



REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS¹

Marcelo Breda Mourão²
Edmilson Renato de Castro³
Luiz Alberto Jermolovicius⁴
Cyro Takano⁵
José Thomaz Senise⁶

Resumo

O presente trabalho apresenta estudo sobre redução carbotérmica de minério de ferro efetuada sob campo de micro-ondas em equipamento especialmente desenvolvido para este fim. O equipamento permite controle da potência fornecida e mede a energia de micro-ondas efetivamente aplicada à carga em processo de redução, permitindo realizar balanços de energia e determinar a taxa de reação com altos níveis de confiança, através da medida simultânea de temperatura e de massa do material sob redução, apresentando alta reprodutibilidade. As experiências foram realizadas com um gerador de micro-ondas de 2,45 GHz e potência variável até 3.000 W, sendo a amostra mantida sob atmosfera de argônio. Utilizaram-se pelotas auto-redutoras contendo minério de ferro e coque de petróleo, com massa de 3,5 g e diâmetro de 15 mm. Obtiveram-se curvas cinéticas de redução de minério de ferro e de consumo de energia durante o processo. Os dados obtidos permitem realizar análise de energia de micro-ondas efetivamente consumida na redução do minério.

Palavras-chave: Redução carbotérmica; Micro-ondas; Minério de ferro.

CARBOTHERMIC REDUCTION OF IRON ORE UNDER MICROWAVE HEATING

Abstract

This paper presents a study on the carbothermic reduction of iron ore employing microwave energy as the heating source, in an equipment specially developed for this purpose. The equipment allows control of the power supplied and measures the microwave energy effectively applied to the load in the reduction process. Energy balance and reaction rate were determined by simultaneously measuring temperature and mass of the material upon reduction, with high reproducibility. The experiments were performed with a microwave generator of 2.45 GHz and variable power up to 3000 W. The sample was kept under argon atmosphere. Self-reducing pellets containing iron ore and petroleum coke (3.5 g weight and 15 mm diameter) were used. The reaction rate and energy consumption during the process were also determined. The data obtained were used to perform analysis of microwave energy actually consumed in the reduction process.

Key words: Carbothermic reduction; Microwaves; Iron ore.

¹ Contribuição técnica ao 40º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 11º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 19 a 22 de setembro de 2010, Belo Horizonte, MG.

² Escola Politécnica da USP, mbmourao@usp.br, Dr. Eng. Metalúrgica.

³ Instituto Mauá de Tecnologia, renatocastro@maua.br, Engenheiro Químico.

⁴ Instituto Mauá de Tecnologia, jermolovicius@maua.br, Dr. Eng. Química.

⁵ Escola Politécnica da USP, cytakano@usp.br, Dr. Eng. Metalúrgica.

⁶ Instituto Mauá de Tecnologia, jtsenise@maua.br, Dr. Eng. Elétrica.

1 INTRODUÇÃO

Nas últimas três décadas, aumentou em muito o interesse de se aplicar a energia de micro-ondas como fonte de calor em substituição aos aquecimentos convencionais no processamento de materiais tanto para aplicações em escala laboratorial como industrial. Na área metalúrgica as micro-ondas podem ser utilizadas em processos hidrometalúrgicos, pirometalúrgicos e minerais.⁽¹⁻⁵⁾ A redução de minério de ferro é sempre objeto de inúmeros estudos, inclusive experimentos que apresentam a possibilidade de reduzi-lo a ferro com micro-ondas. As pesquisas com micro-ondas concentram-se em reduzir o tempo de redução em relação ao consumido em forno elétrico;⁽⁶⁾ em reduzir a emissão de CO₂ bem como a conservação de energia em um processo de redução carbotérmica comparando-o com alto forno;⁽⁷⁾ nas mudanças das fases do ferro formado variando os níveis de potência irradiada de micro-ondas;⁽⁸⁾ da diminuição da temperatura de redução;⁽⁹⁾ do efeito da variação da frequência de micro-ondas de 2,45 GHz para 30 GHz⁽¹⁰⁾ e da utilização de outras fontes de carbono para substituírem os redutores convencionais.⁽¹¹⁾

