

Guilherme Daisuke Sato

**Obtenção a Quente de Aglomerados Minério de Ferro-Carvão
Mineral: Ensaios Exploratórios**

São Paulo

2012

Guilherme Daisuke Sato

**Obtenção a Quente de Aglomerados de Minério
de Ferro e Carvão Mineral: Ensaios
Exploratórios**

Trabalho de Formatura apresentado à
Escola Politécnica da Universidade de
São Paulo

Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Breda
Mourão

São Paulo

2012

Agradecimentos

Aos meus pais que me apoiaram e incentivaram a todo momento, aos meus colegas que compartilharam os desafios e vitórias, aos meus amigos que sempre acreditaram em mim e à minha namorada, companheira e confidente em todos os momentos.

À vocês, razões de minha vida e dedicatória das minhas conquistas, muito obrigado.

Resumo

Este estudo dos aglomerados de carvão mineral e pellet feed teve caráter exploratório. Foi experimentado de maneira abrangente, o uso de diversos equipamentos presentes na escola politécnica e o papel das diversas variáveis de processamento.

O briquete de carvão-minério de ferro (Carbon Composite Briquette, ou CCB) foi experimentado com diversos tipos de preparação e granulometrias, além de perfis de tratamentos térmicos. Após a seleção dos métodos mais promissores (do ponto de vista mecânico e metalúrgico), ensaios de compressão, redução e metalografia foram feitos na tentativa de qualifica-los.

Pode-se inferir que a granulometria do material briquetado influi diretamente nas propriedades mecânicas resultantes, mais que isso, influi também nas propriedades metalúrgicas do briquete, potencializando sua capacidade de redução.

Abstract

This project regarding iron ore and coal agglomerates was an exploratory attempt. It was experimented the wide range of equipment located at the school facilities as well as the many processing variables' rolls.

The Carbon Composite Briquette (CCB) was manufactured with several preparation techniques, granulometries and heat treatment. The best candidates (mechanically and metallurgically speaking) underwent through compression tests, reduction tests and metallographies in order to rule them.

It was observed that the raw materials granulometry play a major role in the resulted mechanical properties, not only but also has an influence over the briquette's metallurgical properties too, enhancing its reduction capacity.

Lista de Figuras

Figura 1 - Ilustração esquemática de uma máquina de briquetagem a quente (2).....	16
Figura 2 – Forno de ensaio gravimétrico, detalhe para o desprendimento de voláteis	24
Figura 3 – Forno do tipo retorta. A) Detalhe para a exaustão de voláteis B) Detalhe na combustão dos voláteis C) Detalhe na adição do gás inerte Nitrogênio	25
Figura 4 – Briquete de resina polimérica e minério de ferro. A) 5% de resina B) 15% de resina C) 40% de resina.....	27
Figura 5 – Resinas Curadas A) 5% de resina B) 15% de resina C) 40% de resina	28
Figura 6 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de carvão logo após a briquetagem	32
Figura 7 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de carvão após o tratamento térmico	33
Figura 8 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro logo após a briquetagem	33
Figura 9 - Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro após o tratamento térmico	34

Figura 10 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro recém briquetados, carvão finamente moído	35
Figura 11 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro após o tratamento térmico; carvão finamente moído	35
Figura 12 – Amostra composta de 100% de carvão levada à 550°C	36
Figura 13 – Carga de carvão ensaiado no gravimétrico até 550°C	37
Figura 14 – Cadinho recém retirado do ensaio gravimétrico, aparente “espumamento” do carvão liquefeito	39
Figura 15 – Amostra 100% de carvão testada no forno de retorta, A) Detalhe para a superfície de topo com bolhas B) Detalhe para o volume interno composto por camadas	41
Figura 16 – Amostra composta de de carvão mineral e minério de ferro (50%- 50%) ensaiada no forno de retorta	42
Figura 17 – Amostra desmantelada composta por 50% de carvão mineral e 50% de minério de ferro, levados à 600°C no forno de retorta	43
Figura 18 – Amostra contendo 50% de carvão e 50% de minério de ferro (massa total de 140 gramas), ensaiados a 600°C no forno de retorta, com aparato de pressão.	44
Figura 19 – Amostra contendo 50% de carvão e 50% de minério de ferro (massa total de 40 gramas), ensaiados a 600°C no forno de retorta, com aparato de pressão.	45

Figura 20 – Amostra composta de 50% carvão, 50% minério de ferro briquetada a quente.	46
Figura 21 – Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetado a quente, com uso do forno Grion a 850°C	47
Figura 22 – Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetada a quente, forno Grion a 850°C com manutenção da pressão até o resfriamento total.....	48
Figura 23 - Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetada a quente, forno Grion a 850°C misturada e não briquetada.	49
Figura 24 – Cadinho com proteção de carvão vegetal para evitar oxidação	50
Figura 25 – Amostras 23 e 24 a esquerda e direita respectivamente.....	52
Figura 26 – Metalografia da amostra recém briquetada.....	58
Figura 27 – Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 500°C em forno Brasimet. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x	58
Figura 28 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 500°C em forno Brasimet e reduzida em ensaio gravimétrico a 1050°C. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x.....	59
Figura 29 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 850°C em forno Brasimet. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x	59

Figura 30 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 850°C em forno Brasimet e reduzida em ensaio gravimétrico a 1050°C. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x..... 60

Figura 31 – Microscopia eletrônica com aumento de 112 vezes da amostra tratada termicamente à 500°C e reduzida 60

Figura 32 – Microscopia eletrônica com aumento de 112x da amostra tratada termicamente à 850°C e reduzida 61

Lista de Gráficos

Gráfico 1 - Curva de Termo-análise da resina CR9611	19
Gráfico 2 – Ensaio Gravimétrico de briquete com 5% de resina a 1000°C	30
Gráfico 3 – Ensaio Gravimétrico de briquete com 15% de resina a 1000°C	30
Gráfico 4 – Ensaio gravimétrico com tentativa de coqueificação	37
Gráfico 5 – Ensaio gravimétrico de uma amostra de 3,1 gramas de carvão levada até 850°C	38
Gráfico 6 – Ensaio de compressão da amostra como briquetada	52
Gráfico 7 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 500°C	53
Gráfico 8 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 500°C e reduzida à 1050°C	53
Gráfico 9 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 850°C	54
Gráfico 10 - Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 850°C e reduzida à 1050°C	54
Gráfico 11 – Ensaio de redução gravimétrico após Brasimet a 500°C. Briquete 70% minério de ferro – 30% carvão.	55
Gráfico 12 - Ensaio de redução gravimétrico após Brasimet a 850°C. Briquete 70% minério de ferro – 30% carvão.	56

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Composição do Sinter Feed	20
Tabela 2 – Tabela de Ensaio Gravimétrico de Briquete contendo minério de ferro e resina polimérica	29
Tabela 3 – Perda de massa do ensaio gravimétrico.....	31
Tabela 4 – Perfil de temperaturas seguido pelo forno Brasimet, após a terceira faixa de velocidade, o forno foi desligado.	32
Tabela 5 – Relação das experiências e caracterização qualitativa.....	51
Tabela 6 – Relação de carregamentos máximos suportados nos ensaios de compressão.....	54
Tabela 7 – Dados de entrada e saída dos ensaios gravimétricos	57

