# INTENSIDADE DE SINTERIZAÇÃO E REDU-TIBILIDADE DE SINTERS DE GARNIERITA (1)

THARCISIO D. DE SOUZA SANTOS (2) SERGIO BRESCIANI (3)

#### RESUMO

Discutem os autores as questões de intensidade de sinterização e de redutibilidade, importantes requisitos de um sinter a ser ulteriormente reduzido para a obtenção de ferro-níquel, e propõem definir essas grandezas por meio de ensaios. Para a intensidade de sinterização propõem a realização de ensaios em máquina Deval (operando em condições determinadas), os quais permitem calcular o índice "I" por meio da expressão (1). Para a redutibilidade, propõem ensaio de redução do sinter a 800°C durante 4 h nas condições descritas, seguida de fusão; os valores do teor de niquel no ferro-niquel e de recuperação do metal nesse produto permitem calcular o índice proposto " $R_f$ " pela expressão (2).

Apresentam os valores experimentais de "I" obtidos para diversos tipos de sinter, bem como os de "R<sub>f</sub>", em função da proporção de moinha de carvão vegetal empregada na produção do sinter. Mostram que a intensidade de sinterização "I" aumenta ràpidamente com a proporção de moinha, tendendo para valor assintótico com o aumento da proporção de moinha, e que a redutibilidade " $R_{\rm f}$ " diminui marcadamente com o aumento da proporção de moinha. Estabelecem por fim, através de curva de tendência média, a correlação entre "I" e " $R_I$ ", demonstrando serem grandezas contravariantes. Concluem chamando a atenção sôbre a necessidade de se evitar níveis elevados de intensidade de sinterização, por afetarem desfavoràvelmente os resultados de redução e fusão, tanto o teor de níquel no ferro-niquel como a recuperação dêsse metal nesse produto.

## INTRODUÇÃO

A sinterização de uma carga granular resulta de interações localizadas, geralmente de curta duração, entre seus constituintes

(1)

Contribuição Técnica n.º 394. Apresentada ao XV Congresso Anual da ABM; São Paulo, julho de 1960.

Membro da ABM; Chefe da Secção de Metalurgia Extrativa, Instituto de Pesquisas Tecnológicas; Professor Catedrático e Livre-Docente de Metalurgia dos Metals Não-Ferrosos, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; São Paulo, SP.

Sócio-estudante da ABM; Assistente-aluno da Secção de Metalurgia Extrativa, Instituto de Pesquisas Tecnológicas; Aluno do 5.º Ano do Curso de Engenheiros Metalurgistas, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo; São Paulo, SP.

e em virtude das temperaturas elevadas e geradas localmentepela combustão do combustível, presente ou adicionado à carga, pelo ar aspirado pelo exaustor. Para que possa ser manipulado e carregado no forno de redução, e para que não se desintegre na descida da coluna redutora, deve obviamente apresentar certa resistência mecânica compatível com os choques e esforços que vá receber. Nessas condições, a resistência necessária depende das condições de manipulação e de utilização, variando assim dentro de limites relativamente amplos, de usina a usina.

É intuitivo que a resistência própria do sinter dependa diretamente da "intensidade de sinterização", isto é, da maior ou menor generalização das interações de superfície (e de subsuperfície) dos grânulos originais e das reações que tenham lugar no processo. Pode-se assim conceber fàcilmente dois graus extremos de intensidade de sinterização: um, tão incipiente, que corresponde a mal se haverem soldado os grânulos, outro, tão intenso, que provoca a fusão generalizada, inclusive de capas sub-superfíciais e o coalescimento dos grânulos, principalmente dos menores. Entre êsses extremos existirá, necessàriamente, uma gama contínua de intensidades de sinterização, caracterizadas por crescente interação entre os grânulos e por crescente tendência de escorificação dos contituintes da carga.

É também intuitivo que a redutibilidade, em condições determinadas de temperatura e de composição de gases redutores, além de outras, e medida ou pelo tempo necessário para atingir determinado grau de redução ou pelos resultados obtidos em operação subseqüente de fusão, deve ser influenciada pela intensidade com que fôra conduzida a operação anterior de sinterizazação. A redutibilidade de um sinter pode, em princípio, ser maior que a do minério original, se existirem reações ou modificações de superfície específica favoráveis, podendo também ser grandemente diminuida se a intensidade de sinterização for exagerada, no sentido de diminuir a superfície ou de causar formação de películas, ou mesmo zonas mais desenvolvidas, parcialmente escorificadas.