Estes experimentos, apesar de sua relevância, geralmente apresentam limitações que decorrem do próprio tipo de forno utilizado na experimentação, pois utilizam via de regra, fornos domésticos adaptados, com cavidades paralelepípedicas e/ou fornos constituídos por uma cavidade com perfil pentagonal. O conceito da cavidade de fornos domésticos não possibilita medir a potência transmitida do gerador para o interior da mesma e nem a potência refletida de volta. Já, o de cavidade mais elaboradas do mercado não é possível medir a potência refletida. A potência efetivamente aplicada na amostra de material irradiada é dada pela diferença entre as duas, menos as perdas nas paredes do próprio forno. Em outras palavras, não há como determinar a energia específica (J/g) consumida para obter o efeito esperado na amostra. Esse dado é essencial para o cálculo da eficiência do processo e para aumento de escala.

Visando obter dados de balanço de energia que tragam maiores informações para esta aplicação, idealizou-se um equipamento para determinar a quantidade de energia que foi consumida durante o processo de redução com alta reprodutibilidade.

1.1 Definição de Micro-ondas

Micro-ondas são radiações eletromagnéticas que têm uma faixa de frequência de 0,3 GHz a 300 GHz, com o correspondente intervalo de comprimento de onda de 1 m a 1 mm. As micro-ondas, tal como as ondas visíveis, obedecem às leis da óptica e podem ser transmitidas, absorvidas ou refletidas dependendo do tipo de material. Existem basicamente três tipos de materiais, com relação à forma de interação com as micro-ondas. Os materiais transparentes às micro-ondas permitem a total passagem das ondas através de si, sem perdas significativas de energia. Os materiais opacos refletem as ondas eletromagnéticas enquanto que os materiais com altas perdas dielétricas, ou seja, materiais que absorvam irradiação de micro-ondas, também chamados de dielétricos interagem com as micro-ondas absorvendo-as eficientemente, o que provoca o seu rápido aquecimento.^(12/13) A frequência de micro-ondas, das disponíveis para aplicação industrial, mais utilizada para aquecimento industrial é 2.45 GHz por apresentar a melhor relação custo-benefício entre todas as frequências alocadas para aplicações industriais, científicas

e médicas (ISM) definidas pela união internacional de telecomunicações (UIT). Esta frequência corresponde ao comprimento de onda no espaço livre de 12,25 cm.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Forno de Redução de Minério de Ferro com Aquecimento por Micro-ondas

O forno para redução carbotérmica de minério de ferro através da irradiação por micro-ondas é mostrado através das Figuras 1 e 2.



Figura 1 - Forno para redução de minério de ferro por irradiação de micro-ondas.

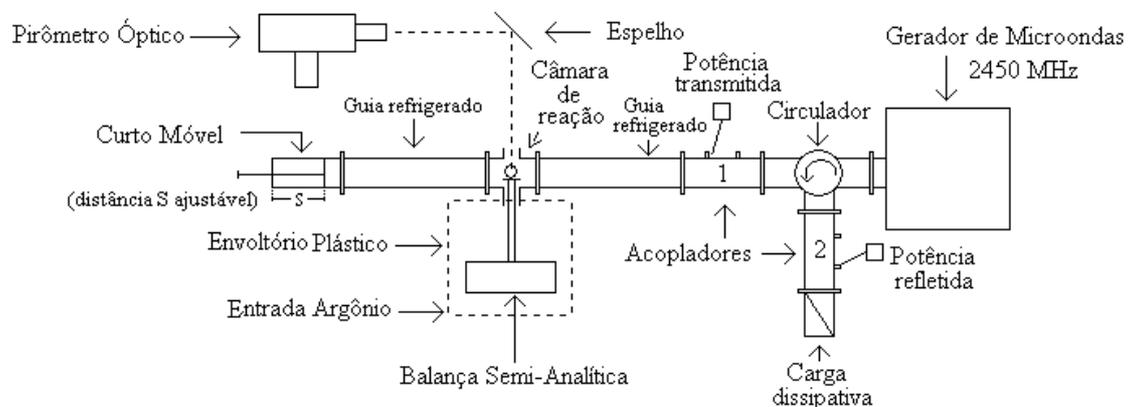


Figura 2 - Diagrama esquemático do forno para redução de minério de ferro por irradiação de micro-ondas.