Sumário

1. Introdução.....	11
1.1. Justificativa.....	11
1.2. Objetivos	12
2. Revisão Bibliográfica	12
2.1. CCB.....	12
2.2. Comparação com Pelotas e Briquetes Conformados a Frio	14
2.3. Obtenção do CCB	15
2.4. Carvão Coqueificável	17
3. Materiais e Métodos	18
3.1. Resina Polimérica CR9611.....	18
3.2. Minério de Ferro	20
3.3. Carvão Mineral.....	20
3.4. Secagem.....	21
3.5. Briquetagem.....	21
3.6. Tratamento Térmico	22
3.7. Metalografia.....	26

4. Resultados e discussões	26
4.1. Resina Polimérica CR9611.....	26
4.2. Carvão Mineral Coqueificável.....	31
5. Conclusões.....	62
6. Referências.....	64

1. Introdução

1.1. Justificativa

Um dos inúmeros papéis da engenharia é o aperfeiçoamento de processos; a busca pela redução de custos de fabricação, maior produtividade e qualidade sempre será uma preocupação constante. Além disso, através da crescente conscientização ambiental que o mundo vem adquirindo, novas preocupações vêm tomando lugar na mídia, dentre elas a luta contra o efeito estufa e os gases oriundos das atividades humanas. Em tempo, as sociedades sempre procuraram melhorar seu padrão de vida e o balanço entre as necessidades modernas e o bem estar do meio ambiente sempre pendeu à favor das vontades do homem.

Foi com esta visão que uma nova teoria foi concebida. Tendo como um dos objetivos básicos, o de **redução do consumo de carbono no Alto-Forno**, através da elevação da reatividade do carbono que diminuiria a temperatura da zona de reserva térmica (1) e ainda reduziria a quantidade de gases estufa emitidos.

O ponto chave que ainda inviabiliza a adoção desta técnica na escala industrial dos alto-fornos reside na resistência mecânica, atualmente insuficiente para a manutenção do leito permeável da carga, que permite a passagem de gás, a elevada temperatura no forno.

1.2. Objetivos

Este trabalho tem como objetivo estudar o processo de obtenção de briquetes feitos a partir de carvão fóssil e minério de ferro, aglomerados a quente. Tentando entender o papel de algumas variáveis de processo, tendo em mente a busca por uma resistência mecânica à compressão que possibilite o carregamento dos briquetes em alto-fornos.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. CCB

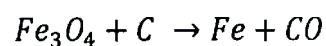
O CCB, ou Carbon Composite Briquette será nosso objetivo de estudo, pode-se dizer que as origens primárias desta tecnologia ocorreram no Japão (com Shimizu et al – Japan Brazil Sympo); e reforçado com o projeto nacional “Energy Half Consumption Project” (3) (patrocinado pela “MEXT” – Ministério da Educação, Cultura, Esportes, Ciência e Tecnologia; e pelo “Blast Furnace Limit Phenomena Research Committee” – FY2003-2005) respectivamente (4).

A tecnologia é promissora, tanto que em 2011 o “*The Iron and Steel Institute of Japan*” publicou uma edição especial de seu periódico (5) contendo apenas artigos relacionados ao assunto: redução da emissão de CO₂ na indústria de obtenção de ferro e conseqüentemente CCB.

Em um destes artigos, um compósito de minério de ferro e carbono (Iron Ore/Carbon Composite - IOC) ideal foi preparado, misturando nanopartículas (10-70nm de diâmetro) de ferro (Fe₂O₃) e um material de resina

termoplástica para fornecer o carbono necessário. As nano-partículas de Fe_2O_3 foram completamente reduzidas a Fe em questão de poucos minutos sob uma atmosfera inerte à 650°C. (6).

Descobriu-se (via difração de raio X) que este aumento dramático da taxa de gaseificação era causado pela promoção intensificada da reação de *redução direta*, a reação entre as partículas de Fe_3O_4 e o carbono (6):



“Este estudo mostrou que a taxa de redução pode ser melhorada drasticamente caso o IOC seja fabricado maximizando-se a área interfacial e o contato íntimo entre as partículas de carbono e de minério de ferro.” (6)

Entretanto, embora muitas idéias promissoras tenham frutificado destes esforços, atualmente nenhuma delas se encontra em um estágio avançado o suficiente para ser implementada industrialmente em um alto-forno (7). Para não afirmar categoricamente que não existe tecnologia desenvolvida o suficiente que nos aprove a utilização do método em alto-fornos, pesquisadores japoneses, por meio de simulações feitas com um alto-forno carregado com CCB afirmam que o CCB atende aos requisitos metalúrgicos necessários para servir como matéria prima (com uma proporção máxima de 40% a 50%), a zona coesiva desce e a temperatura da zona de reserva térmica diminui sendo que para um carregamento de 30% de CCB a temperatura cai em torno de 200°C (8). Ainda de acordo com suas simulações, a adição de 30% de CCB pode melhorar a produtividade do alto-forno (4,9%), reduzir o consumo de

coque (112,5 kg/thm, ou 29,2%) e a taxa de consumo de agente redutor (20 kg/thm, ou 3,8%) (8).

2.2. Comparação com Pelotas e Briquetes Conformados a Frio

Além do aspecto vantajoso da menor emissão de CO₂, outro ponto interessante da aglomeração à quente reside na comparação com as pelotas e briquetes conformados a frio. Tipicamente utiliza-se o cimento como material ligante no processamento, que possui um longo período de cura para atingir-se a resistência mecânica desejada a frio, também podem ocorrer problemas de permeabilidade de gases como o aumento da escória e redução da resistência mecânica quando o briquete ou pelota é submetido a temperaturas elevadas. O briquete conformado a quente, sem a utilização de aglomerante faz uso da plasticidade térmica do carvão, quando amolecido e fundido, trazendo, além das vantagens anteriormente citadas uma elevação no teor de ferro (9) (10).

Visando a produtividade da operação em alto-forno, os briquetes conformados a quente têm a vantagem de permitir um “**contato íntimo**” entre o minério e os sólidos finos redutores (representando uma vantagem na cinética do processo), além de uma porosidade reduzida (aqui vale uma ressalva, ainda que uma elevada densidade tenha um papel positivo na resistência mecânica do material, um certo grau de porosidade é desejado para facilitar-se a passagem dos gases redutores pelo material). Conseqüentemente, uma melhor transferência de calor pode ser atingida, exigindo menos consumo energético do alto-forno e possibilitando uma redução em “super alta velocidade” (11).

2.3. Obtenção do CCB

O CCB é obtido através do processo de briquetagem a quente, nela uma proporção específica de minério de ferro e carvão mineral são misturadas e aquecidas. Em seguida, esta mistura alimentada um briquetador, onde é submetida a uma determinada pressão como pode-se ver na Figura 1, abaixo. O espectro de temperatura utilizado depende da temperatura em que o carvão mineral utilizado possui plasticidade térmica, imprescindível para dar a resistência mecânica ao CCB sem o uso de material aglomerante, um ponto a ser lembrado é que o briquete será futuramente utilizado em alto-fornos, desta maneira, é necessário que o alcatrão presente no carvão mineral seja pré-removido (10). A pré-eliminação da umidade e de alguns voláteis do carvão mineral é desejada para que a menor quantidade possível de material que não participa do processo de obtenção do ferro gusa seja carregada no alto forno, "roubando" calor do processo.