Nessas condições, podem as intensidades de sinterização ser grandezas contravariantes. O problema consiste então em se determinar, em cada caso, qual o nível adequado de intensidade de sinterização, tal que permita a manipulação do sinter e seu bom comportamento na descida da carga no forno de redução e sem maior fragmentação, mas que não afete desfavoràvelmente sua redutibilidade.

De uma maneira geral, têm os autores observado em numerosas usinas de sinterização (tanto de minérios de chumbo, como de cobre e de ferro) a tendência de os operadores exagerarem as condições de produção de sinter, resultando sinters excessivamente compactos e resistentes. Parece assim fora de dúvida que em cada caso deve ser determinado qual o nível ótimo da intensidade de sinterização, tal que permita a manipulação do sinter sem maior fragmentação, mas que ainda assegure uma elevada velocidade de redução, vale dizer, de descida da carga no forno de redução.

De há muito expusera um dos autores <sup>1</sup> essas idéias, frisando o interêsse prático de estudos experimentais que viessem a ser feitos sôbre a intensidade de sinterização se correlacionada com a redutibilidade. Recentemente, no decurso de experiências de sinterização de garnierita, objeto de uma outra contribuição <sup>2</sup>, e em face de processo desenvolvido no Instituto de Pesquisas Tecnológicas para a produção de ferro-níquel de elevados teores de Ni e de muito baixos teores de C e Si (em geral menos de 0,02%), surgiu a possibilidade de se investigar experimentalmente essas questões.

Nesta contribuição, relatam os autores as experiências realizadas no sentido de obter números índices de intensidade de sinterização de sinters produzidos em condições de diferentes proporções de combustível na carga e resultados de redução dêsses sinters, em condições fixadas. Por fim, procuraram estabelecer a correlação entre essas grandezas.

## DETERMINAÇÃO DA INTENSIDADE DE SINTERIZAÇÃO

Dado que a maior parte da fragmentação do sinter resulta de operações de manipulação (por tombamento, por choque e por atrito recíproco dos fragmentos, mais que por efeito de cargas estáticas resultantes do pêso próprio), pareceu razoável se procurasse um meio de definir a intensidade por meio de ensaio tecnológico baseado em choques repetidos de fragmentos uns sôbre outros, e de moderada intensidade. Ensaio dessa categoria é o realizado em máquina Deval, concebido para avaliar o comportamento de agregados graúdos em pavimentação ou de pedras de lastro em estradas de ferro. Esses ensaios são freqüentemente realizados no Instituto de Pesquisas Tecnológicas; foram utilizados por um dos autores em um trabalho sôbre propriedades tecnológicas de granitos 3.

O ensaio de agregados, segundo a norma 4, consiste essencialmente em se carregar em cada um dos tambores cilíndricos da máquina, inclinado de 30° sôbre a horizontal, 5.000 g de fragmentos de diâmetro compreendido entre 25,4 e 31,8 mm, e submetê-los ao tamboramento sob velocidade de 33 rot/min durante 10.000 revoluções. A proporção de finos (resultante dos choques e do atrito recíproco dos fragmentos, material que passa

na peneira de 0,7 mm de abertura), em relação à carga original, exprime o índice Deval.

A fig. 1 mostra esquemàticamente a máquina Deval existente no Instituto de Pesquisas Tecnológicas. Maiores detalhes constarão de um trabalho a ser publicado em breve pelo I. P. T. referente a propriedades tecnológicas de rochas.

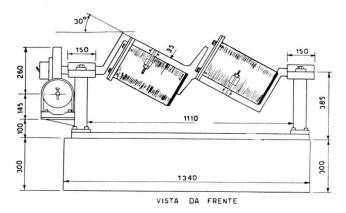


Fig. 1 — Máquina Deval utilizada nos ensaios de intensidade de sinterização.