O forno tem duas importantes seções, ou seja, das micro-ondas e câmara de redução carbotérmica. As micro-ondas são geradas através de um gerador de 2.45 GHz de potência regulável até 3.000 W. Este gerador é protegido contra o retorno de micro-ondas por um circulador. Este circulador direciona para a seção de teste a potência de saída do gerador e desvia para a carga dissipativa (sem reflexão) a potência refletida. Dois acopladores direcionais que permitem medir a potência de micro-ondas irradiada (a que sai do gerador) e a refletida (a que retorna do forno e é direcionada a carga de dissipação) estão conectados a dois medidores de potência que registram as potências de micro-ondas irradiadas e refletidas ao equipamento. O curto-móvel direciona o máximo campo elétrico ou o máximo campo magnético possível sobre a carga como mostrado pela Figura 3. Em termos práticos, permite localizar em dado ponto do guia um determinado valor de campo elétrico e/ou magnético, variando a distância d entre este ponto e o curto, ou seja, pode-se irradiar uma amostra sempre com um determinado valor de campo elétrico e/ou magnético.

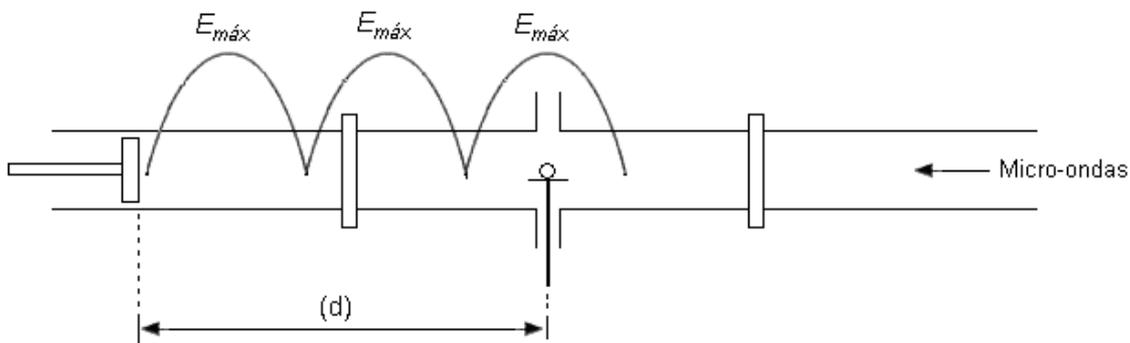


Figura 3 - Representação do campo elétrico em um guia retangular em curto

Os filtros de micro-ondas localizados na parte inferior e superior da câmara de reação asseguram a alimentação da pelota ao interior do reator, ao monitoramento da temperatura na superfície do material e a saída do gás inerte e fumos. Este sistema permite que tanto a balança semi-analítica como o reator esteja em um ambiente inerte. A temperatura na superfície da pelota no interior da câmara de reação é lida através de um pirômetro óptico, por meio de um espelho localizado logo acima do filtro superior. A temperatura dos gases é medida através de um termômetro de fibra óptica localizado na saída do filtro superior. Ao filtro inferior é conectado um envoltório plástico transparente com uma balança semi-analítica em seu interior para monitorar a perda de massa da carga. O envoltório plástico possui entrada para argônio e para o fio de alimentação de energia da balança semi-analítica. Os guias de onda estão envolvidos por trocadores de calor para resfriá-los durante o processo de redução. Estes trocadores possuem termômetros tanto na entrada como na saída do fluido refrigerante (água). A vazão do argônio e do fluido refrigerante são medidos por rotâmetros. A comunicação e a coleta de dados para um computador foram realizadas por um software.