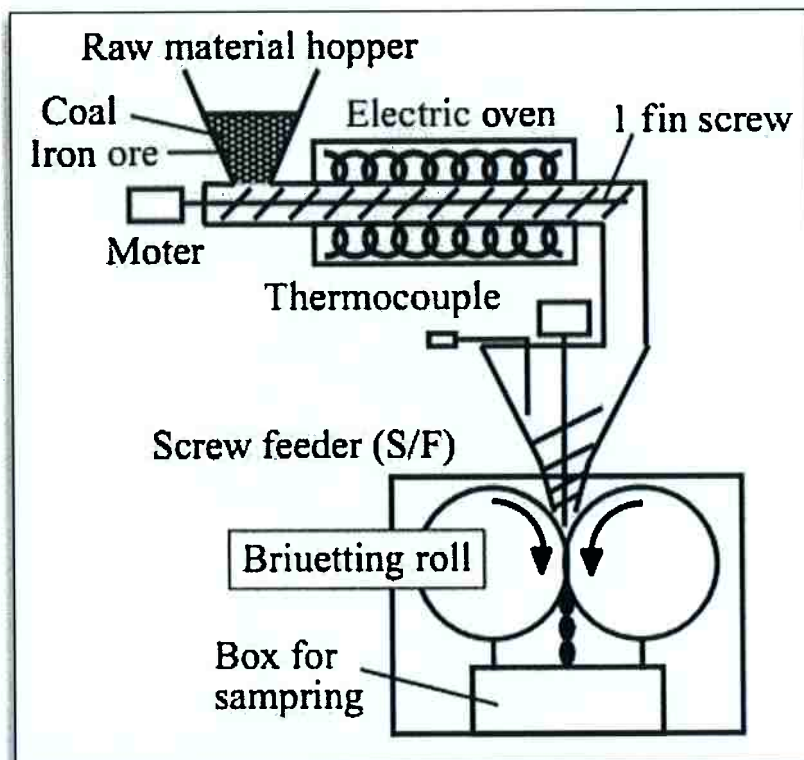


Figura 1 - Ilustração esquemática de uma máquina de briquetagem a quente (2).

Um estudo revela que os CCB's, ao serem obtidos sem a utilização de um aglomerante, podem atingir resistências à compressão de até 2000N (para uma mistura de 40% de minério de ferro e 60% de carvão mineral). Quando submetidos ao aquecimento, não foi observada fusão ou "degradação" até 1700°C (4). Entretanto, pouco foi reportado sobre as minúcias e consequências envolvidas no processamento do CCB, a preparação das matérias primas, a pressão utilizada na briquetagem, a temperatura de cada material na briquetagem, por exemplo.

2.4. Carvão Coqueificável

Conforme referido anteriormente, o carvão possui papel determinante na tecnologia do CCB. De maneira simplória, o carvão mineral é definido como “uma massa compacta, estratificada, oriunda da deterioração de matérias vegetais os quais passam por vários estágios de decomposição conseqüente de ações geológicas que provocam modificações em suas propriedades físicas e químicas” (12).

Esmiuçando um pouco a importância do carvão para o CCB, podemos dividir sua contribuição em três importantes papéis.

Físico: do ponto de vista do alto forno, o coque tem grande importância de sustentação, uma vez que o minério de ferro terá suas propriedades físicas e químicas alteradas ao longo do processo. O coque consegue manter-se sólido abaixo da zona de fusão em conseqüência da redução, amolecimento e fusão (13).

A sustentação promovida pelo coque tem vital importância para garantir que a permeabilidade aos gases não seja comprometida, uma vez que o ferro fundido forma camadas impermeáveis, que poderiam abafar o alto-forno e comprometer todo o perfil de temperatura e reações (13).

Químico: a reação que governa a redução do óxido de ferro na zona de redução do forno é a reação de *Boudouard*, sendo que o coque contribui para a geração de gás CO, além de carburizar o metal quente (13).

Térmico: o coque possui papel de combustível no forno, o carbono do coque e dos injetantes geram 80% do calor necessário, o restante é oriundo do sopro quente (13).

3. Materiais e Métodos

3.1. Resina Polimérica CR9611

A resina polimérica CR9611, cedida gentilmente pelo Professor Doutor Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva, foi experimentada seguindo a linha de raciocínio da aplicação de um material substituto capaz de fornecer carbono e prover resistência mecânica. Ainda que seu uso não seja economicamente viável em uma futura empreitada, o caráter exploratório e empírico deste trabalho justificou a tentativa de seu emprego.

A resina CR9611 possui a seguinte curva de termo-análise:

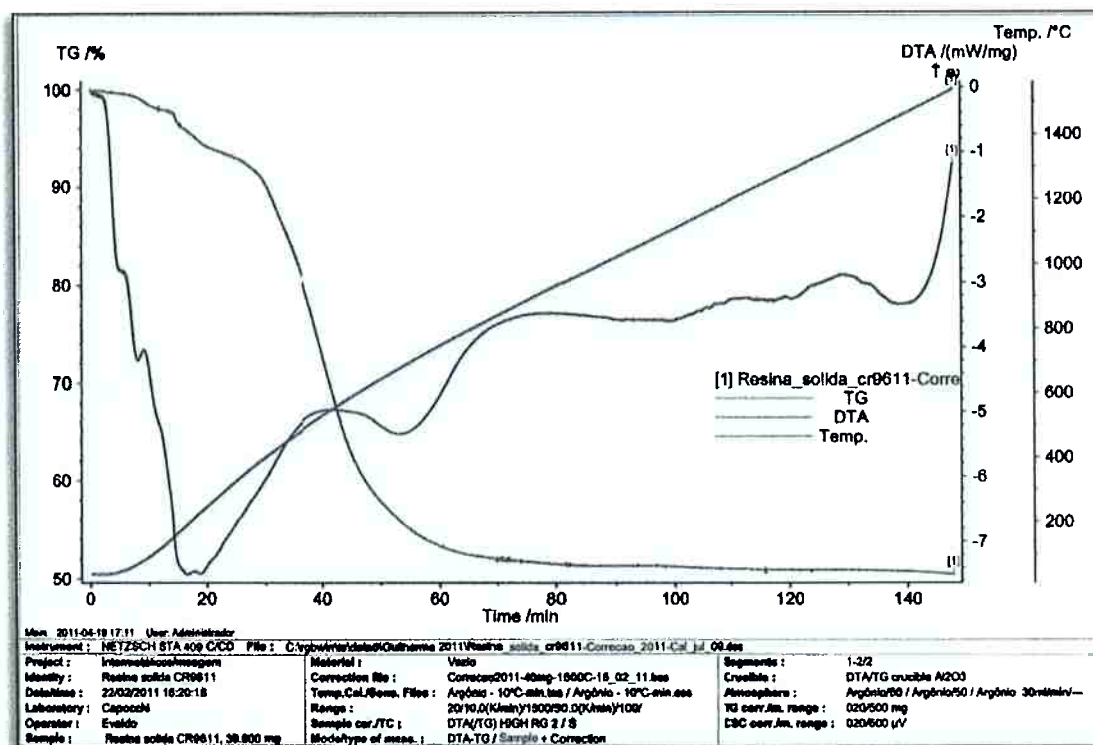


Gráfico 1 - Curva de Termo-análise da resina CR9611

Para que o briquete venha a ter resistência mecânica, é necessário que durante a mistura do minério de ferro com a resina uma parte de catalisador seja adicionada. O catalisador permanece inerte até que um processo de cura seja realizado, a aproximadamente 180°C por 4 horas. Estes valores foram inicialmente estimados com a ajuda do Prof. Dr. Silva, uma vez que não foram encontrados registros do uso desta resina para tal aplicação.

