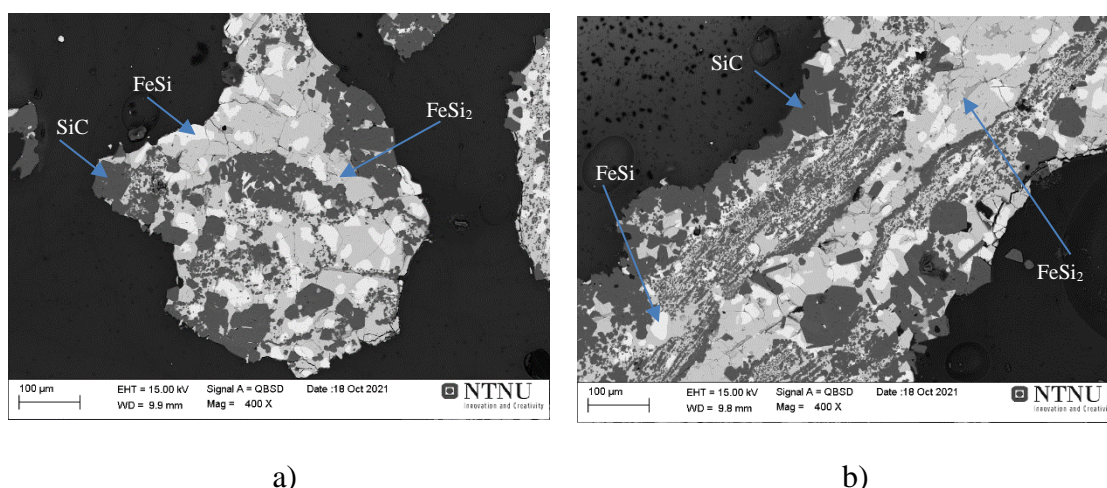


Figura 5.25 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV) aumento de 90X. Microestrutura dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 2000°C (30 minutos)

As Figuras 5.26 (a) e (b) está representada a Área 1 e 2 da Figura 5.25 apresentando fases metálicas de FeSi_2 e FeSi , bem como fases de carbono na forma de SiC . A composição química das fases encontra-se inseridas na Tabela V.17 e Tabela V.18.



a) b)
 Figura 5.26 – Imagens de elétrons retroespalhados (MEV) com aumento de 400X. Microestruturas dos produtos da reação no fundo do cadinho após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 11-A4, a 2000°C (30 minutos)

Tabela V.17 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 2000° - 30 minutos), respectivamente Figura 5.26(a)

Composição	Elementos (Massa, %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	5,39	46,18	45,88	-	-	-	-	-
FeSi	4,86	30,80	64,33	-	-	-	-	-
SiC	19,59	75,99	-	3,54	-	0,87	-	-

Tabela V.18 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM11-A4 (Temperatura 2000° - 30 minutos), respectivamente Figura 5.26(b)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	5,45	44,96	46,33	0,71	-	2,55	-	-
FeSi	4,59	20,46	64,70	-	-	-	-	-
SiC	20,67	74,75	-	3,48	0,99	0,77	-	-

Em ambas as Figura 5.26 (a) e (b) foram encontradas fases metálicas e carbonosas análogas. E assim, conforme consulta no diagrama de fases Fe-Si (página 47), especialmente na temperatura

de 2000°C, pode-se observar a formação de alguns nódulos metálicos com composição em fases na área de FeSi₂-FeSi (Figura 5.26) o demonstra que ocorreu formação de metal abaixo de FeSi 50%; corroborando com os estudos de Tangstad *et al.* (2019).

A composição percentual em massa elementar foi bastante homogênea para as fases investigadas, conforme pode-se observar nas Tabelas V.17 e Tabela V.18.

A presença de SiC_(s) apresentou em menor proporção na relação Si/SiC, tendo característica menos porosa e mais consolidada, além de possuir teores (%) mais elevados de carbono que nas temperaturas investigadas anteriormente. Em consonância, com os estudos de Jayakumari (2020) a partir de 2000 °C a partícula de SiC é muito mais densa, e a estrutura original de carbono já não mais existe nas amostras.

Houve apenas uma descoberta inesperada: SiC foi encontrado na superfície do FeSi aquecida a 2000°C, entretanto apresentado menor proporção na relação Si/SiC, que nas temperaturas inferiores (1800,1850°C), investigadas anteriormente. Assim, como Ciftja *et al.* (2010) que descreveu que a razão para isso não é totalmente compreendida, mas uma explicação pode ser que SiC é formado na superfície do silício partículas / gotículas a baixas temperaturas devido à presença de pequenas quantidades de CO e que o SiC reage com a sílica em maior temperatura.

5.4.3.2 *Análise dos produtos de reação dos briquetes autorredutores - referentes ao tratamento BM12-A4*

As amostras foram analisadas por MEV e além da escória e SiC, que se esperava que formasse, outras fases foram encontradas: FeSi, Si, FeSi₂ e SiC, para todas as temperaturas investigadas 1750 e 1850°C.

A composição química apresentada pelas fases investigadas, na Figura 5.27, demonstra área com formação de fase metálicas de FeSi₂ e FeSi, bem como fases de carbono na forma de SiC. As informações da composição química das fases encontram-se descritas na Tabela V.19.

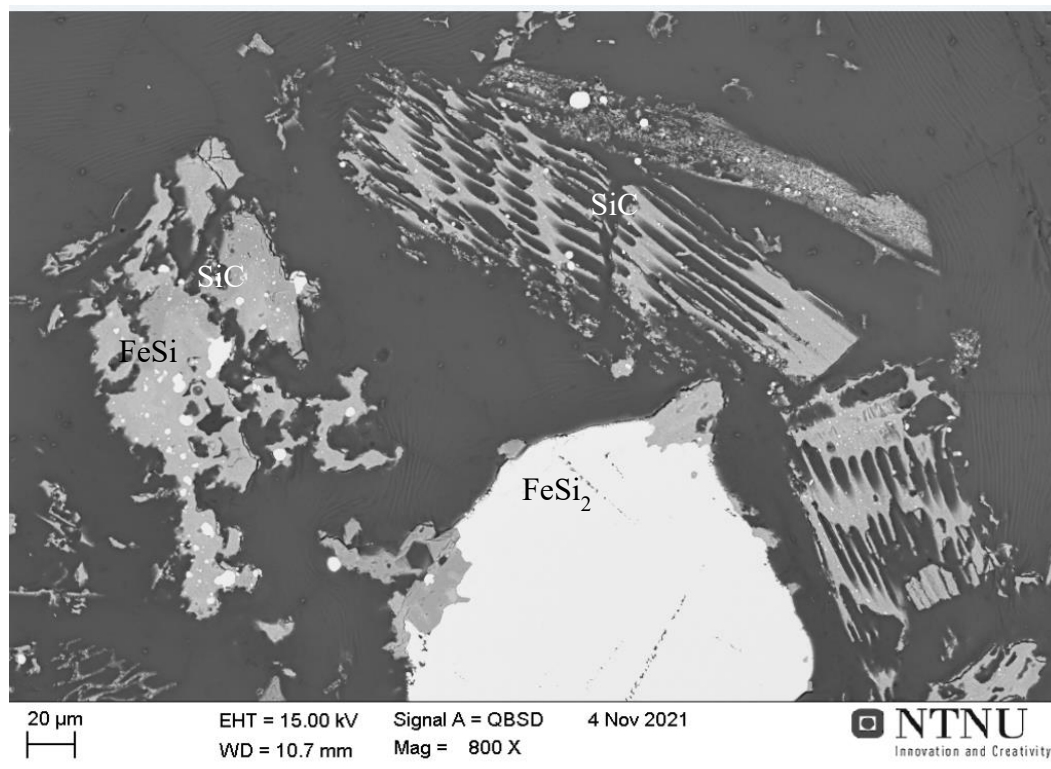


Figura 5.27 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1750°C (30 minutos)

Tabela V.19 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1750° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
FeSi ₂	6,02	40,73	50,11	-	-	-	-	-
FeSi	6,11	37,00	56,89	-	-	-	-	-
SiC	17,07	63,79	-	3,10	6,96	3,35	-	-

A temperatura a 1750°C para o tratamento BM12-A4 produziu a fase de FeSi e FeSi₂, sendo que as fases de FeSi encontradas possuíam nódulos bem pequenos. Mas corroborando com os estudos de Jayakumari (2020) que demonstrou a possibilidade de produzir Si em temperaturas inferiores ou próximas de 1800°C. As fases de FeSi encontradas possuíam nódulos bem pequenos. Assim, na Figura 5.28 apresentando fases metálica de FeSi, FeSi₂ e Si (Tanstad, 2018; Jayakumari, 2020). De modo que, também foram produzidas partículas de SiC(s). A composição química destas fases investigas nesta figura estão inseridas na Tabela V.20.