2.2 Suprimentos

Utilizou-se pelotas auto-redutoras contendo minério de ferro de Carajás com 67,65% de ferro total e coque de petróleo com 86,50% de carbono fixo, com massa de 3,5 g e diâmetro de 15 mm. Foi utilizado argônio para manter o sistema câmara de reação/balança inerte em uma vazão adotada para todos os ensaios de 0,85 L/min. Para posicionar a pelota do centro da câmara de reação foi utilizado um eixo de teflon interligado em sua extremidade superior a um tarugo de fibra cerâmica.

2.3 Determinação das Perdas de Energia para o Equipamento sem Amostra

Perdas de energia para o equipamento sem amostra consistem em toda a potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento sem a presença da amostra, ou seja, a energia absorvida em forma de calor pelos trocadores de calor, pelos guias de ondas, câmara de reação, gás inerte, base de fibra cerâmica e dispositivos de micro-ondas como circulador, acoplador e curto móvel. A potência de micro-ondas irradiada sem amostra (P_{irrsa}) menos a potência de micro-ondas refletida sem amostra (P_{reflsa}) é igual à potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento sem amostra ($P_{equipsa}$).

$$P_{equipsa} = P_{irrsa} - P_{reflsa} \quad (1)$$

Foram realizados ensaios em triplicata de 60 minutos cada em três níveis de irradiação de micro-ondas; 500 W, 1000 W e 1500 W. As variações das potências foram registradas através de um medidor de potência acoplado a um aquisitor de dados e a perda de energia para o equipamento sem a amostra foi calculada através da equação 1.

2.4 Determinação da Taxa de Reação

Uma pelota foi colocada no topo da base cerâmica/teflon para os ensaios e inserida no interior do reator através do filtro de micro-ondas localizado na parte superior da câmara de reação. Este conjunto foi apoiado em uma balança semi-analítica para monitorar a perda de massa da pelota. O envoltório plástico usado para manter inerte o ambiente do sistema balança/câmara de reação foi lacrado com presilhas. A circulação da água de refrigeração pelos trocadores de calor foi mantida a 0,5 L/min. Também, a vazão do gás argônio seco pelo reator foi mantida a 0,85 L/min. A pelota foi irradiada com micro-ondas a 2.45 GHz em 500 W, 1.000 W e 1.500 W. As potências irradiadas e refletidas foram automaticamente registradas por um aquisitor de dados e a potência efetiva foi calculada conforme a equação 2.

$$P_{ef} = P_{irr} - (P_{equipsa} + P_{refl}) \quad (2)$$

Onde:

P_{ef} = potência e/ou energia de micro-ondas efetivamente utilizada no processo de redução carbotérmica (W ou kJ);

P_{irr} = potência e/ou energia de micro-ondas irradiada durante o processo de redução carbotérmica (W ou kJ);

$P_{equipsa}$ = potência e/ou energia de micro-ondas absorvida pelo equipamento durante ensaio com o equipamento sem amostra (W ou kJ);

P_{refl} = potência de micro-ondas refletida pelo equipamento durante o processo de redução carbotérmica (W ou kJ);

O início da reação de redução foi considerado logo que a fonte de micro-ondas foi ligada e o término quando a perda de massa da pelota tornava-se constante ou quando se alcançava 30 minutos de ensaio. A cada 3 minutos a temperatura da superfície da pelota foi monitorada. A taxa de reação do minério de ferro é definida como sendo a porcentagem do material reagido e foi determinado pela perda de peso. O cálculo da quantidade de material que reagiu durante cada experimento realizado foi efetuado empregando-se a equação 3:

$$TR = \left(\frac{M_i - M_t}{M_i \times M} \right) \times 100 \quad (3)$$

Onde:

- TR = Taxa de reação (%)
- M_i = Peso inicial da amostra (g)
- M_t = Peso no instante t; (g)
- M = Porcentagem máxima de perda de peso (35%)

A pelota reduzida foi resfriada até a temperatura ambiente mantendo o fluxo de gás argônio no reator para evitar a reoxidação.