Se se exprimir a intensidade de sinterização através da proporção de finos, ter-se-ão números índices, tanto mais elevados quanto mais friável for o material; é assim uma medida da friabilidade do material, propriedade que pode ser entendida como contravariante da intensidade de sinterização. Por isso pareceu mais razoável se tomar como índice de intensidade de sinterização um valor numérico extraído de dados do ensaio, mas que aumentasse de valor quando aumentasse a intensidade de sinterização e, assim, a resistência à fragmentação. Assim, um valor elevado dêsse índice significaria uma elevada intensidade de sinterização, e, correspondentemente, um baixo índice significaria reduzida intensidade de sinterização.

Ensaios preliminares mostraram que sinters excessivamente coalescidos e revelando apreciável escorificação, forneceram em 28 minutos (1.000 revoluções) apenas 7% de material passando na peneira de 10 mm de abertura; de outro lado, sinters muito frouxos apresentam proporção de finos de 45% a 55%; sinters desta categoria seriam por demais fracos para qualquer manipulação. Pareceu que poderia a intensidade de sinterização ser definida por índice que variassem de 0 a 100, o primeiro corres-

pondendo a um sinter que no ensaio, e nas condições propostas, apresente 55% de finos, e o último a um sinter que, nas mesmas condições de ensaio, só apresente 5% de finos. Esse critério é evidentemente arbitrário, mas na falta de melhores dados poderá servir para os objetivos visados neste trabalho.

Nessas condições, propõem os autores seja a "intensidade de sinterização", I, definida por

$$I = 100 - 2 (p - 5) \tag{1}$$

para p igual ou maior que 5, onde p é a proporção de finos expressa em porcentagem do pêso da carga original que após o ensaio passa na peneira de 10 mm de abertura. Propõem mais que as condições do ensaio em máquina Deval sejam as seguintes:

carga, por tambor	5.000	50	g
número de fragmentos	38	a 42	
pêso de cada fragmento	50	a <b>7</b> 5	g
velocidade de rotação		36	rot/min
duração do ensaio		28	min
número total de revoluções		1.000	rot
abertura da peneira para determinação dos finos		10	mm

## 3. DETERMINAÇÃO DA REDUTIBILIDADE

A redutibilidade, no caso de sinters de garnierita, oferece algumas dificuldades especiais. A redutibilidade é um caso dado convencional, que depende da temperatura de redução, da duração da operação, da composição dos gases redutores, da composição e granulometria do combustível sólido formador do CO, da superfície específica do sinter e do estado de sua superfície, na medida em que seja afetada por películas escorificadas, superficiais ou mais espessas. Por ser grandeza influenciada por tôdas essas variáveis, tem um valor relativo, que só adquire sentido quando fixadas tôdas essas variáveis.

No caso de sólidos de geometria definida, a redutibilidade pode ser melhor definida pela velocidade de recessão da interface que separa a fase reduzida completamente das outras fases não completamente reduzidas. Essa técnica foi utilizada por um dos autores em trabalho sôbre a velocidade de redução de briquetes cilindrícos de hematita lamelar pulverulenta na produção de ferro-esponja .5. No caso de sinters, corpos de geometria

indefinível, parece preferível se considerar a redutibilidade pelo resultado global decorrente de ulterior fusão da carga reduzida. Está claro que as condições de fusão devem ser também fixadas, a fim de que não sejam introduzidas novas variáveis.

Nessa ordem de idéias, parece a redutibilidade, para condições fixadas de redução, dever incluir simultâneamente as grandezas: teor de metal na fase metálica obtida, níquel no ferroníquel de baixo C e baixo Si, e a extração ou recuperação dêsse metal naquele produto metálico, relação da massa de metal contida em relação à massa existente no sinter original. Assim, a redutibilidade " $R_f$ " medida pelos resultados de fusão é dada por

$$R_t = t \cdot \eta \tag{2}$$

onde t é o teor de níquel no ferro-níquel expresso em % e  $\eta$  a extração ou recuperação, em relação à massa de metal existente no sinter submetido à fusão.

Num caso extremo, em que se lograsse extrair a totalidade do níquel da garnierita sinterizada e reduzida (nas condições fixadas) e na forma de níquel puro, ter-se-ia um índice de redutibilidade de 10.000. Se, d'outro lado, se conseguisse recuperar apenas 1% do níquel contido e sob a forma de um ferro-níquel que contivesse tão sòmente 1% de níquel, o índice teria valor 1; dessa forma, o índice pode ter qualquer valor superior a zero e até o máximo de 10.000.