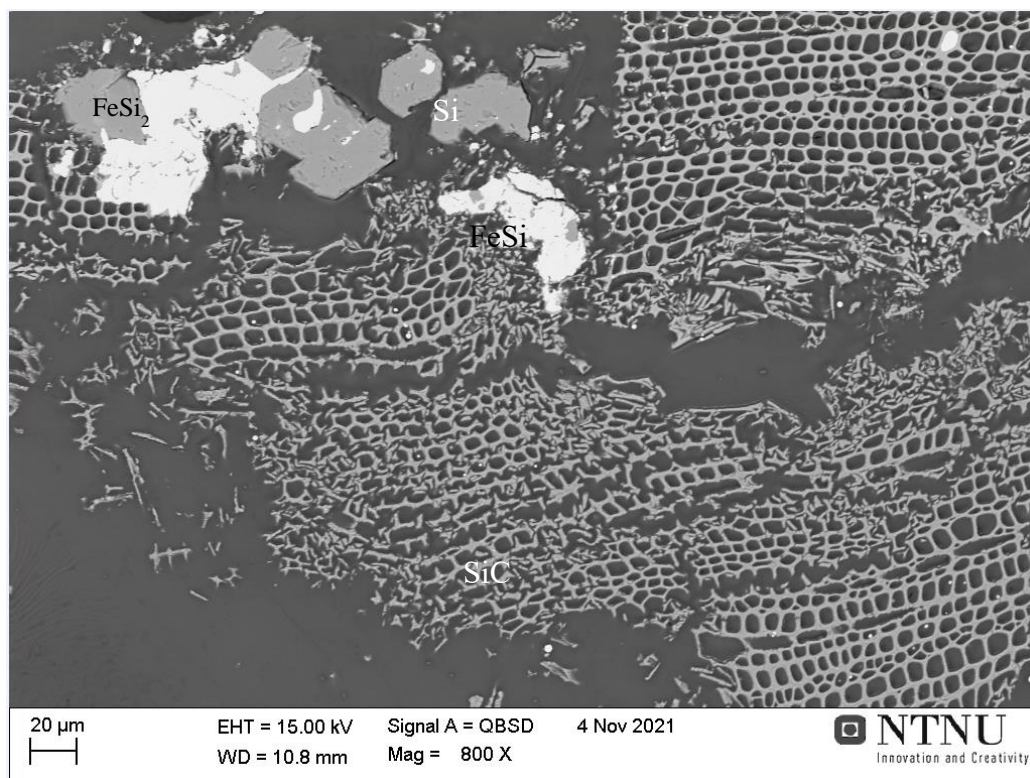


Figura 5.28 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1750°C (30 minutos)

Tabela V.20 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1750° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)							
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	Ca
Si	20,29	76,30	-	3,41	-	-	-	-
FeSi ₂	6,06	43,43	50,51	-	-	-	-	-
FeSi	5,64	35,23	59,13	-	-	-	-	-
SiC	30,66	56,62	-	2,64	5,52	1,93	0,63	2,99

Percebeu-se na micrografia das Figuras 5.27 e 5.28 que a maioria das superfícies composta pela fase SiC_(s) preservam características porosas e menos densas, mantendo ainda o aspecto do carbono em estrutura original, conforme descreveu Jayakumari (2020).

Finalmente, a Figura 5.29 e 5.30, demonstram as micrografias (800x) dos produtos do ensaio de redução-fusão do tratamento BM12-A4 em temperatura de 1850°C por 30 minutos. Nesta temperatura, observou-se no fundo do cadinho uma maior quantidade de metal.

A Figura 5.29 apresenta fases constituintes metálicas de FeSi_2 e FeSi , além de formação de fase de SiC . A composição química apresentada pelas fases investigadas, encontram-se descritas na Tabela V.21.

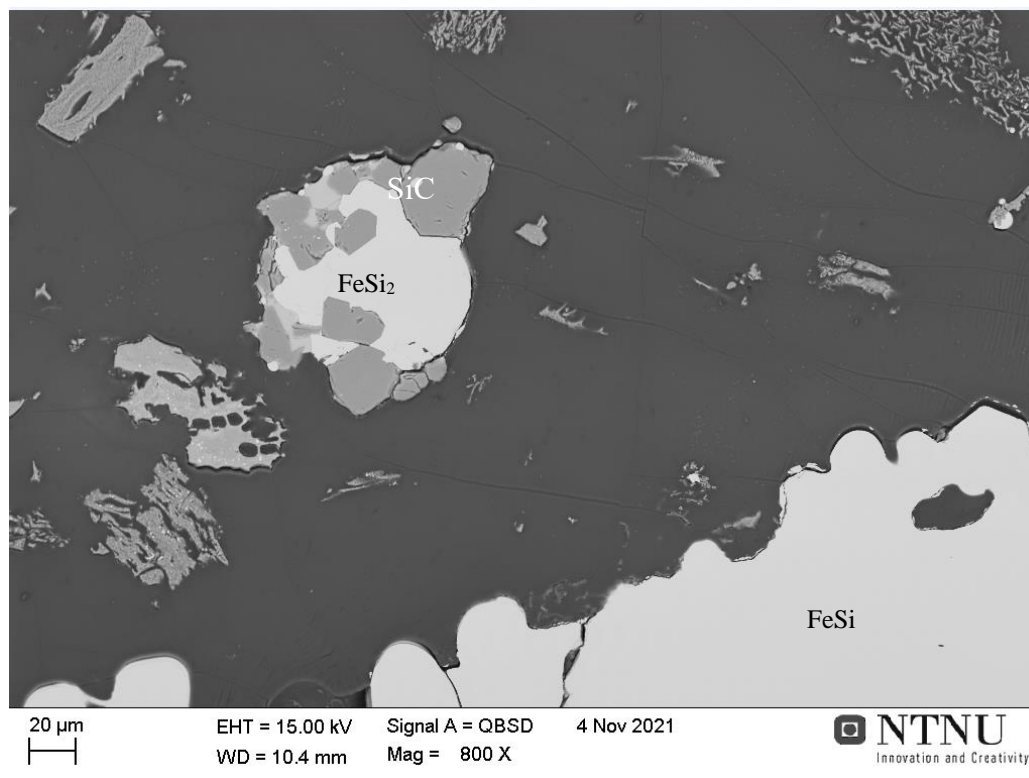


Figura 5.29 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.21 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)								
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	P	Ca
FeSi_2	6,36	45,73	47,9	-	-	-	-	-	-
FeSi	5,54	30,06	64,4	-	-	-	-	-	-
SiC	21,04	75,55	-	3,41	-	-	-	-	-
Escória	3,61	15,43	-	-	27,50	17,41	0,55	0,60	3,61

As fases produzidas nesta temperatura 1850°C para o tratamento BM12-A4 também foram as mesmas produzidas para o tratamento BM11-A4 em mesma temperatura de ensaio. Logo,

fazendo uma comparação dos resultados para a fase de FeSi da Tabela V.14 com a Tabela V.21 não ocorreu variações altas nos teores de Si, C e Fe. Da mesma forma para a fase de FeSi₂, comparando as Tabelas V.13; V.14; V.15 e V.16 com a Tabela V.21 variações de grande proporção não ocorreram.

Entretanto, em relação as escórias o que foi observado é que para o tratamento BM11-A4 (Tabelas V.15 e V.16) o valor da composição (%) de Ca é bem superior ao apresentado pelo tratamento BM12-A4, o que talvez pode estar relacionado à proporção inferior de 2,50% de sílica ativa no tratamento BM12-A4.

A Figura 5.30 também apresenta fases constituintes metálicas de FeSi₂ e FeSi, contendo também formação de fase de SiC. A composição química apresentada pelas fases investigadas encontra-se descritas na Tabela V.22.

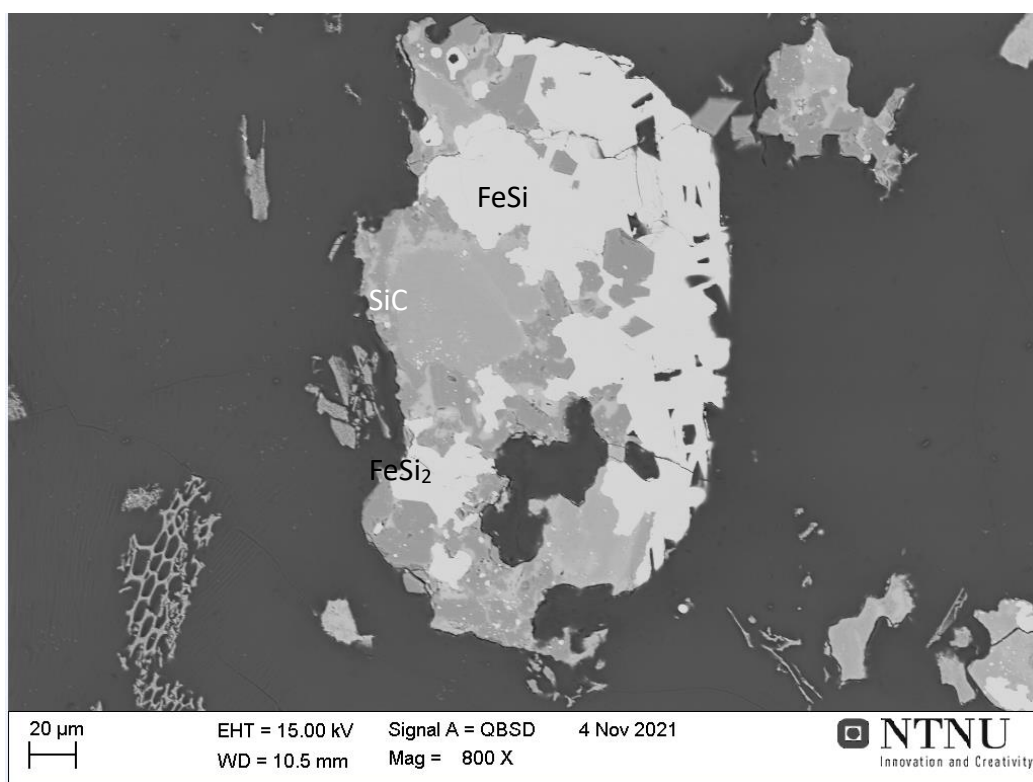


Figura 5.30 – Imagem de elétrons retroespalhados (MEV), 800X. Microestrutura do produto da reação após o ensaio de redução do briquete autorredutor BM 12-A4, a 1850°C (30 minutos)