3.2. Minério de Ferro

O minério de ferro, um “pellet feed”, utilizado em todo trabalho foi gentilmente cedido pela empresa Vale SA.

Cuja composição figura na tabela abaixo:

Tabela 1 – Composição do pellet Feed

Fe (t)	67,7
SiO ₂	0,67
Al ₂ O ₃	0,61
CaO	0,03
MgO	0,06
P	0,03
Mn	0,29
TiO ₂	0,04
Perda ao Fogo	1,44

3.3. Carvão Mineral

O carvão mineral utilizado, o “Blue Creek” (médio volátil) foi fornecido gentilmente pela companhia USIMINAS e retirado diretamente por este estudante na própria planta de Cubatão. O material possui granulometria variada, teor de voláteis 28% e umidade de aproximadamente 9%.

Foram recebidos 2 sacos contendo cerca de 15 kg cada. O carvão foi

armazenado em local escuro e da maneira como foi entregue.

3.4. Secagem

A princípio, o carvão e minério de ferro utilizados nos experimentos foram secados em uma estufa de laboratório da *Carbolite Furnaces*, pelo período mínimo de um dia, a 150°C para utilização. Entretanto, sob a suspeita de degradação do carvão devido à exposição prolongada ao calor da estufa, apenas o minério de ferro foi mantido na estufa.

Em alguns casos, o carvão era utilizado como retirado do seu recipiente de estocagem e sua umidade deduzida da massa para os cálculos, em outros, o carvão era mantido na estufa apenas por aproximadamente meia hora antes de se fazer o ensaio.

3.5. Briquetagem

O material a ser briquetado, previamente seco, pôde passar por uma moagem manual (utilizando-se nenhuma peneira, ou uma peneira de 100 mesh ou uma de 150 mesh; com um conjunto pilão/almofariz de cerâmica). O conteúdo foi então pesado, misturado e umidificado caso desejado. Depois de fazer a mistura, a briquetagem propriamente dita ocorreu, em uma prensa *Farex*, sob uma pressão de 8 toneladas.

Nota-se que parte da umidade adicionada na mistura saiu após aplicada a pressão no molde (nos casos em que o houve adição de água). Os briquetes eram colocados em repouso para poderem secar até o próximo uso por pelo menos um dia.

3.6. Tratamento Térmico

Também foi utilizado o forno de ensaio gravimétrico e o forno tipo retorta vertical (produção da própria escola Politécnica), em ambos os casos foi utilizado o fluxo de gás Nitrogênio para proteção da amostra contra oxidação. A velocidade de aquecimento pode ser definida constante ou acompanhada manualmente.

No caso do forno do ensaio gravimétrico, foram testadas amostras menores por conta de limitações técnicas.

3.6.1. Forno Tipo Mufla

Os fornos do tipo Mufla disponíveis na Escola Politécnica, são da marca *Brasimet* e *Grion Fornos Industriais*. Podendo contar com a atmosfera protetora de Nitrogênio, seu regime pode apresentar uma velocidade de aquecimento pré programada (*Brasimet*) ou simplesmente uma velocidade desejada (*Grion*). Por vezes, os fornos foram utilizados para aquecer somente massas de minério de ferro a serem ensaiadas, em outras, levava-se o conjunto cadinho-amostra-carvão vegetal.

O papel do carvão vegetal é o de proteção do carvão mineral à oxidação. Coloca-se a amostra desejada envolta por carvão vegetal em um cadinho, este por sua vez é colocado em um cadinho maior e envolto por mais carvão vegetal. Ao final de todas as experiências, uma camada superficial de aproximadamente 1 polegada apresentava sinais claros de queima (oxidação), enquanto que o restante da massa de carvão vegetal e principalmente da

amostra ensaiada saíam intactos do ponto de vista da oxidação.

O forno Grion por sua vez, foi mais utilizado no processo de briquetagem a quente. Na qual a massa de carvão mineral era mantida à temperatura ambiente ou na estufa e a massa de minério de ferro era elevada à temperaturas em torno de 850°C. Em seguida, utilizando-se uma matriz de briquetagem de aço, as duas massas eram misturadas e prensadas com o êmbolo (mais detalhes a respeito da matriz-êmbolo de aço no capítulo de resultados e discussões).

3.6.2. Forno Termo-Gravimétrico

O forno de ensaio gravimétrico trata-se de um forno em que o material a ser ensaiado é carregado verticalmente, em um cadinho preso pela parte superior e içado como um cadinho.

O aquecimento é controlado, permitindo programar taxas de aquecimento e patamares, a proteção de gás inerte Nitrogênio é inserida pela parte inferior. O forno ainda conta com uma balança localizada no topo da estrutura sendo que as medições de variação de massa exigiam o monitoramento constante.

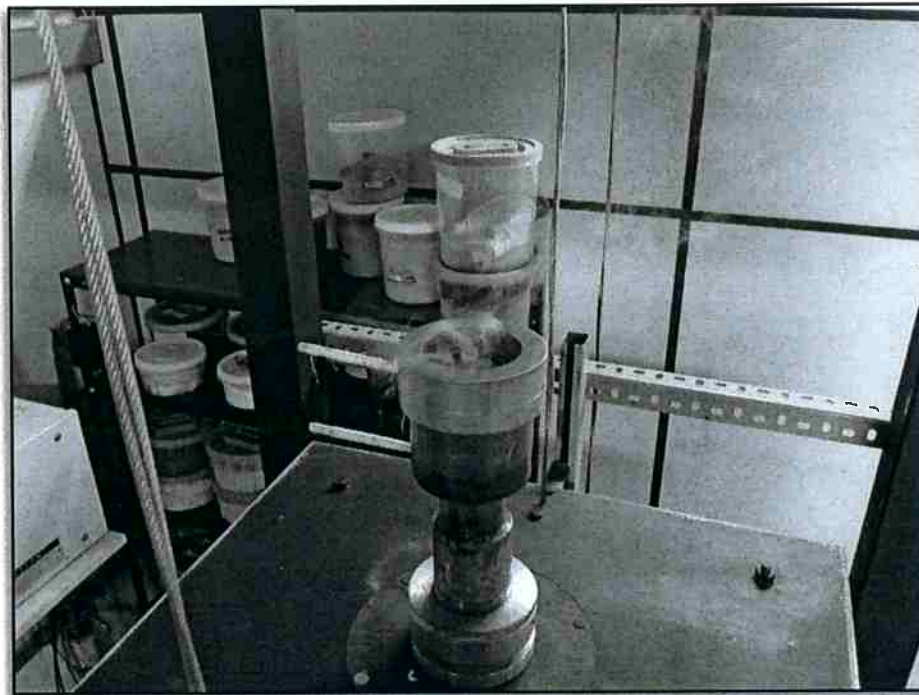


Figura 2 – Forno de ensaio gravimétrico, detalhe para o desprendimento de voláteis

Como pode-se ver na Figura 2, a parte superior do forno permite a exaustão dos voláteis desprendidos do carvão mineral ensaiado.

3.6.3. Forno Vertical de Retorta

O forno do tipo retorta é um forno de produção da própria escola politécnica. Seu controle permite selecionar taxas de aquecimento e patamares. Sua atmosfera de proteção é construída basicamente conforme o andamento do ensaio: os voláteis gerados e desprendidos pelo aquecimento do carvão mineral geram uma pressão interna positiva, impossibilitando a entrada de oxigênio e podem ser queimados mediante ignição (Figura 3, detalhe A e B respectivamente). Uma vez que o aquecimento é cessado, um fluxo de Nitrogênio passa pelo forno (Figura 3, detalhe C) já que a pressão

interna do forno deixa de ser positiva, permitindo a entrada de ar e possível oxidação do material ensaiado.