Os ensaios de redutibilidade foram realizados por redução de massa constante de sinter, em presenca de massa também definida de moinha de carvão vegetal, de composição e granulometria fixadas, encerrados êsses constituintes de maneira uniforme em recipientes metálicos de geometria definida, e aquecidos subsequentemente durante 4 h a 800°C. Resfriados em seguida êsses recipientes até a temperatura ambiente, o sinter reduzido foi fundido posteriormente, sem qualquer fundente, em forno Detroit de laboratório, de 15 kW de potência máxima, e de forma a absorver 3 kWh/kg de sinter, em diversas (5 a 7) operações sucessivas. A escória era vazada após cada nova carga (de 1,5 kg) e o metal acumulado era vazado, juntamente com a escória, quando concluida a fusão da última parcela da carga. Separado o metal, é êle cuidadosamente pesado e dêle retirada amostra para análise química. Conhecidos os teores de níquel no sinter a ser fundido e no ferro-níquel obtido, e as massas de sinter reduzido a ser fundido e de metal, pode ser fàcilmente determinado o índice  $R_f$ . Uma verificação pode ser feita sempre através da massa da escória obtida e de seu conteúdo de níquel.

## 4. ENSAIOS DE INTENSIDADE DE SINTERIZAÇÃO

De quase tôdas as experiências de sinterização realizadas e descritas em um outro trabalho pelos autores <sup>2</sup>, e nas quais se variaram as proporções de garnierita e de retôrno de sinter, de moinha de carvão vegetal e de água na carga, extrairam-se amostras para a realização do ensaio Deval, realizado sempre em duplicata e nas condições propostas no Capítulo 2.

Os resultados obtidos evidenciaram reprodutibilidade muito satisfatória, com flutuações da proporção de finos dentro de 2% dos valores médios para o sinter. Os resultados obtidos foram representados na fig. 2.

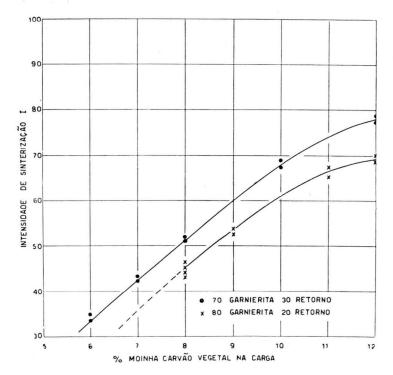


Fig. 2 — Valores do índice de intensidade de sinterização, em função da proporção de moinha de carvão vegetal utilizada na produção de sinters de garnierita.

## 5. ENSAIOS DE REDUTIBILIDADE

De forma análoga, das partidas de sinter produzidas, retiraram-se amostras médias, que foram submetidas à redução pela

ação de gases redutores gerados por moinha de carvão vegetal encerrada no recipiente de ferro fundido com 26% Cr juntamente com o sinter objeto do ensaio. Em cada recipiente carregaram-se 10 kg de sinter de fragmentos de 60 mm de diâmetro máximo e 5 kg de moinha de carvão vegetal entre 8 e 4 mm de diâmetro. A redução foi feita durante 4 h a 800°C em forno de abobada removível 5. Os resultados obtidos constam da tabela 1.

TABELA 1

Ensaios de redutibilidade de sinters produzidos a partir de misturas de 80% de garnierita e de 20% de retôrno

Proporção de moinha de carvão %	Teor de Ni no ferro-níquel %	Recuperação de Ni no ferro-níquel %	$R_f$
8	77,2	87	6.720
9	67,6	85	5.830
10	84,7	62	5.270

Nova série de ensaios de redutibilidade foi feita posteriormente com sinters produzidos a partir de misturas de 70% de garnierita com 30% de retôrno e baixas proporções de moinha de carvão vegetal. Os valores obtidos constam da tabela 2:

TABELA 2

Ensaios de redutibilidade de sinters produzidos a partir de misturas de 70% de garnierita e de 30% de retôrno

Proporção de moinha de carvão %	Teor de Ni no ferro-níquel %	Recuperação de Ni no ferro-níquel	$R_f$
7	90,3	89	8.100
8	72,4	87	6.300
9	57,8	86	4.970
10	50,5	79	3.990

Esses valores foram representados na fig. 3.