Tabela V.22 – Análises semiquantitativa de EDS da composição em massa das fases presentes do produto do tratamento BM12-A4 (Temperatura 1850° - 30 minutos)

Composição	Elementos (Massa %)								
	C	Si	Fe	Ti	O	Al	Mg	P	Ca
FeSi ₂	6,65	47,67	45,68	-	-	-	-	-	-
FeSi	5,42	30,34	64,25	-	-	-	-	-	-
SiC	21,27	75,28	-	3,46	-	-	-	-	-

As fases metálicas e carbonosa (Figura 5.30) também apresentaram consonância com os resultados obtidos em relação aos obtidos para o tratamento BM11A-4.

5.4.3.3 As principais observações

Em todas as temperaturas de 1750°C - 2000°C, todo o carvão parece ser transformado em SiC(s).

A formação das partículas de Si metálico reduzido já são evidentes a partir de 1750°C.

Observou-se que houve formação da fase metálica de FeSi na temperatura a 1750°C para o tratamento BM12-A4 o que não foi observado a 1800° para o tratamento BM-11-A4.

As proporções do metal analisado consideraram-se que houve produção de 50/50 de fases Si - FeSi₂, ou seja, FeSi75%. Mas, alguns nódulos metálicos encontram-se na área com fases de FeSi - FeSi₂, abaixo de FeSi50%.

O Si também foi condensado como gás SiO, o que pode ser visto no topo do cadinho de carbono, que é parcialmente transformado em SiC.

Nenhum SiO₂ foi encontrado, exceto como escória de CaO-Al₂O₃-MgO-SiO₂.

A caracterização das fases presentes nos produtos dois tratamentos submetidos aos ensaios de redução, ratifica-se que não foram detectadas, pela análise de MEV por espectro de EDS nenhuma partícula do aglomerante silicato de sódio em toda a experimentação executada.

Devido às limitações de recursos financeiros e tempo para a conduções de ensaios individualizados, optou-se por conduzir, as diferentes temperaturas alvo, pesquisadas para estes dois tratamentos, não apresentariam uma grande diferença nos resultados de produtos obtidos pelo tratamento térmico. Cabe destacar que a variação no aglomerante de 5,00% (BM11-A4) para 7,50% (BM12-A4) não afetaria a representativa metalúrgica e química dos produtos obtidos; pois utilizando o silicato de sódio ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$) como ligante, o Na_2O provavelmente seria reduzido e volatilizado com a presença de carbono.

Logo, observou-se pelas análises das micrografias e composição química que as estruturas, fases metálicas e carbonosas, não possuem significativa diferença entre os tratamentos BM11-A4 e BM12-A4. Exceto na composição da escória que para o tratamento BM12-A4 apresentou teor em %Ca, bem inferior, o que talvez pode ser associado à composição da mistura deste tratamento ser 2,50% inferior em sílica ativa.

Cabe destacar que o balanço de massa (APÊNDICE III) não parece se ajustar totalmente ao experimento, pois percebeu-se pela visualização das micrografias geradas pelo MEV que há maior quantidade de SiC, em comparação com o balanço de massa. Dessa forma, sugere-se que quando se realiza o cálculo de balanço de massa supõe-se que todo Fe foi reduzido a Fe metálico. Assim, com base nas análises do metal, 75%Si, sabe-se o quanto de Si metálico foi misturado com o Fe. O restante do Si que é adicionado como SiO_2 irá para o SiC, o gás SiO e um pouco para a escória. Assim, se o Si médio no metal for menor do que o assumido nas análises, ficaria mais próximo de 50% Si no FeSi, isso daria um melhor equilíbrio de massa.

Adicionalmente, também deve-se considerar a causa devido a heterogeneidade das matérias primas, que são resíduos e isso também pode descrever o desvio, que as análises reais não seriam as análises médias assumidas dos briquetes autorredutores produzidos.

6. CONCLUSÕES

Foi desenvolvida uma metodologia de produção de briquetes autorredutores em escala laboratorial utilizando uma matriz de aço e prensa hidráulica para compressão a frio. Após a conformação foi realizado a cura em temperatura ambiente utilizando um tempo mínimo de 10 dias para secagem.

As variáveis que foram pesquisadas para a produção dos briquetes autorredutores de sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal foram: pressão de compactação na conformação dos briquetes, proporção dos componentes, proporção de água na mistura, diferentes tipos de aglomerantes (cimento *Portland*, cal hidratada e silicato de sódio) e diferentes proporções de aglomerantes.

Concluiu-se que os treze tipos de misturas estudadas apresentaram adequada briquetabilidade. Entretanto a variação em diferentes tipos e proporção de aglomerantes e do percentual água adicionada foram variáveis que afetaram o comportamento estrutural e a operacionalidade do processo.

Há aumento da densidade aparente em relação à elevação da proporção de água/aglomerantes da mistura para todos os briquetes produzidos.

Os ensaios de determinação do índice *shatter* nos briquetes autorredutores, para queda inicial de 0,30m; determinaram que 8 tratamentos com aglomerante cimento *Portland*; 8 com silicato de sódio, 4 com cal hidratada e 3 para os briquetes sem aglomerantes que atenderam à premissa estipulada de $R > 90,00\%$. Sequencialmente, para os ensaios *shatter* em queda de 1,50m, somente 12 tratamentos atenderam à premissa estipulada; expõem-se que 1 tratamento sem aglomerantes, 5 tratamentos com cimento *Portland*, 1 tratamento com cal hidratada e 5 com silicato de sódio.

Em relação a porosidade dos briquetes evidenciou-se que com a elevação da proporção dos aglomerantes - cimento *Portland* e silicato de sódio- houve um decréscimo na porosidade obtida.

A resistência a degradação térmica à quente dos briquetes autorredutores diminuiu a cada elevação dos patamares de temperatura e ao respectivo tempo de exposição ao gradiente térmico, para todos os tipos de tratamentos. Entretanto, somente dois tratamentos produzidos com silicato de sódio BM11-A4 (5,00%) e BM12-A4 (7,50%) apresentaram índices de $R_{dr} > 80,00\%$, conforme premissa estabelecida neste trabalho.

Assim, a introdução dos briquetes autorredutores como possível carga complementar pode representar uma alternativa viável e vantajosa, sendo utilizados na produção em tipos de FeSi que possuam seus limites de especificação mais amplos. Logo, seriam mensurados no balanço de massa, conjuntamente com as demais matérias-primas para que essas atuem como um corretivo à qualidade química dos briquetes que poderiam ser acrescidos de maneira cautelosa e de forma a não afetar o processo de produção e a qualidade do produto.

Por fim, o trabalho adicionou dados significativos e inéditos, que podem contribuir positivamente em relação as propriedades apresentadas pelos briquetes autorredutores com as respectivas matérias primas de resíduos do segmento da indústria de FeSi, especialmente os briquetes que utilizaram silicato de sódio como ligante.

6.1 Sugestões para trabalhos futuros

Como sugestões para trabalhos futuros, propõem-se as seguintes abordagens:

- Estudar diferentes pressões de compactação para produção dos briquetes; autorredutores de sílica ativa, finos de minério de ferro e finos de carvão vegetal.
- Adensar o conhecimento sobre a taxa de aquecimento no comportamento dos briquetes;
- Verificar mais detalhadamente como o percentual de ligante afeta a resistência a compressão;
- Realizar um balanço de massa e energia do SAF, utilizando estes briquetes autorredutores como carga complementar.
- Avaliar o rendimento, custo-benefício, de se utilizar essa tecnologia no SAF.

7. REFERÊNCIAS

AL'PEROVICH, I.G.; REPINA, L.I.; SERGEEVA, I.V.; FINBERG, D.P. RF Patent 2333889, Byull. Izobret, 2008, no. 26.

PRODUTO ERLAN LTDA, Uberlândia-MG, Paulo Cesar da Fonseca. Ornamentação aplicada a embalagem. C.I.10-3-6. BR n. DI 2300045. 12 set. 1983; 28 maio 1985. Revista da Propriedade Industrial, Rio de Janeiro, n. 762, 28 maio 1985 (patente)

AARNÆS, T. S.; TANGSTAD, M.; RINGDALEN, E. SiC formation and SiO reactivity of methane at high temperatures. **Scientific Reports**. v. 10, p. 01-12, dez. 2020.