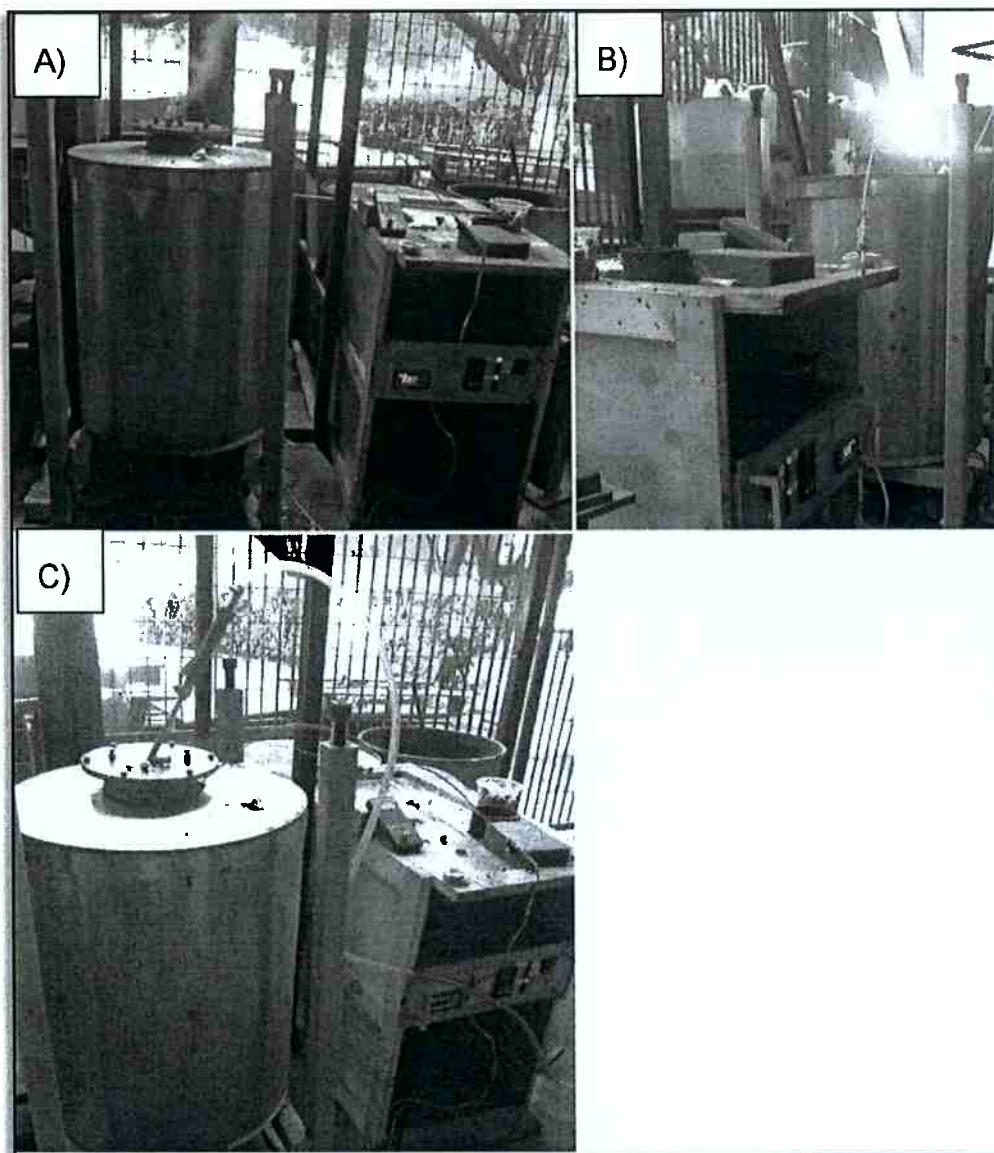


Figura 3 – Forno do tipo retorta. A) Detalhe para a exaustão de voláteis B) Detalhe na combustão dos voláteis C) Detalhe na adição do gás inerte Nitrogênio

3.7. Metalografia

Para a realização das metalografias, os corpos de prova foram cortados, embutidos em baquelite ou resina polimérica. Então foram lixados com lixas d'água de granulometria 100# a 600#, e polidos com pasta contendo pó de diamante de 3 a 1 μm , utilizando-se os equipamentos e materiais gentilmente cedidos e fornecidos pelo laboratório de caracterização microestrutural "Hubertus Copart" da EPUSP. No mesmo laboratório, foram realizadas análises e fotografias com microscopia óptica.

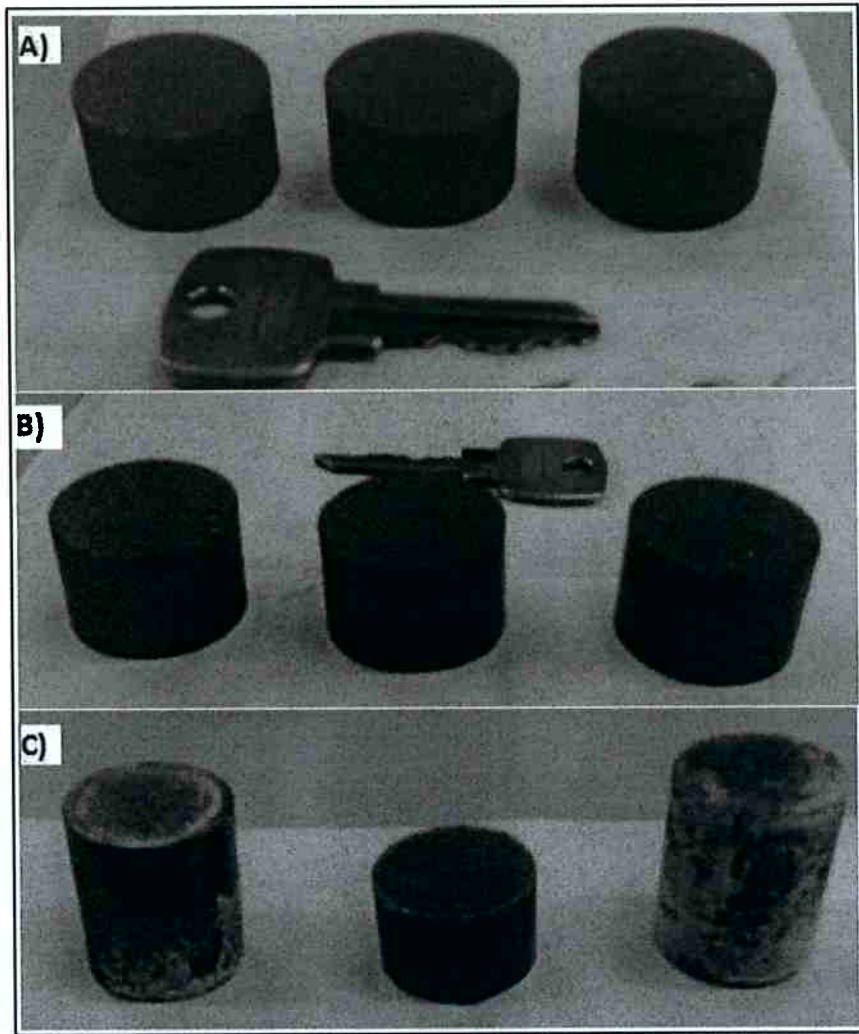
4. Resultados e discussões

4.1. Resina Polimérica CR9611

No início do trabalho de formatura, o carvão mineral coqueificável não estava disponível para o início dos experimentos. Desta maneira, um teste preliminar com a resina polimérica CR9611 foi realizado para aprendizado do processo de briquetagem, verificar-se a “briquetabilidade” da nova mistura resina-minério de ferro e sua microestrutura com e sem tratamento térmico.