3 RESULTADOS

3.1 Quantificação da Energia Absorvida pelo Equipamento sem Amostra

A Figura 1 apresenta resultados da evolução da perda de energia (ou potência) de micro-ondas para o equipamento sem amostra.

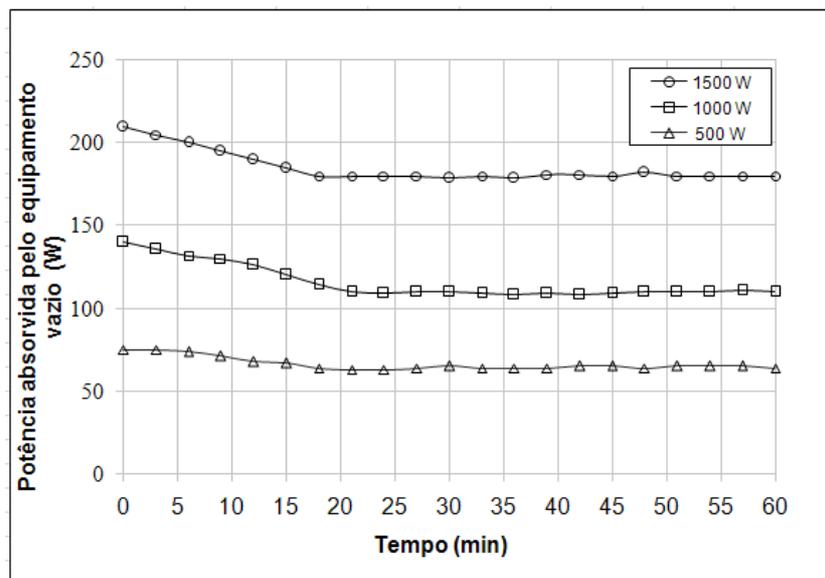


Figura 1 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento sem amostra (W).

Observa-se um período de indução, entre o início e 20 minutos, no qual acontece o aquecimento do equipamento vazio. Após este período de inicialização, o registro da variação de potência não apresenta variação significativa, tornando-se praticamente constante. A energia (ou potência) média absorvida pelo equipamento vazio é quantificada através da equação 1.

Tabela 1 – Potência média de micro-ondas irradiada, refletida e absorvida pelo equipamento sem amostra

Potência irradiada de micro-ondas (W)	Potência média refletida pelo equipamento sem amostra (W)	Potência média absorvida pelo equipamento sem amostra (W)
500	435	65
1000	890	110
1500	1325	175

A Tabela 1 mostra a potência média absorvida pelo sistema, sem amostra, nos três níveis de potência de micro-ondas, em triplicata e valores registrados por 30 minutos após a estabilização do equipamento.

3.2 Redução Carbotérmica com Micro-ondas

Neste item são apresentados os principais resultados encontrados para a redução carbotérmica de uma pelota auto-redutora na proporção estequiométrica com irradiação por micro-ondas em três níveis de potência. A cada lote de ensaios o equipamento foi ligado por 20 minutos nas condições de trabalho sem amostra para estabilizar as perdas térmicas para o sistema.