AASLY, K. **Properties and behavior of quartz for the silicon process**. 2008. 236 f. Thesis (Degree of Philosophiae Doctor) – Faculty of Engineering Science and Technology Department of Geology and Mineral Resources Engineering. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, 2008.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 2598-1**. Minérios de ferro - Determinação do teor de silício, Parte 1: Métodos gravimétricos, NBR ISO 2598-1. 2.ed. Rio de Janeiro, 2006. 12 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 3082**. Minérios de ferro - Procedimentos de amostragem e preparação de amostra, NBR ISO 3082. 4.ed. Rio de Janeiro, 2019. 98 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 3087**. Minérios de ferro – Minério de ferro: Determinação do teor de umidade de um lote, NBR 3087. 2.ed. Rio de Janeiro, 2012. 18 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 5739**. Concreto - Ensaio de compressão de corpos-de-prova cilíndricos, NBR 5739. 3.ed. Rio de Janeiro, 2018. 9 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 8112**. Carvão vegetal - Análise imediata - Método de ensaio, NBR 8112. 1.ed. Rio de Janeiro, 1986. 5 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 9035**. Minérios de ferro – Minérios de ferro - Determinação do teor de ferro (II) solúvel em ácido - Método volumétrico, NBR ISO 9035. 2.ed. Rio de Janeiro, 2007. 10 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 10004**. Resíduos sólidos - Classificação, NBR 10004. 2.ed. Rio de Janeiro, 2004. 21 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 10007**. Amostragem de resíduos sólidos, NBR 10007. 2.ed. Rio de Janeiro, 2004. 71 p.

ABNT - Associação Brasileira de Normas e Métodos, **Norma Brasileira nº 13956-2**. Sílica ativa para uso com cimento Portland em concreto, argamassa e pasta. Parte 2: Ensaio químico, NBR 13956-2. 1.ed. Rio de Janeiro, 2012. 9 p.

ABRAFE - Associação brasileira dos produtores de ferroligas e de silício metálico. **Dados Relevantes do setor. 2009-2011**. Disponível: <http://www.abrafe.ind.br/o-setor/dados-relevantes-do-setor>. Acesso em: 22 nov. 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, United States. **ASTM D440-86**; Standard Test Method of Drop Shatter Test for Coal. United States, 2002. 4p.

ANANINA, S.A.; VERUSHKIN, V.V.; ISKHAKOV, F. M.; BUDENNYI, O. V.; SHESTERIN, V. P. Production of Ferrosilicon with a low impurity contents. **Russian Metallurgy (Metally)**, Chelyabinsk, v. 2009, n. 8, p. 748-751, dec. 2009.

ANDERSEN, V. **Reaction Mechanism and Kinetics of the High Temperature Reactions in the Silicon Process**. 2010. 99 f. Master Thesis. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim. 2010

ANJOS, R. D.; ISRAEL, M. R.; RAMAL JR, F.T.; PANDOLFELLI, V. C. Adição de microsilica e a secagem de concretos refratários. **Revista Cerâmica**, São Paulo, v. 50, n. 316, p. 331-335, oct. dec. 2004.

ARAÚJO, L. A. **Manual de Siderurgia** – Transformação. São Paulo: Arte e Ciência, 1997. v. 2.

BAPTÍSTA, A. L. B. **Desenvolvimento de um briquete auto-fundente, multiconstituído de rejeitos, resíduos e descartes recicláveis gerados na planta integrada de produção de aço, aplicado como componente da carga de fornos de redução.** 2016. 195 f. Dissertação (Mestrado em Materiais) – Programa de Mestrado Profissional em Materiais – Centro Universitário de Volta Redonda. Volta Redonda, 2016.

BAO, S.; TANGSTAD, M.; TANG, K.; RINGDALEN, E. Production of Sio gas in the silicon process. **International Ferroalloys Congress - Efficient technologies in ferroalloy industry.** p. 273 – 282. 2013

BARATA, M. **Concreto de Alto Desempenho no Estado do Pará: Estudo da Viabilidade Técnica e Econômica da Produção de Concreto de Alto Desempenho com os Materiais disponíveis em Belém e através do emprego de adições de sílica ativa e metacaulim.** 1998. 152 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia Civil – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1998.

BIZHANOVA, A. M.; KURUNOV, I. F.; DASHEVSKII, V. YA. Mechanical Strength of Extrusion Briquettes (Brex) for Blast-Furnace and Ferroalloy Production: I. Dependence of the Strength Properties of Extrusion Briquettes on the Binder. **Russian Metallurgy (Metally)**, Moscow, v. 2015, n. 3, p. 185-190. 2015.

BLOTT, S. J.; CROFT, D. J.; PYE, K.; SAYE, S. E.; WILSON, H. E. Particle size analysis by laser diffraction. **Geological Society**. London, v. 232, n. 1, p.63-73, jan. 2004.

BOROWSKI, G.; STĘPNIEWSKI, W.; WÓJCIK-OLIVEIRA, K. Effect of starch binder on charcoal briquette properties. **Int. Agrophys**, Lublin, v. 31, p. 571-574. 2017.

BORGES, A. A, LUZ, J. A. M., FERREIRA, E. E. Caracterização da parcela magnética de minério fosfático de carbonatito. **REM: Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 61, n.1, p. 29-34, jan. mar. 2008.

BRASIL. CONAMA, Resolução nº 313, de 29 de outubro de 2002, do **Conselho Nacional do Meio Ambiente – CONAMA**. Dispõe sobre o inventário nacional de resíduos sólidos industriais; publicada no DOU no 226, de 22 de novembro de 2002, Seção 1, páginas 85-91; Brasília, DF.

BUITRAGO, L. J. H. **Avaliação microestrutural, cinética e mecânica de pelotas autorredutoras a base de resíduos de aciaria elétrica contendo zinco pelo processo waelz**. 2018. 193 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2018.

BUZIN, P. J. W. K. **Desenvolvimento de briquetes autorredutores a partir de carepas de processamento siderúrgico para utilização em forno elétrico a arco**. 2009. 138f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009.

BROGGI, A.; RINGDALEN, E.; TANGSTAD, M. Evolution of SiO_x Shell Layers on SiC-SiO_x Core-Shell Nanowires. **Materials Science Forum**. Trans Tech. Publications Ltd, Switzerlandv. 1004, p. 479-489. 2020.

CARMO, J. B. M; PORTELLA, K. F. Estudo comparativo do desempenho mecânico da sílica ativa e do metacaulim como adições químicas minerais em estruturas de concreto. **Revista Cerâmica**, São Paulo, v. 54, n. 331, p. 309-318, jul. set. 2008.

CARVALHO, E. A.; BRINCK, V. Briquetagem - Parte I. In: LUZ, Adão Benvindo da SAMPAIO, João Alves; FRANÇA, Sílvia Cristina Alves (Ed.). **Tratamento de Minérios**. 5. ed. CETEM/MCT, 2010, p. 683-702.

CASTRO, A. L.; PANDOLFELLI, V. C. Revisão: Conceitos de dispersão e empacotamento de partículas para a produção de concretos especiais aplicados na construção civil. *Revista Cerâmica*, São Paulo, v. 55, n. 333, p. 18-32. 2009.

CHAVES, E. L. **Gestão ambiental do gás do alto forno e avaliação dos sistemas de controle atmosféricos de siderúrgica, viabilizando um sistema de geração de energia elétrica**. 2013.

156 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia Ambiental) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Ambiental – Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2013.

CHASHIN, G. A.; KASHLEV, I. M.; D.; EFIMOV, G. P; BONDAREV, A. A. Mastering a technology for making a new commercial product – Densified Microsilica. **Metallurgist**, v. 53, n. 3-4, p. 233-235, 2009.

COETSEE, T. MnO reduction in high carbon ferromanganese production: practice and theory. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**. Pretória, v. 39, n. 5, p.351-358, 2018.

DANA, J. D.; HURLBUT JR, C. S. **Manual de Mineralogia**. 9. Ed. Rio de Janeiro: Técnicos e Científicos Editora, 1984.

D'ABREU, J. C.; FILHO, R. N. R. – Contribuição ao estudo da aglomeração de finos utilizando cimento ari, cimento AL - 61 e cal hidratada. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**. São Paulo, v. 1, n. 2, p.5-9, out. dez. 2004.

D'ABREU, J. C.; KOHLER, H. M.; NOLDIN JR, J. H. Mathematical model for descending selfreducing agglomerates in lumpy zone of Tecnoled furnace. **Ironmaking and Steelmaking**. v. 35, n. 7, p. 484-491, 2008.

DEC, R. T., ZAVALIANGOS, A., CUNNINGHAM, J. C. Comparison of Various Modeling Methods for Analysis of Powder Compaction in Roller Press. **Powder Technology**, v.130, p.265– 271, 2003.

ELKEM. **Informativo da Elkem Carbon**. Serra, v. 15, n. 11, p. 01-08. out - dez, 2019.

EREMIN, A. Ya.; BABANIN, V. I.; KOZLOVA, S. Ya. Establishing the Requirements for Indices Characterizing the Mechanical Strength of Briquets with Binders. **Metallurgist**, v. 47, n. 11, p. 437-446, 2003.

ESFAHANI, S.; BARATI, M. Purification of Metallurgical Silicon Using Iron as Impurity Getter, Part II: Extent of Silicon Purification. **Met. Mater. Int.**, v. 77, n. 6, p. 1009-1015, dec. 2011.