Amostras contendo 5%, 15% e 40% de resina polimérica foram preparadas, levando-se em consideração uma proporção de 10% da massa da resina para catalisador e o restante em minério de ferro (por exemplo: 5% de resina, 10% de 5% de catalisador e o restante minério de ferro).

Para cada porcentagem foram briquetadas 3 amostras (Figura 4), que foram curadas (Figura 5) e tratadas termicamente.



**Figura 4 – Briquete de resina polimérica e minério de ferro. A) 5% de resina
B) 15% de resina C) 40% de resina**

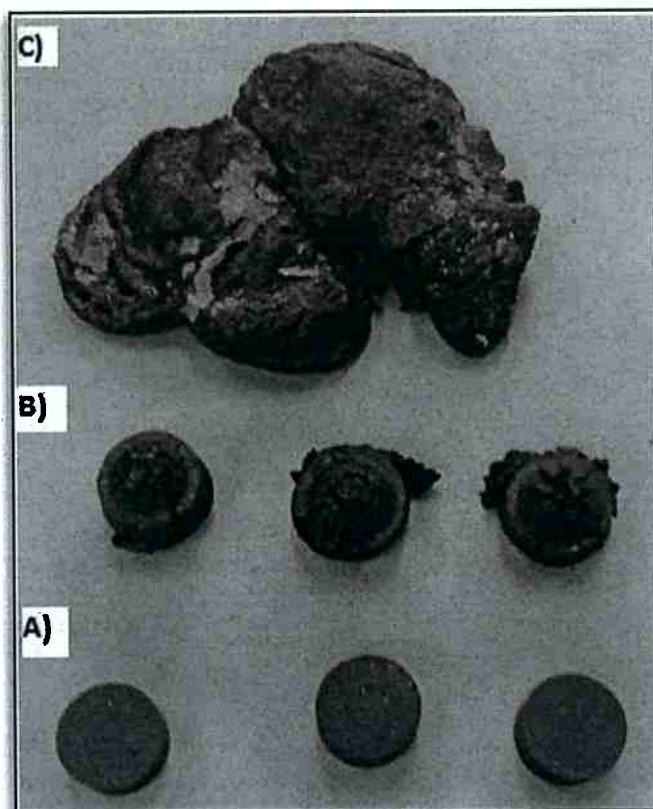


Figura 5 – Resinas Curadas A) 5% de resina B) 15% de resina C) 40% de resina

Como a figura 4 mostra, após a cura, as amostras com 15% representadas pela legenda B) apresentaram rachaduras na parte superior, possivelmente causada pelo escape de gases e as amostras com 40% representadas pela legenda C) possivelmente se fluidizaram excessivamente e acabaram por perder a forma de briquete e se consolidaram em uma massa única, leve e de aparência esponjosa.

Um briquete de 5% e um briquete de 15% de resina foi cortado ao meio. Uma metade foi submetida ao ensaio gravimétrico e a outra foi mantida para controle. Ambas as partes foram embutidas em resina polimérica e submetidas a tratamento metalográfico.

4.1.1. Ensaio Gravimétrico

Para o ensaio gravimétrico, um pedaço das amostras de 5% e 15% foram cortados e ensaiados separadamente. Basicamente, as amostras eram carregadas no forno e este era programado para atingir 1000°C em sua velocidade máxima de aquecimento, e as massas dos materiais foram tomadas de acordo com a seguinte Tabela 2:

Tabela 2 – Tabela de Ensaio Gravimétrico de Briquete contendo minério de ferro e resina polimérica

Tempo (min)	15% de Resina Polimérica	5% de Resina Polimérica
	Peso (gramas)	Peso (gramas)
0	7,13	9,01
1	6,95	8,8
2	6,72	8,6
3	6,45	8,5
4	6,31	8,45
5	6,22	8,35
10	5,98	8,21
15	5,87	8,05
20	5,77	8,01
25	5,7	7,99
30	5,66	7,99
35	5,61	8
40	5,6	8,02
45	5,57	8,05
50	5,54	8,07
55	5,51	-
60	5,49	-

Graficamente, temos:

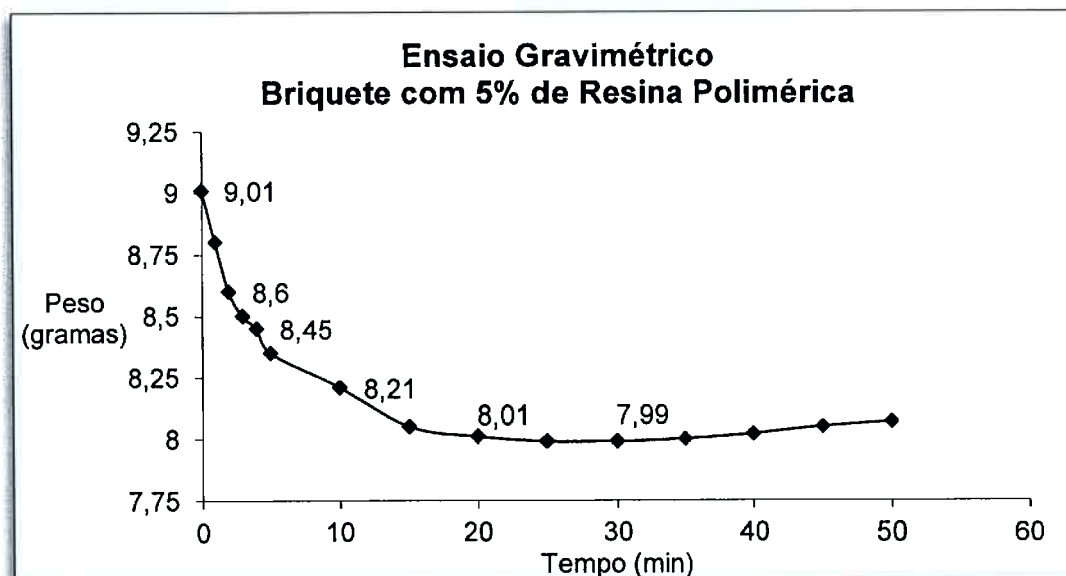


Gráfico 2 – Ensaio Gravimétrico de briquete com 5% de resina a 1000°C

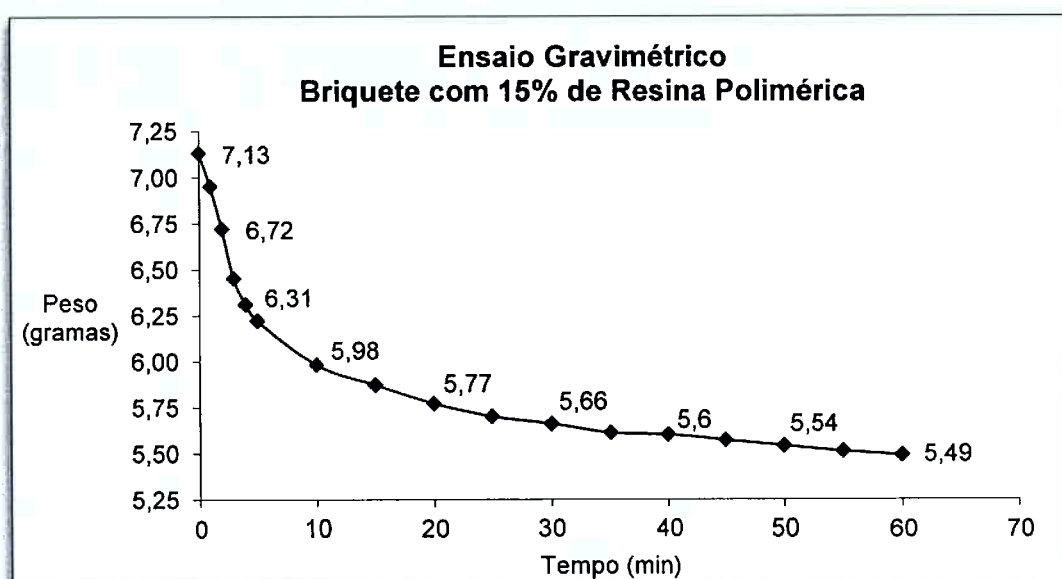


Gráfico 3 – Ensaio Gravimétrico de briquete com 15% de resina a 1000°C

À partir dos ensaios e gráficos resultantes (Gráfico 2 e Gráfico 3), foram calculadas as seguintes perdas de massa nos dados intervalos de tempo:

Tabela 3 – Perda de massa do ensaio gravimétrico

15% de Resina Polimérica		5% de Resina Polimérica	
0-10 minutos	10 a 30 minutos	0-10 minutos	10 a 30 minutos
-16,13%	-5,35%	-8,88%	-2,68%

Analisando-se a Tabela 3, pode verificar-se que, conforme esperado, o briquete contendo maior quantidade de resina polimérica apresentou uma maior perda de massa percentual (oriunda em grande parte da degradação da resina). Além disso, a perda de massa é consistentemente maior nos primeiros 10 minutos de ensaio, caindo para aproximadamente 30% de seu valor nos 20 minutos seguintes para ambos os casos.

4.2. Carvão Mineral Coqueificável

4.2.1. Primeiros Ensaio

A princípio, nosso objetivo contemplava poder entender o papel de algumas variáveis como pressão de briquetagem, percentual de carvão e velocidade de tratamento térmico (por exemplo) nas propriedades mecânicas do briquete. Entretanto, como poderá ser conferido a seguir, o trabalho teve que dar alguns passos para trás e tentar determinar como se obter coque nas condições de trabalho disponíveis.

Logo que o carvão cedido pela USIMINAS chegou à escola, um teste preliminar envolvendo 5%, 15% e 40% de carvão foi iniciado. As amostras foram briquetadas (Figura 6) e submetidas a um tratamento térmico em forno Brasimet com o seguinte perfil de temperatura:

Tabela 4 – Perfil de temperaturas seguido pelo forno Brasimet, após a terceira faixa de velocidade, o forno foi desligado.

Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Final (°C)	Tempo (minutos)	Velocidade de aquecimento (°C/min)
25	300	30	10
300	400	200	2
400	400	30	0

Foi observado que o produto subsequente ao tratamento era extremamente frágil e se “esfarelou” completamente (Figura 7).

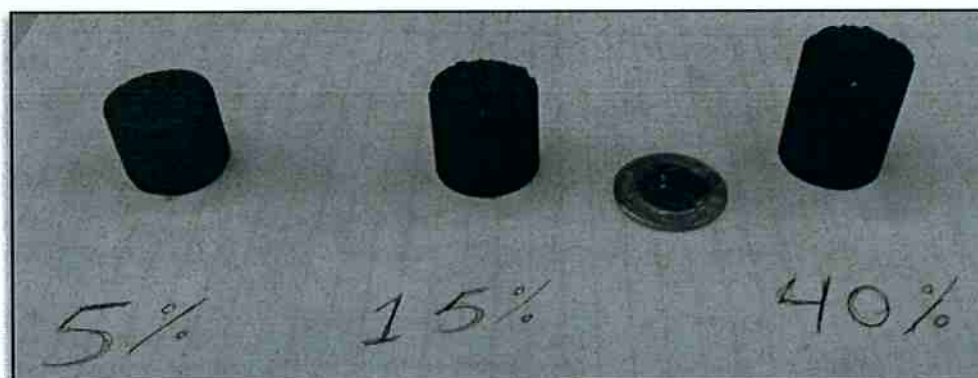


Figura 6 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de carvão logo após a briquetagem

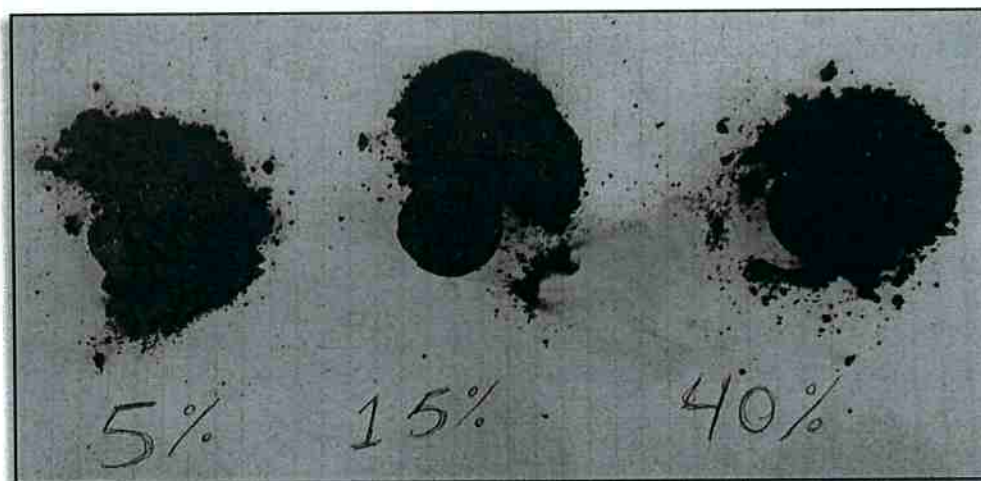


Figura 7 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de carvão após o tratamento térmico

Frente à tentativa frustrada, outra bateria de amostras foi preparada (Figura 8) e queimada (Figura 9), desta vez com 5%, 15% e 40% de minério de ferro.