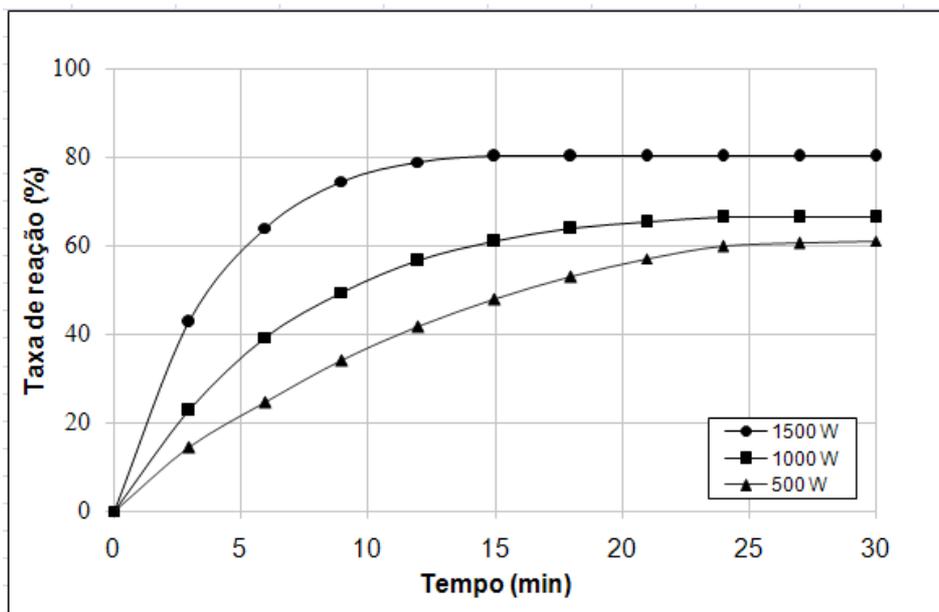


Figura 2 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas para uma pelota na proporção estequiométrica entre minério de ferro de Carajás e coque de petróleo

A Figura 2 apresenta a porcentagem de reação em função do tempo de exposição à irradiação por micro-ondas calculada através da equação 3. Nas curvas de redução

apresentadas pela Figura 2 observa-se melhor resultado para com a pelota irradiada a 1.500 W. Após 15 minutos de reação, 80% da taxa de reação foi obtida enquanto que para os testes realizados a 1.000 W e 500 W alcançaram 66% e 60% de redução respectivamente.

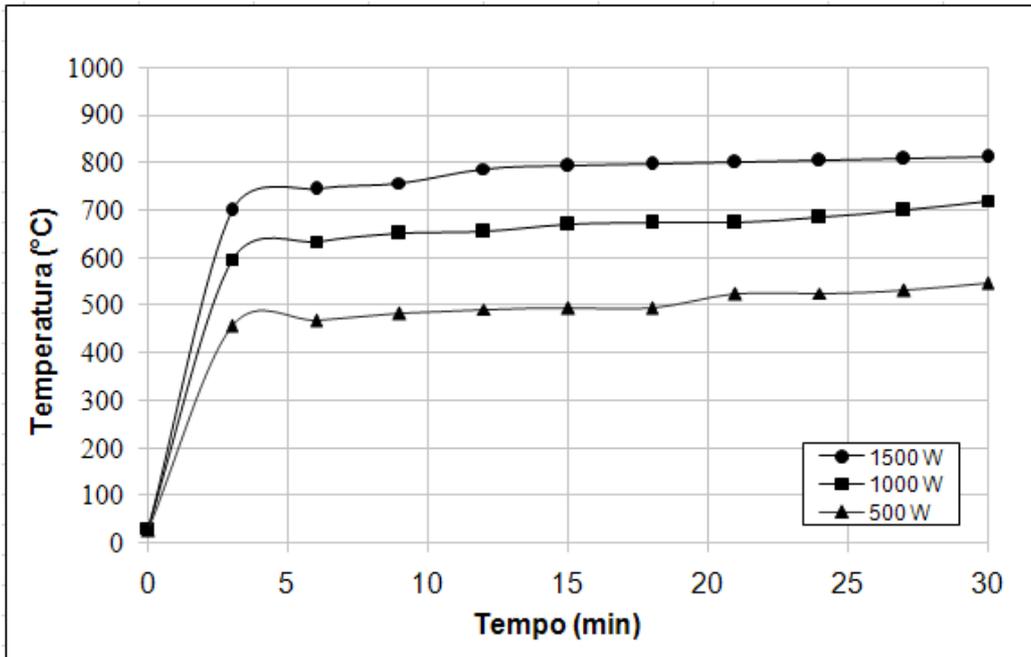


Figura 3 – Temperatura da superfície da pelota em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas para uma pelota na proporção estequiométrica entre minério de ferro de Carajás e coque de petróleo.