FEAM – FUNDAÇÃO ESTADUAL DO MEIO AMBIENTE. **Levantamento da Situação Ambiental e Energética do Setor de Ferroligas e Silício Metálico no Estado de Minas Gerais, com Prospecção de Ações para o Desenvolvimento Sustentável da Atividade – Relatório de Requisitos Legais.** Belo Horizonte: 2010. 62p. Disponível: http://www.feam.br/images/stories/arquivos/producaosustentavel/levantamento_situacao_setor_ferroligas_requisitos_legais.pdf

FEECO INTERNATIONAL. 2019. **Briquettes, Granules, and Pellets – What’s the difference?** <https://feeco.com/briquettes-granules-and-pellets-whats-the-difference/>. Accessed 16 november 2019.

FERRANTE, F. **Estudo de viabilidade para recuperação de minério de ferro em rejeitos contidos em barragens.** 2014. 85f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2014.

FERREIRA, R. L. S.; ANJOS, M. A. S.; PEDERNEIRAS, C. M.; COSTA, T. C. S.; Nobrega, A. K.; SILVA, C. H. R. B. Avaliação da potencialidade da utilização de microssílica de alto teor de carbono como material pozolânico. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 22. 2016, RN, Brasil. **Anais eletrônicos do 22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Natal: Metallum Congressos Técnicos e Científicos, 2016. Disponível: <http://www.metallum.com.br/22cbecimat/anais/PDF/205102.pdf>. Acesso em: 10 set. 2018

FIGUEIRA, R. M. F. **Operação de Forno Elétrico a Arco.** São Paulo: Gerdau, 2007.

FISHER, P.; AUMANN, C; CHIA, K.; O’HALLORAN, N.; CHANDRA, S. Adequacy of laser diffraction for soil particle size analysis. **Plos One.** Canada, v. 12, n. 5, p.1-20, abr. 2017.

FLORES, B. D.; FLORES, I. V.; GUERRERO, A.; ORELLANA, D. R.; POHLMANN, J. G.; DIEZ, M. A.; BORREGO, A. G., OSÓRIO, E.; VILELA, A. C. F. Effect of charcoal blending with a vitrinite rich coking coal on coke reactivity. **Fuel Processing Technology**. v. 155, n. 1, p. 97-105, jan.2017.

FOLSTAD, M. B.; RINGDALEN, E.; TVEIT, H.; TANGSTAD, M. Effect of Different SiO₂ Polymorphs on the Reaction Between SiO₂ and SiC in Si production. **Metallurgical and Material Transactions B**. v. 52, n. 2, p. 792-803, apr. 2021.

GASIC, M. **Handbook of Ferro Alloys: Theory and Technology**. Cambridge, MA: Elsevier, 2013.

GOMES, M. A., PEREIRA, C. A., PERES, A. E. C. Caracterização tecnológica no aproveitamento de rejeito de minérios de ferro. **REM: Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 64, n. 2, p. 233-236, abr. jun.2011.

HAN, H.; DUAN, D.; YUAN, P. Binders and Bonding Mechanism for RHF Briquette Made from Blast Furnace Dust. **ISIJ International**. v. 54, n. 8, p. 1781-1789, 2014.

HASANNEZHAD, H; MEYSAMI, A. Effects of Porosity and Electrical Resistance of Metallurgical Coke and Semicoke on Silicon Recovery in an Electric Arc Furnace. **JOM**. Golpayega. v. 71, n. 1, p. 336-341, jan. 2019.

HERMANN, A.; LANGARO, E. A.; SILVA, S. H. L; KLEIN, N. S. Particle packing of cement and silica fume in pastes using an analytical model. **IBRACON Structures and Materials Journal**. v. 9, n 1, p. 48-65, feb. 2016.

HUSTAD, H. M. **Tapping of FeSi Furnaces**. 2018. 80 f. Thesis (Chemical Engineering and Biotechnology Doctor) – Department of Materials Science and Engineering. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, 2018.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, England, **ISO 616**; Coke - Determination of shatter indices. England, 1995. 5p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Switzerland. **ISO 3271**; Iron Ores – Determination of Tumble Strength. Switzerland, 1995. 7p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Switzerland. **ISO 7215**: Iron ores for blast furnace feedstocks - Determination of the reducibility by the final degree of reduction index. 2015. 11p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Switzerland. **ISO 8371**; Iron Ores for blast furnace feedstocks – Determination of the decrepitation index 2015. 7p.

INSTITUTO AÇO BRASIL (IABr). **Anuário estatístico**. Rio de Janeiro: Instituto Aço Brasil, 2019.

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD. Test Method for Determination of Shatter Strength of Iron Ore Sinter - **JIS M 8711**. Tokyo, Japão2011. 4 p.

JAYAKUMARI, S. **Formation and Characterization of β - and α -Silicon Carbide Produced During Silicon/Ferrosilicon Process**. 2020. 252 f. Thesis (Degree of Philosophiae Doctor) – Faculty of Natural Sciences Department of Materials Science and Engineering. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, 2020.

JOHANSEN, W. K. Materials Manhandling in the Mining and Smelting Industries. **JOM**. Oslo. v. 49, n. 4, p.53-57, abr. 1997.

JOHANSEN, S. T.; GRADAHN, S.; GAMMELSAETER, R.; RAANES, M.; ARNTSBERG, A. E.; LINDSTAD, T.; ENSTAD, G.; TVEIT, H. Clogging of ferrosilicon furnace off-gas channels at high temperatures in smelter process gas handling and treatment. In *The Minerals, Metals and Materials Society*, p. 7-18, June 1991.

KADKHODABEIGI, M. **Modeling of tapping processes in submerged arc furnaces**. 174 f. Thesis (Philosophiae Doctor) – Department of Materials Science and Engineering. Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, 2011.

KADKHODABEIGI, M; TVEIT, H.; JOHANSEN, S. T. Modelling the Tapping Process in Submerged Arc Furnaces Used in High Silicon Alloys Production. **ISIJ International**, Trondheim, v. 51, n. 2, p. 193-202, feb. 2011.

KALIYAN, N.; MOREY, R. V. Factors affecting strength and durability of densified biomass products. **Biomass and Bioenergy**. v. 33, n. 3, p. 337-359, 2009.

KAMINSKI, D.; PERUCH, F. Estudo da Influência do uso de Aglomerantes sobre as Propriedades do Coque Metalúrgico. 18., 2011, SC, Brasil. **Anais eletrônicos do 18º CREEM - Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica**, Rio de Janeiro: ABCM, 2011. 2p. Disponível: <http://abcm.org.br/anais/creem/2011/tmeb/08.pdf> Acesso em: 26 jan. 2020.

KERO, I.; GRADAHN, S.; TRANELL, G. Airborne Emissions from Si/FeSi Production. **JOM**. Trondheim. v. 69, n. 2, p. 365-380, jan. 2017.

KHAJAVI, L. T.; ESFAHANI, S. Thermodynamics of Phosphorus Removal from Silicon in Solvent Refining of Silicon. **High Temp. Mater. Proc.** v. 31, n. 4 -5, p. 627-631, 2012.

KÖPPERN. **Briquetting with roller presses** (Brochure). Hattingen, Germany, 2017. Disponível:http://www.koepferninternational.com/fileadmin/user_upload/downloads/Compaction/Brochure_Compaction.pdf . Acesso em: 15 nov. 2019.

KULIKOV, B.P.; ISTOMIN, S.P. Pererabotka otkhodov alyuminievogo proizvodstva (Waste Recycling of Alumnum Industry), Krasnoyarsk: LLC “Klassik Tsentr”, 2004. 480 p.

KUMAR, M.; JENA, S.; PATEL, S. K. Characterization of properties and reduction behavior of iron ores for application in sponge ironmaking. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, v. 29, n. 2, p. 118-129, 2008.

LEMOS, L. R. **Produção de briquetes de resíduos siderúrgicos para utilização em altos-fornos**. 2015. 136f. Tese (Doutorado em Metalurgia Extrativa) – Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2015.

LEMOS, L. R.; ROCHA, S. H. F. S.; CASTRO, L. F. A; ASSUNÇÃO, G. B. M.; SILVA, G. L. R. Mechanical strength of briquettes for use in blast furnaces. **REM, International Engineering Journal**. Ouro Preto, v. 72, n. 1, p. 63-69, jan. mar. 2019.

LI, F.; TANGSTAD, M. Carbothermal Reduction of Quartz with Carbon from natural gas. **Metallurgical and Materials Transactions B**. v. 48, n. 2, p. 853-869, apr. 2017.

LI, X.; ZHANG, G.; OSTROVSKI, O.; TRONSTAD, R. Effect of gas atmosphere on the formation of silicon by reaction of SiC and SiO₂. **J Mater Science**. v. 51, n. 2, p. 876-884, jan. 2016.

LUMADUE, M. R; CANNON, F. S.; BROWN, N. R. Lignin as both fuel and fusing binder in briquetted anthracite fines for foundry coke substitute. **Fuel**. v.97, p. 869-875, jul. 2012.

MINAS GERAIS (Estado). **Resolução Normativa nº 187**, de 19 de setembro de 2013. Estabelece condições e limites máximos de emissão de poluentes atmosféricos para fontes fixas e dá outras providências. Diário Oficial [do] Estado de São Paulo, Poder Executivo, caderno 1, n. 176, 24 abril 2013. Seção 1, p.27. Disponível em: <https://www.jornalminasgerais.mg.gov.br/?dataJornal=2013-09-20#> . Acesso em: março 2021.