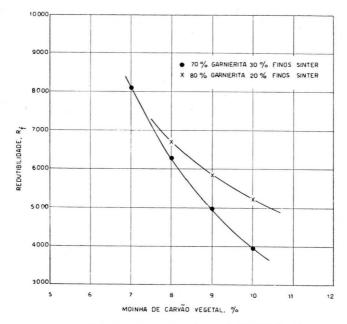


Fig. 3 — Valores do índice de redutibilidade  $R_f$  em função da proporção de moinha de carvão vegetal utilizada na produção de sinters de garnierita.

### 6. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

# 6.1 — Ensaios de intensidade de sinterização

Fixada a proporção de moinha de carvão vegetal na carga, a intensidade de sinterização *I* aumenta com o aumento da proporção de retôrno na carga. Assim, e conforme mostram as curvas da fig. 2, a intensidade de sinterização dos sinters produzidos com mistura de 70% de garnierita e 30% de retôrno é sempre maior que a obtida em sinter produzido a partir da mistura de 80% de garnierita e 20% de retôrno, desde que em ambas as operações se tenha utilizado a mesma proporção de moinha. A curva inferior (80% de garnierita) apresenta tendência assintótica já para valores de cêrca de 11% de moinha, quando a superior ainda apresenta tendência de maior aumento do índice de sinterização.

Ensaios Deval realizados em amostras de sinter produzido para fins experimentais pela Companhia de Nickel do Brasil revelaram índices entre 87 e 90. Tal amostra mostrava-se grandemente coalescida e escorificada. A proporção de finos determinada foi de 10% a 11%.

## 6.2 — Ensaios de redutibilidade

Conforme foi visto nas tabelas 1 e 2 e na fig 3, os valores do índice de redutibilidade  $R_f$  diminuem marcadamente com o seu aumento da proporção de moinha de carvão vegetal na carga do forno de sinterização. O efeito da proporção de moinha utilizada sôbre o valor do índice  $R_f$  é tanto maior quanto maior a proporção de finos de sinter recirculados à carga. Assim, por exemplo, para a proporção de 9% de moinha de carvão vegetal na carga de sinterização, no caso da mistura 70:30 o valor de  $R_f$  fôra de 4.970 quando para a carga 80:20 atingira 5.830.

# 6.3 — Correlação entre intensidades de sinterização e redutibilidade

A intensidade de sinterização I, para uma dada mistura de garnierita e de retôrno de sinter, aumenta com a proporção de moinha na carga, conforme mostraram os dados reproduzidos na fig. 2. De outro lado, a redutibilidade  $R_f$  diminui com o aumento da proporção de moinha, conforme os dados das tabelas 1 e 2 reproduzidos na fig. 3.

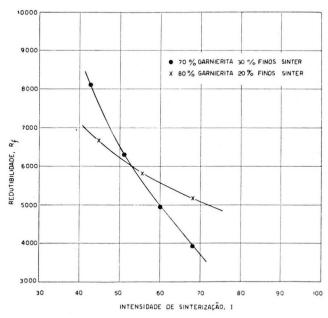


Fig. 4 — Correlação entre os valores do índice de intensidade de sinterização e os do índice de redutibilidade  $R_f$  de sinters de garnierita, definida pela curva de tendência média.

Com êsses valores foi possível estabelecer a correlação en-

tre os valores de I e de  $R_t$ , o que foi feito na fig. 4.

Resulta assim que o índice de redutibilidade  $R_f$  é propriedade contravariante do índice de intensidade de sinterização I dado pelo ensaio proposto.

Mostraram assim os resultados experimentais obtidos que, no caso de sinters de garnierita (produzidos a partir de misturas com sinter de retôrno) o aumento da intensidade de sinterização além dos valores de cêrca de 50 para *I*, prejudica a redutibilidade, reduzindo-se tanto o teor de Ni no ferro-níquel como a recuperação dêsse metal no ferro-níquel obtido.