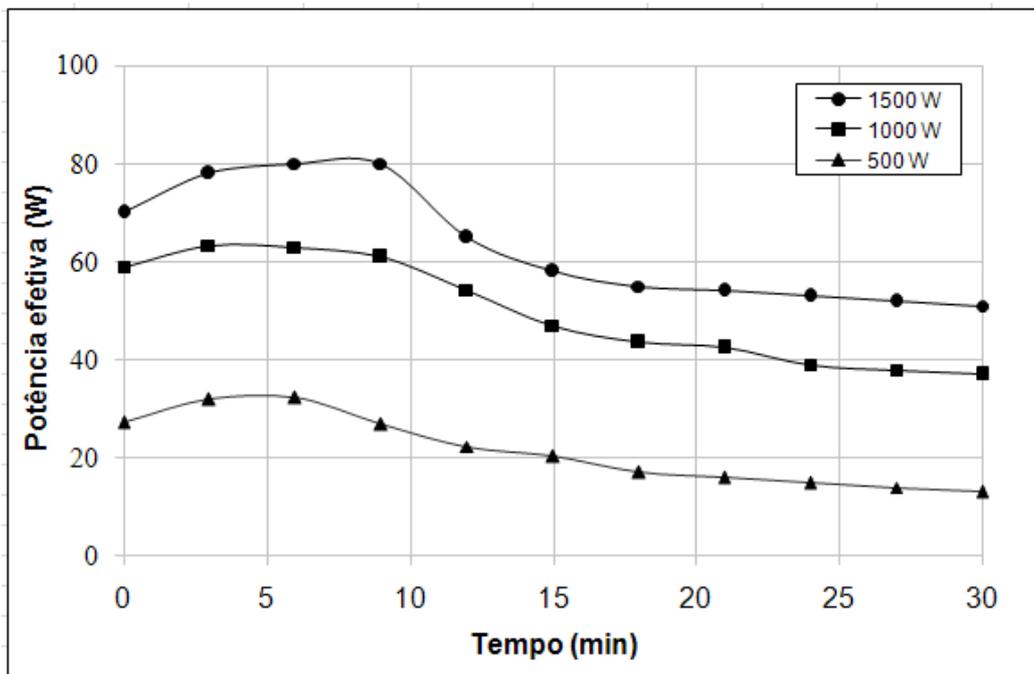


Figura 4 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas efetiva (W) na redução carbotérmica de uma pelota.

A Figura 3 mostra a evolução do perfil de temperatura encontrado nas amostras durante o processo de redução e a Figura 4 apresenta o perfil da evolução da

potência efetiva de micro-ondas utilizada na redução carbotérmica de uma pelota calculada através da equação 2.

4 DISCUSSÃO

Comparando as Figuras 2 e 4 percebe-se que a absorção de energia de micro-ondas no processo de redução carbotérmica varia a cada nível de potência irradiada. Quanto maior for a energia utilizada maior será a taxa de reação e menor o tempo de processamento. As taxas de reação apresentadas na Figura 2 mostram que após o período de redução, o registro de variação de massa apresenta que não há mais variação de massa significativa, o que indica o término da reação de redução do minério podendo ser visualizado através de um patamar. Observa-se ainda que, em se mantendo o fornecimento da potência de micro-ondas o período de queda da absorção da potência mostrado pela Figura 4 está relacionado com as mudanças de etapas da amostra, ou seja, a variação da constante dielétrica e da formação de película metálica, que impossibilita a propagação das micro-ondas pela pelota. Ainda, se percebe que não há completa redução carbotérmica em nenhum dos três níveis de potência. Isto se deve provavelmente a dois fatores: a perda de calor da massa reagente para o meio ambiente, e a baixas temperaturas como mostrado pela Figura 3.