MINAS GERAIS (Estado). **Deliberação Normativa Copam nº 217**, de 6 de dezembro de 2017. Produção de ligas metálicas (ferroligas), silício metálico e outras ligas a base de silício. ANEXO B (B-03-04-2). Diário executivo de Minas Gerais de 08. Dez. 2017. Diário Oficial de Minas Gerais, Poder Executivo. Belo Horizonte, MG. Disponível em: <http://www.siam.mg.gov.br/sla/download.pdf?idNorma=45558>). Acesso em: setembro 2021.

MALHOTRA, V. M.; MEHTA, P. K. **Pozzolanic and cementitious materials**. Advances in Concrete Technology, v. 1, Gordon and Breach Publishers, 1996.

MANI, S.; TABIL, L.G.; SOKHANSANJ, S. Specific energy requirement for compacting corn stover. **Bioresour Technol**. v.97, p.1420-1426. 2006.

MASSALSKI, T. B.; OKAMOTO, H.; SUBRAMANIAN, P. R.; KACPRZAK, L. **Binary Alloy Phase Diagrams**, 2nd ed., (eds. T.B. Massalski, J. L. Murray, L. H. Bennet, H. Baker), ASM International. 1990.

MASSARO, M. M.; SON, S.F.; GROVEN, L.J. Mechanical, pyrolysis, and combustion characterization of briquetted coal fines with municipal solid waste plastic (MSW) binders. **Fuel**. v.115, p. 62-69, jan.2014.

MEHTA, P. K.; MONTEIRO, P. J. M. **Concreto: estrutura, propriedades e materiais**. São Paulo: PINI, 1994.

MARCON. **Manual de instruções prensas 10, 15, 15C e 30**. Marília, São Paulo, 2019. Disponível:<https://www.marcon.ind.br/public/imgs/produtos/pdf/08082019091236458935.pdf>. Acesso em: 02 mar. 2020.

MINERAL COMMODITY SUMMARIES OF UNITED STATES GEOLOGICAL SURVEY (USGS). **Silicon 2019**. Disponível: <https://prd-wret.s3-us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/production/atoms/files/mcs-2019-simet.pdf>. Acesso em: 17 nov. 2019.

MOON, J.; SAHAJWALLA, V. Kinetic Model for the Uniform Conversion of Self Reducing Iron Oxide and Carbon Briquettes. **ISIJ International**. v. 43, n. 8, p. 1136-1142, 2003.

MOON, J.; SAHAJWALLA, V. Investigation into the Role of the Boudouard Reaction in Self-Reducing Iron Oxide and Carbon Briquettes. **ISIJ International**. v. 37B, p. 215-221, apr. 2006.

MUWANGUZI, A. J. B.; KARASEV, A.V.; BYARUHANGA, J.K; JÖNSSON, P. G. Characterisation of the Physical and Metallurgical Properties of Natural Iron Ore for Iron Production. **ISRN Materials Science**. v. 2012, n.5, p. 01-09, aug. 2012.

MYHRE, B. The effect of particle-size distribution on flow of refractory castables. In: Annual Refractories Symposium, 30. USA. **Anais The American Ceramic Society**. Missouri: The American Ceramic Society, 1994.

NÆSS, M. K., KERO, I.; TRANELL, G.; TANG, K.; TVEIT, H. Element distribution in Silicon refining: thermodynamic model and industrial measurements. **JOM**. Trondheim. v. 66, n. 11, p. 2343-2354, nov. 2014.

NARITA, C.Y. **Estudo da obtenção de briquetes autorredutores de minério de ferro e carvão fóssil endurecidos por tratamento térmico**. 2015. 110f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2015.

NEMCHINOVA, N. V; MINEEV; G. G.; TYUTRIN, A. A.; YAKOVLEVA, A. A. Utilization of Dust from Silicon Production. **Steel in Translation**. v. 47, n. 12, p.948-957, oct. 2017.

NOLDIN JÚNIOR, J. H., D'ABREU, J. C.; MARCHEZE, E. S.; an, P. H. C. Flexibilidade de matérias-primas no processo Tecnored. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**. São Paulo. v. 3, n. 3, p. 22-27, jan. mar. 2007.

OLIVEIRA, R. R. L. **Moldagem de briquetes com finos de carvão vegetal aglutinado com parafina: caracterização de algumas propriedades**. 2013. 80f. Dissertação (Mestrado em Ciências dos Materiais) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. – Universidade Federal de São Carlos. Sorocaba, 2013.

OLIVEIRA, S. J. **Avaliação de briquetes de misturas de finos de minérios de ferro e rejeito de mineração para uso em altos-fornos**. 2019. 115f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Ouro Preto. Ouro Preto, 2019.

PELEGRINO, D.H. **Estudo do consumo de energia elétrica em máquinas-ferramentas**. 2018. 111f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2018.

PEREIRA, E.; RESENDE, A.; MEDEIROS, M. H. F.; MENEGHETTI, L. C. Chloride accelerated test: influence of silica fume, water/binder ratio and concrete cover thickness. **IBRACON Structures and Materials Journal**. v. 6, n. 4, p. 561-581, aug. 2013.

PETERS, A. P. H. **Concise Chemical Thermodynamics**. 3 ed. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 2010. 234 p.

POLYAKH, O. A.; RUDNEVA, V. V.; YAKUSHEVICH, N. F.; GALEVSKII, G. V.; ANIKIN, A. E. Silicon Carbide Production from Steel Plant Wastes. **Steel in Translation**. v. 44, n. 8, p.05-12, 2014.

RAY, N.; NAYAK, D.; DASH, N.; RATH, S.S. Utilization of low-grade banded hematite jasper ores: recovery of iron values and production of ferrosilicon. **Clean Technologies and Environmental Policy**. v. 20, n. 8, p.1761–1771, jun. 2018.

REJDAK, M; ROBAK, J.; CZARDYBON, A.; IGNASIAK, K.; FUDALA, P. Research on the production of composite fuel on the basis of fine-grained coal fractions and biomass – The impact of process parameters and the type of binder on the quality of briquettes produced. **Minerals**. v. 10, n.31, p. 1-12. 2020.

REIS, W. L. C. **Otimização da reciclagem de resíduos siderúrgicos por redução carbotérmica**. São Paulo. 2008. 147 f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2008.

RHEN, C.; GREF, R. SJÖSTRÖM, S.; WÄSTERLUND, I. Effects of raw material moisture content; densification pressure and temperature on some properties of Norway spruce pellets. **Fuel Process Technol.** V. 87, n.1, p. 11-16. 2005.

RICHARDS, S.R. Physical testing of fuel briquettes. **Fuel Processing Technology**. v.25, n.2, p. 89-100. 1990.

RILEM TECHNICAL REPORTS. Final Report Siliceous by-products for use in concrete. **Materials and Structures**. v. 21, n. 1, p. 69-80. jan. 1988.

ROCHA, L.; PERES, A. E. C. Aproveitamento econômico das lamelas de ferro. **REM: Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 62, n.3, p. 291-295, jul. set. 2009.

SAMPAIO, J. A.; COSTA, L. S. N.; ANDRADE, M. C. Ensaios contínuos de briquetagem em bancada e piloto, In: SAMPAIO, João Alves; FRANÇA, Sílvia Cristina Alves; BRAGA, Paulo Fernando Almeida, (Ed.). **Tratamento de Minérios: Práticas laboratoriais**. CETEM/MCT, 2007, p. 379-390.

SAMPAIO, J. A.; SILVA, F. A. N. G. Análise granulométrica por peneiramento, In: SAMPAIO, João Alves; FRANÇA, Sílvia Cristina Alves; BRAGA, Paulo Fernando Almeida, (Ed.). **Tratamento de Minérios: Práticas laboratoriais**. CETEM/MCT, 2007, p. 55-72.

SANTOS, T. F. A.; TORRES, E. A.; VILELA, J. M. C.; ANDRADE, M. S.; COTA, A. B. Caracterização microestrutural de aços baixo carbono por microscopia de força atômica. **Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales**. Caracas, v. 35, n. 1, p. 118-133, 2015.

SCHEI, A.; TUSET, J. K.; TVEIT, H. **Production of High Silicon Alloys**. Trondheim, Norway: Tapir Forlag. 1998.

SENSALE, G. R. B. de. **Estudo comparativo entre as propriedades mecânicas dos concretos de alta resistência com cinza de casca de arroz**. 181 f. Porto Alegre. Tese (Doutorado em Engenharia) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2000.

SINDLAND; C.; TANGSTAD, M. Production Rate of SiO Gas from Industrial Quartz and Silicon. **Metallurgical and Materials Transactions B**. v. 52, n. 3, p. 1755-1771, apr. 2021.

SILVA, A. B. **Utilização de carepas como componente da carga de um forno elétrico a arco**. 2012. 125 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Modalidade Profissional, Especialidade Siderurgia) – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2012.

SILVA, G. L. R. **Utilização de Moinha de biorredutor e pneu inservível na produção de coque metalúrgico**. 2016. 188 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós Graduação de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, 2016.

SILVA, K. G. **Caracterização de Combustíveis Sólidos Pulverizados para Injeção em Alto-forno**. 2018. 120 f. Dissertação (Mestre em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós Graduação de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, 2018.