#### 7. CONCLUSÕES

- 1. Foi apresentada a teoria da chamada "intensidade de sinterização", que fora esboçada por um dos autores em trabalho anterior 1, e proposta a utilização do ensaio Deval, realizado nas condições indicadas (diversas das do ensaio normal para agregados) que permite calcular pela expressão (1), também sugerida, o "indice de intensidade de sinterização I".
- 2. A redutibilidade de sinters de garnierita foi definida pelo critério exposto no Capítulo 3 e seu índice  $R_f$  calculado pela expressão proposta (2), englobando teor de níquel e recuperação de níquel no ferroníquel de baixo teor de C e Si, obtido pelo processo desenvolvido por um dos autores  $^6$ .
- 3. Os resultados de determinação do índice de intensidade de sinterização foram apresentados para sinters produzidos a partir de misturas de 70% de garnierita e 30% de retôrno e de 80% de garnierita e 20% de retôrno, em função da proporção de moinha de carvão vegetal utilizada (fig. 2). A intensidade de sinterização aumenta, para cada um dêsses sinters, com o aumento da proporção de moinha, segundo a curva indicada. A reprodutibilidade dos valores de "I" é bastante satisfatória para os fins práticos de contrôle do sinter.
- 4. Os resultados de determinação do índice de redutibilidade " $R_f$ ", para as condições fixadas de redução, foram apresentados nas tabelas 1 e 2 e indicados na fig. 3. A redutibilidade  $R_f$  diminui marcadamente com o aumento da proporção de moinha de carvão vegetal utilizada na produção do sinter.
- 5. Foi estabelecida a tendência da correlação entre "I" e " $R_f$ " (fig. 4). Essa correlação deve ser, contudo, tida como sujeita a melhor definição, por terem sido limitadas a 8 as experiências de determinação do índice  $R_f$ . Não obstante essa ressalva, mostra essa figura que o "indice de intensidade de sinterização I", tal como definido anteriormente, constitui grandeza contravariante do "indice de redutibilidade  $R_f$ ", segundo o andamento da curva de tendência média apresentada.
- 6. Conseqüentemente, e para condições de redução correspondentes às que foram utilizadas nos ensaios descritos (Cap. 3), o sinter deve ser produzido em condições tais que apresente I em torno de 50,

o que assegura resultados na fusão do sinter reduzido, nas condições descritas, valores de  $R_f$  da ordem de 6.000 em média. Resulta assim se recomendar que, em tôdas as operações de sinterização de garnierita, seja prestada a devida atenção para evitar a produção de sinter de mais elevada intensidade de sinterização, que afetará desfavoràvelmente os resultados a serem obtidos, tanto de recuperação como de teor de Ni no ferro-níquel.

#### **AGRADECIMENTOS**

Os autores manifestam à Companhia de Nickel do Brasil, na pessoa de seu Diretor-Presidente, Cte. Cláudio Lins de Barros, seu reconhecimento pelo auxílio recebido, que permitiu em boa parte o desenvolvimento dêste trabalho, bem como o interêsse demonstrado pelo tema da pesquisa. Aproveitam também da ocasião para manifestar aos seus colegas do IPT o reconhecimento pela colaboração recebida, principalmente aos Químicos Venâncio Ferreira Alves e Pedro Santini e ao Eng. Heraldo de Souza Gitatay, respectivamente Chefes das Secções de Análises de Produtos Metalúrgicos, de Minérios e Águas Industriais e Responsável pela Secção de Ensaios de Concreto.

#### REFERÊNCIAS

- SOUZA SANTOS, T. D. A influência de alguns fatôres sôbre a sinterização de minérios de ferro. ABM — Boletim da Associação Brasileira de Metais, vol. 5, n.º 14, págs. 57-67, 1949.
- SOUZA SANTOS, T. D. Obtenção de ferro-níquel de garnierita por redução prévia à fusão. ABM — Boletim da Associação Brasileira de Metais, vol. 16, n.º 58, págs. 201-212, 1960.
- 3. MORAES REGO, L. F. e SOUZA SANTOS, T. D. Contribuição para o estudo dos granitos da Serra da Cantareira. Boletim n.º 18, Instituto de Pesquisas Tecnológicas, São Paulo, 1938.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS Especificação D-289/55. Standards, 1959.
- SOUZA SANTOS, T. D. Estudo experimental sôbre a produção de ferro esponja em recipientes de ferro fundido com 26% Cr. ABM — Boletim da Associação Brasileira de Metais, vol. 13, n.º 47, págs. 67-128, 1957.
- 6. SOUZA SANTOS, T. D. e BRESCIANI, S. Estudo experimental da sinterização de garnierita. Trabalho apresentado ao XV Congresso Anual da ABM, São Paulo, julho de 1960 (a ser publicado).