A medida da temperatura na superfície ainda não satisfaz completamente, pois a temperatura observada na superfície da pelota, durante a redução, é menor que no seu interior. Este fenômeno foi identificado visualmente, ao observar a pelota em redução: sua superfície é mais escura que as rachaduras que se abrem.

Um problema comum encontrado nos ensaios de redução carbotérmica com micro-ondas é a formação de arcos voltaicos na superfície da pelota devido à formação de partículas metálicas, trincas, etc. e até mesmo em seu interior. Quando tal fenômeno ocorria o ensaio era interrompido por medida de precaução para não danificar o equipamento.

Agradecimentos

Os autores agradecem à colaboração de Renata B. do Nascimento, Luis F. Baccan, Luciano de Souza, Lauro Ferreira. Agradecem ao Centro Universitário Instituto Mauá de Tecnologia, a FAPESP (projeto 02404-0) e a Universidade de São Paulo pelo suporte deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 AL-HARAHSEH, M., KINGMAN, S., HANKINS, N., SOMERFIELD, C., BRADSHAW, S., LOUW, W., The Influence of Microwaves on the Leaching Kinetics of Chalcopyrite. *Minerals Engineering* 18, 1259–1268, 2005.
- 2 AL-HARAHSEH, M., KINGMAN, S.W., Microwave-Assisted Leaching-a review. *Hydrometallurgy* 73, 189–203, 2004.
- 3 JONES, D.A., KINGMAN, S.W., WHITTLES, D.N., LOWNDES, I.S., Understanding Microwave Assisted Breakage. *Minerals Engineering* 18, 659–669, 2005.
- 4 HUANG, J.H., ROWSON, N.A., Hydrometallurgical Decomposition of Pyrite and Marcasite in a Microwave Field. *Hydrometallurgy* 64, 169–179, 2002.



- 5 HWANG, J.Y., SHI, S., XU, Z., HUANG, X., Oxygenated Leaching of Copper Sulfide Mineral Under Microwave-Hydrothermal Conditions. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering* 1,111–119, 2002.
- 6 ISHIZAKI, K., NAGATA K., HAYASHI T., Production of Pig Iron from Magnetite Ore-Coal Composite Pellets by Microwave Heating. *ISIJ International*, vol. 46, nº10 1403-1409, 2006.
- 7 NAGATA K., ISHIZAKI K., KANAZAWA M., HAYASHI T., SATO M., MATSUBARA A., TAKAYAMA S., MOTOJIMA O., AGRAWAL D., ROY R. Proc. 11th International Conference on Microwave and High Frequency Heating, pp. 87-90, 2009.
- 8 ISHIZAKI K., NAGATA K., HAYASHI T., 2007. Localized Heating and Reduction of Magnetite Ore with Coal in Composite Pellets Using Microwave Irradiation. *ISIJ International*, vol. 47, nº6, 817-822, 2007.
- 9 BAI C., REN W., QIU G., HU M., CHEN D., WEN L., The Review of Microwave Applications in Metallurgical Process in China. *ISIJ International*, vol. 47, nº4, 528-532, 2007.
- 10 TAKAYAMA S., LINK G., THUMM M., MATSUBARA A., SATO M., SANO S., Reduction of Magnetite in Air by Use of Microwave Heating, 2007.
- 11 NISHIOKA K., TANIGUCHI T., UEKI Y., OHNO K., MAEDA T., SHIMIZU M., Gasification and Reduction Behavior of Plastics and Iron Ore Mixtures by Microwave Heating. *ISIJ International*, vol. 47, nº4, 602-607, 2007.
- 12 SUTTON W. H. Microwave Processing of Ceramic Materials. *Ceramic Bulletin*. v. 68, n. 2, p. 376-386, 1989.
- 13 HAQUE, K. E. Microwave Energy for Mineral Treatment Processes – a brief review. *International Journal of Mineral Processing*. v. 57, p. 1-24, 1999.