SILVEIRA, R. C.; ALMEIDA, A. M. M. **Tecnologia da fabricação das ligas à base de silício**. Organização de Metalur Eletrovale S.A. Belo Horizonte: Consultoria e Participações LTDA, 1988. 2 v.

SINGH, M. **Studies on the cement-bonded briquettes of iron and steel plant by-products as burden material for blast furnaces**. 2003. 158 f. Tese (Doctoral Thesis) – Chemical and Metallurgical Engineering. Process Metallurgy, Luleå University of Technologia, Suécia, 2003.

SINGH, V.; TATHAVADKER, V. Development of agglomeration process to utilize the ferromanganese fines in steel making process. **ISIJ**. v.51, n.01, p. 59-62, 2011.

SLOMAN, B. M. A; PLEASE, C. P.; GORDER, R. A.; VALDERHAUG, A. M.; BIRKELAND, R. G.; WEGGE, H. Heat and Mass Transfer Model of a Silicon Pilot Furnace. **Metallurgical and Materials Transactions B**. v. 48B, p. 2664-2676, oct. 2017.

SOUSA, F. O; ARAÚJO, G. M. Estudo da influência da hidratação complementar nas propriedades mecânicas de pelotas autorredutoras. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**. São Paulo. v. 12, n. 2, p. 134-139, abr. jun. 2015.

SOUZA, E. S. **Rota de processo para aproveitamento de rochas itabiríticas estéreis da Mina de Conceição**. 2005. 95f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2005.

SOUZA, R. D. S. **Caracterização de coque metalúrgico produzido com adição de pneu inservíveis nas misturas de carvão mineral**. 2016. 83 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Mineral) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2016.

SUETENS, T.; KLAASEN, B.; ACKER, K. V.; BLANPAIN, B. Comparison of electric arc furnace dust treatment technologies using exergy efficiency. **Journal of Cleaner Production**. v. 65, p. 152-167, 2014.

SZELAĞ, Maciej. Development of Cracking Patterns in Modified Cement Matrix with Microsilica. **Materials (Basel)**. v. 11, n. 10, p. 01-19. oct. 2018.

SWIRKOWSKY, M. **Avaliação do aproveitamento do resíduo borra metálica da produção de tubos de aço com costura para elaboração de briquetes autorredutores**. 2018. 78 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos) – Universidade da Região de Joinville – UNIVILLE, Joinville, 2018.

TANGSTAD, M. KSIAZEK, M.; ANDERSEN, V.; RINGDALEN, E. Small scale laboratory experiments simulating an industrial silicon furnace. In The twelfth international ferroalloys congress: **Sustainable future**, pages 661–670, Helsinki, Finland, 2010.

TANGSTAD, M. – Ferrossilicon and Silicon Technology (English Edition). In: GASIK, Michael (Ed.). **Handbook of Ferroalloys: Theory and Technology** 1. ed. Oxford: Elsevier Science, 2013, p. 179-220.

TANGSTAD, M.; SAFARIAN, J.; BAO, S.; RINGDALEN, E.; VALDERHAUG, A. Reaction rates of $2\text{SiO}_2 + \text{SiC} = 3\text{SiO} + \text{CO}$ in pellets at elevated temperatures. **Aspects in Mining & Mineral Science**. 2019.

TAKANO, C.; MOURÃO, M. B. Self-reducing pellets for ironmaking: mechanical behavior. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**. v. 24, n.3-4, p. 233-252. jul. 2003.

THOMS, L. J.; SNAPE, C. E.; TAYLOR, D. Physical characteristics of cold cured anthracite/coke breeze briquettes prepared from a coal tar acid resin. **Fuel**, v. 78, n. 14, p. 1691-1695. nov.1999.

TUMULURU, J. S.; WRIGHT, C. T.; HESS, R.; KENNEY, K. L. A review of biomass densification systems to develop uniform feedstock commodities for bioenergy application. **Biofuels, Bioproducts & Biorefining**. v. 5, p. 683-707. oct. 2011.

VIEIRA, F. M. P. **Contribuição ao estudo da corrosão de armaduras em concreto com adição de sílica ativa**. 2003. 223f. Tese (Doutorado em Engenharia). – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

VINING, K. R.; KHOSA, J.; SPARROW, G. J. Briquetting conditions for australian hematite-goethite iron ore fines. **ISIJ International**. v. 57, n. 9, p. 1517-1523, 2017.

VIX-GUTESR, C.; EHRBURGER, P. Effect of the properties of a carbon substrate on its reaction with silica for silicon carbide formation. **Carbon**. v. 35, n. 10-11, p. 1587-1592. 1997.

VOROB'EV, V. P. Carborundum-Bearing Carbon Reducing Agents in Silicon and Silicon-Ferroalloy Production. **Steel in Translation**, v. 45, n. 6, p. 439-442. jun, 2015.

VOROB'EV, V. P. Carborundum-Bearing Reducing Agents in High-Silicon Alloy Production. **Steel in Translation**, v. 47, n. 10, p. 688-690. oct., 2017.

YEFIMETS, A. M.; TESLEVA, E. P., SOLOVYAN, A. V. Influence of boric anhydride upon physical and chemical properties of ferrosilicon slag. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**. v. 91, n. 1. 2015.

WALDE, D. H. G. Geologia do ferro. In: SCHOBENHAUS, C.; COELHO, C. E. S. **Principais depósitos minerais do Brasil**. Brasília: DNPM, 1986, p.3-6. v.2.

WESTLY J. Dimensions of reduction furnaces for FeSi and other alloys. **Journal of Furelectric**. v. 1, p. 14-19.1979.

ZHDANOV, A. V.; ZHUCHKOV, V. I.; DASHEVSKII, V. Ya.; LEONT'EV, L. I. Problems with waste generation and recycling in the ferroalloys industry. **Metallurgist**, v. 58, n. 11-12, p. 1064-1070, mar., 2015.

ZAMBRANO, A.P.; TAKANO, C.; MOURAO, M. B.; TAGUSAGAWA, S. Y. Binder behavior on Cromite-Carbon composite pellets. **Material Research**, v. 19, n. 6, p. 1344-1350. 2016.

ZHAO, W. **Study on new type gasifying briquette composite binder and process for the alumina industry**. 2013. Dissertation (Materials Processing Engineering). University of Science and Technology, Wuhan: Huazhong. 2013.

ZHANG, X.; XU, D.; XU, Z. The effect of different treatment conditions on biomass binder preparation for lignite briquette. **Fuel Processing Technology**. v.7, n.3, p. 185-196. 2001.

ZHANG, L. The recent research of briquette binder. **Guangzhou Chem Ind.** v. 40, p. 62–64. 2012.

ZHANG, G.; SUN, Y.; XU, Y. Review of briquette binders and briquetting mechanism. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**. v. 82, p. 477-487. 2018.

APÊNDICES

APÊNDICE I – Cálculo estequiométrico para produção dos briquetes autorredutores

Os cálculos para produção dos briquetes autorredutores com os resíduos da indústria metalúrgica de FeSi 75% irão se basear no balanço de massa simplificado de produção de FeSi 75%. Naturalmente é necessário conhecer a composição da liga que se deseja produzir, para facilitar os cálculos teóricos foram pressupostos valores de matérias-primas embasados nos trabalhos de Silveira e Almeida (1988); Malhotra e Mehta (1996); Ananina *et al.* (2009), conforme descrito anteriormente na subseção 4.4.

A composição química do ferro silício a produzir será:

Silício (Si) = 75,00%

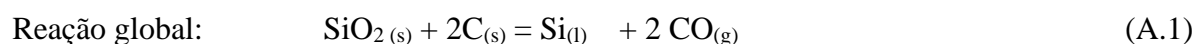
Ferro (Fe) = 24,50%

Impurezas = 0,50%

Além disso, a distribuição do carbono fixo dos redutores será:

% Carvão vegetal = 100,00

Como base para realização dos cálculos, consideraremos como reação de redução a reação ideal com 100% de rendimento de silício, conforme descrito na reação da equação A.1.



Então, a quantidade de matéria-prima para produzir 1000,00kg de ferro silício 75% é:

Peso molecular do $\text{SiO}_2 = 60 \text{ g/mol}$

Peso molecular do Si = 28 g/mol

Peso molecular do C = 12 g/mol

Os cálculos para determinação da massa de sílica ativa e massa de carbono para reduzir a SiO_2 que compõe a sílica estão descritos a seguir:

Quantidade de silício em 1000kg de FeSi75%:

$1000,00\text{kg de FeSi} \times (75,00\text{kg de Si} / 100,00\text{kg FeSi}) = 750,00\text{kg de Si}$

Quartzo:

$(60\text{kg de SiO}_2/\text{mol} \div 28\text{kg de Si/mol}) \times 750\text{kg de Si} = 1607,14\text{kg de sílica ativa}$
 $1607,14\text{kg SiO}_2 \times (100,00\text{kg quartzo} / 90,00\text{kg SiO}_2) = 1785,71 \text{ kg de sílica ativa}$

Carbono para reduzir o SiO₂:

$(24,00\text{kg C/mol} \div 60,00\text{kg SiO}_2/\text{mol}) \times 1607,14\text{kg quartzo} = 642,86\text{kg de C}$

Para calcular a quantidade de minério de ferro temos que tomar por base as reações A.2 e A.3:



Onde:

Peso molecular do Fe₂O₃ = 160,00g/mol

Peso molecular do Fe = 56,00 g/mol

Quantidade de ferro em 1000,00kg de FeSi75%:

Os cálculos para determinação da massa de finos de minério de ferro que será utilizada na composição dos briquetes estão descritos a seguir:

Minério de ferro

$1000,00 \text{ FeSi} \times (24,50\text{kg Fe} \div 100\text{kg de FeSi}) = 245,00\text{kg Fe}$
 $(1 \times 160,00\text{kg Fe}_2\text{O}_3/\text{mol} \div 2 \times 56,00\text{kg Fe/mol}) \times 245,00\text{kg Fe} = 350,00\text{kg Fe}_2\text{O}_3$
 $350,00\text{kg Fe}_2\text{O}_3 \times (100,00\text{kg minério de ferro} \div 60,71\text{kg Fe}_2\text{O}_3) = 576,51\text{kg}$

Os cálculos para determinação da massa de finos de carvão vegetal, que deve ser distribuída de redutor (carbono) entre as matérias-primas estão descritos a seguir:

Carvão Vegetal

$642,86\text{kg} \times (100,00 \div 100,00) = 642,86\text{kg de C}$
 $642,86\text{kg de C} \times (100\text{kg carvão} \div 48,94\text{kg C}) = 1313,56\text{kg de carvão vegetal}$

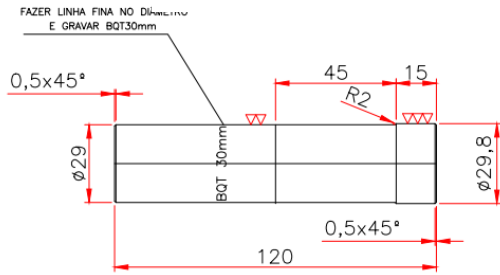
O percentual de carbono base úmida é determinado da seguinte forma:

$$\% \text{ Carbono fixo base seca} \times ((100 - (\% \text{ umidade}) / 100) = 50,01 \times ((100 - 2,13) / 100) = 48,94\%$$

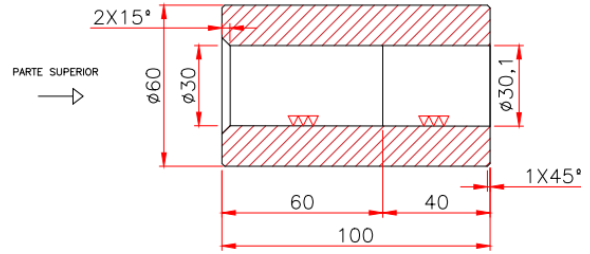
A partir da identificação das variáveis significativas, obtidas nos planejamentos experimentais realizados, foram produzidos briquetes, seguindo as melhores combinações das variáveis e níveis aplicados que apresentarem maior resistência mecânica associada ao caráter de autorredução.

APÊNDICE II – As dimensões dos componentes do molde cilíndrico

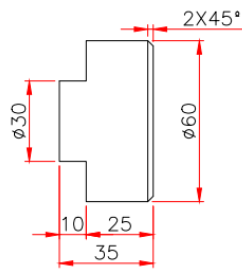
Pistão



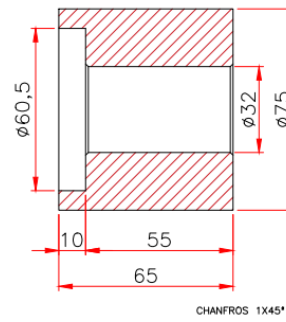
Matriz cilíndrica



Base



Suporte para extração



Legenda
Unidade métrica: mm

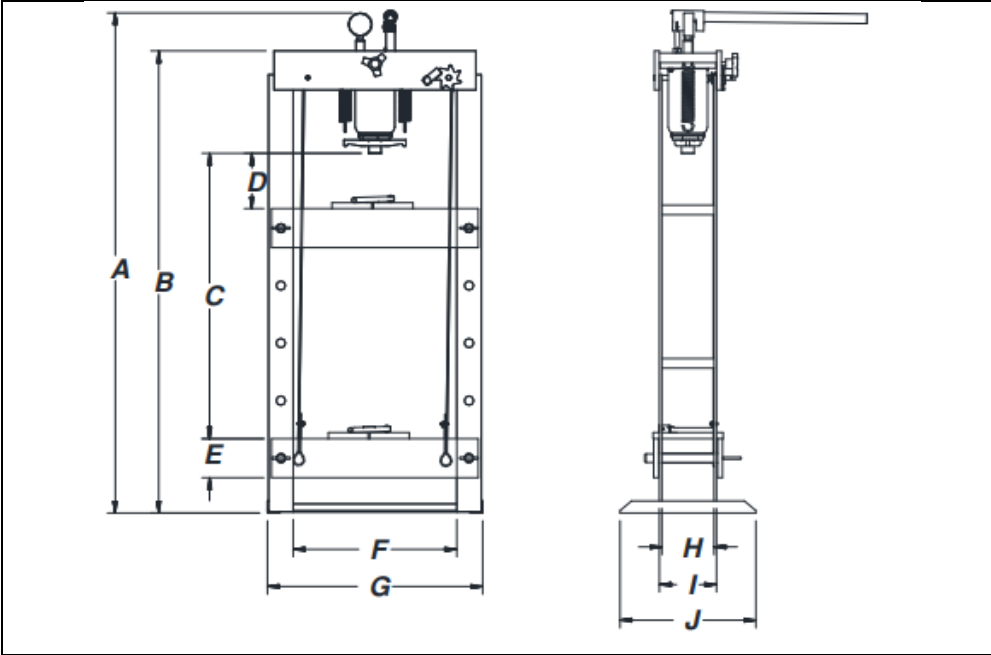
APÊNDICE III – Balanço de massa do rendimento teórico do Si na forma metálica

	Microsossílica	Finos carvão vegetal	Finos Minério de ferro	Aglomerantes		g	mol
SiO ₂	90,00	65,86	38,46		SiO ₂	55,15	0,92
Al ₂ O ₃	0,16	10	0,32		Al ₂ O ₃	1,16	
CaO	0,38	6,99	0,07		CaO	0,91	
Fe ₂ O ₃	0,96	7,26	60,68		Fe ₂ O ₃	8,97	0,06
MgO	0,85	1,12	0		MgO	0,51	
K ₂ O ₃	2,83	2,45			K ₂ O ₃	1,41	
C fixo		50,01			C fixo	16,00	1,33
cinzas		26,88					
volatéis		20,98					
Massa (g)	49,00	32,00	14,00	5,00		100,00	
	46,50	32,00	14,00	7,50			

mol	Fe ₂ O ₃ ou SiO ₂ (g)		Perda de massa (g)	SiC (g)	Fe (g)	FeSi (%)				
		Reações de perda de massa em voláteis no carvão vegetal	6,71							
0,05636	9,0	Fe ₂ O ₃ +3CO=2Fe+3CO ₂	2,71		6,3	60				
0,00	0,0	Fe ₂ O ₃ +3C=2Fe+3CO	-0,02		g Si					
0,44518	26,8	SiO ₂ +3C=SiC+2CO	24,93	17,8	9,4					
0,11162	6,7	SiO ₂ +2SiC=3Si+2CO	6,25	-8,9						
0,01126	0,7	SiO ₂ -CaO-Al ₂ O ₃								
0,2	21,0	2SiO ₂ +SiC=3SiO+CO	28,02	-7,0						
0,92		% perda de massa	69%	voláteis no carvão vegetal + oxigênio no Fe ₂ O ₃ + CO e SiO-perda						
		g SiC deixou	1,9							
		g FeSi	15,7							
		g escória	2,0							
		g SiO ₂ deixou	0,0							
		Si no metal	36,49%							
		Sino SiO	57,16%							
		Si no SiO ₂	1,23%							
		Si no SiC	5,13%							
			100,00%							

ANEXOS

ANEXO I - Dimensões da prensa hidráulica Marcon MPH-15 (Marcon, 2019)



A	1311mm
B	1213mm
C	736mm
D	133mm
E	100mm
F	420mm
G	546mm
H	136mm
I	178mm
J	350mm
Curso máximo do pistão	120mm
Curso máximo com prolongador	185mm

ANEXO II - Especificações técnicas do cadinho de grafite



TOYO TANSO CO., LTD.

7-12, 5-chome, Takeshima, Nishiyodogawa-ku, Osaka, 555-0011, JAPAN
 Tel: + 81. 6. 6472. 3776, Fax: + 81. 6. 6476. 2076

Characteristic Chart

Grade Name	IG-15		
Formation	Isotropic Graphite		
Density	(Mg/m ³)	1.90	
Shore Hardness		60	
Specific Resistance	($\mu \Omega \cdot m$)	9.5	
Flexural Strength	(MPa)	53.9	
Compressive Strength	(MPa)	103	
Tensile Strength	(MPa)	29.4	
Elasticity	(GPa)	11.8	
C.T.E ¹⁾	(10 ⁻⁶ /K)	4.8	(623~723k)
Thermal Conductivity	(W/m/k)	139	

1) Coefficient of Thermal Expansion

This figures are just typical, not guaranteed.