Figura 8 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro logo após a briquetagem

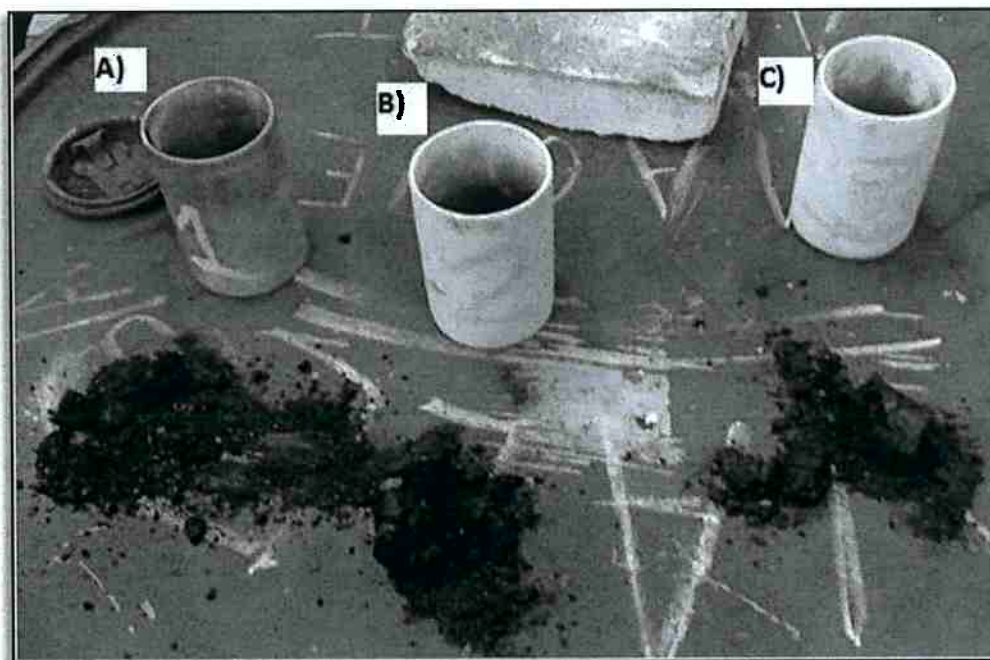


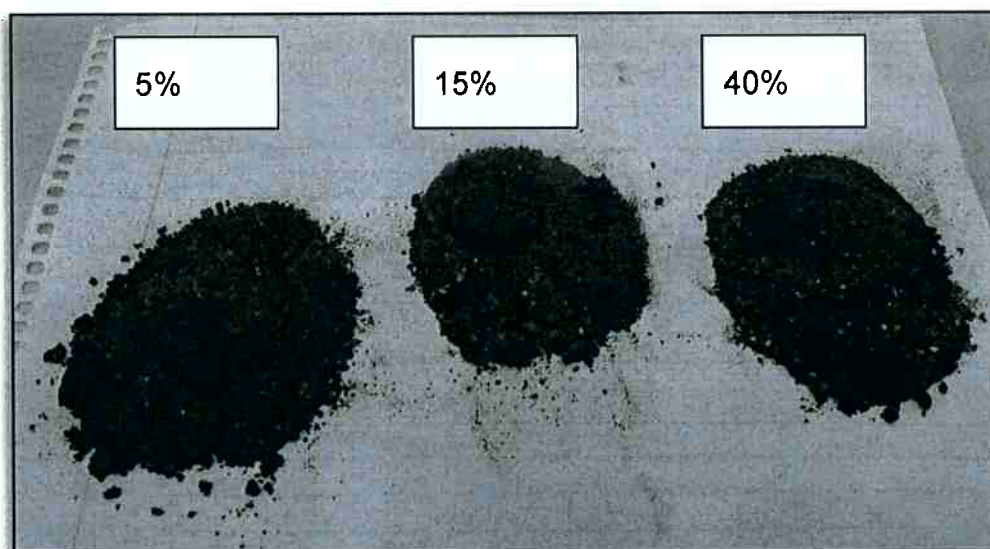
Figura 9 - Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro após o tratamento térmico

Nesta última tentativa do forno Brasimet, embora sempre houvésssemos utilizado uma atmosfera protetora de Nitrogênio, era possível observar traços de cinzas no material contido nos cadinhos. Indicando que havia ocorrido queima (**oxidação**) do carvão. Neste momento, ainda não havia sido notado que provavelmente, a temperatura atingida nos ensaios tinha sido insuficiente para a coqueificação do material.

Uma última tentativa foi feita moendo-se o carvão antes da briquetagem, os resultados foram semelhantes e podem ser conferidos na Figura 10 e Figura 11 abaixo:



**Figura 10 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro recém
briquetados, carvão finamente moído**



**Figura 11 – Briquetes contendo 5%, 15% e 40% de minério de ferro após o
tratamento térmico; carvão finamente moído**

Na tentativa de entender a razão da oxidação do material, cogitou-se que provavelmente, devido ao grande volume interno do forno **Brasimet**, a proteção de sua atmosfera deveria estar comprometida; como o **forno de ensaio gravimétrico** possui um volume muito menor, os ensaios seguintes foram direcionados para ele.

4.2.2. Ensaio Gravimétrico

No ensaio utilizando o forno gravimétrico, as amostras utilizadas eram de quantidade reduzida. Limitadas pela dimensão do cadinho, cada ensaio carregava tipicamente uma quantidade de material de aproximadamente 3 a 4 gramas.

Como a preocupação anterior havia sido com relação à atmosfera protetora, logo verificou-se que mesmo ensaiando pequenas quantidades de material, este saía intacto do ponto de vista de oxidação



Figura 12 – Amostra composta de 100% de carvão levada à 550°C

Neste forno, como existia a limitação da quantidade de material ensaiado, foram realizados ensaios apenas contendo carvão mineral, sem a adição de minério de ferro.

Logo viu-se (Figura 12) que o carvão mineral não saía completamente coqueificado, os indícios eram apenas uma leve aglomeração e a saída dos

voláteis que possuem forte odor e coloração característica (Figura 2).

O resultado de um ensaio de 2,959 gramas de carvão mineral levado de 300°C a 550°C em 25 minutos e mantido a 550°C por 40 minutos foi o seguinte:

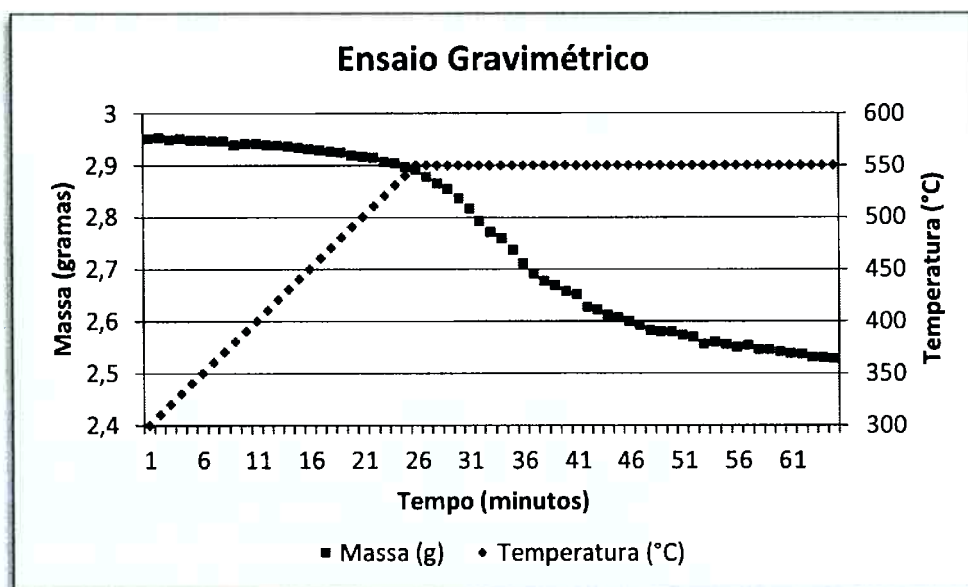


Gráfico 4 – Ensaio gravimétrico com tentativa de coqueificação



Figura 13 – Carga de carvão ensaiado no gravimétrico até 550°C

Conforme o Gráfico 4 mostra, a perda de massa foi de 14,6% e o material resultante saiu aglomerado porém com alta fragilidade (Figura 13).

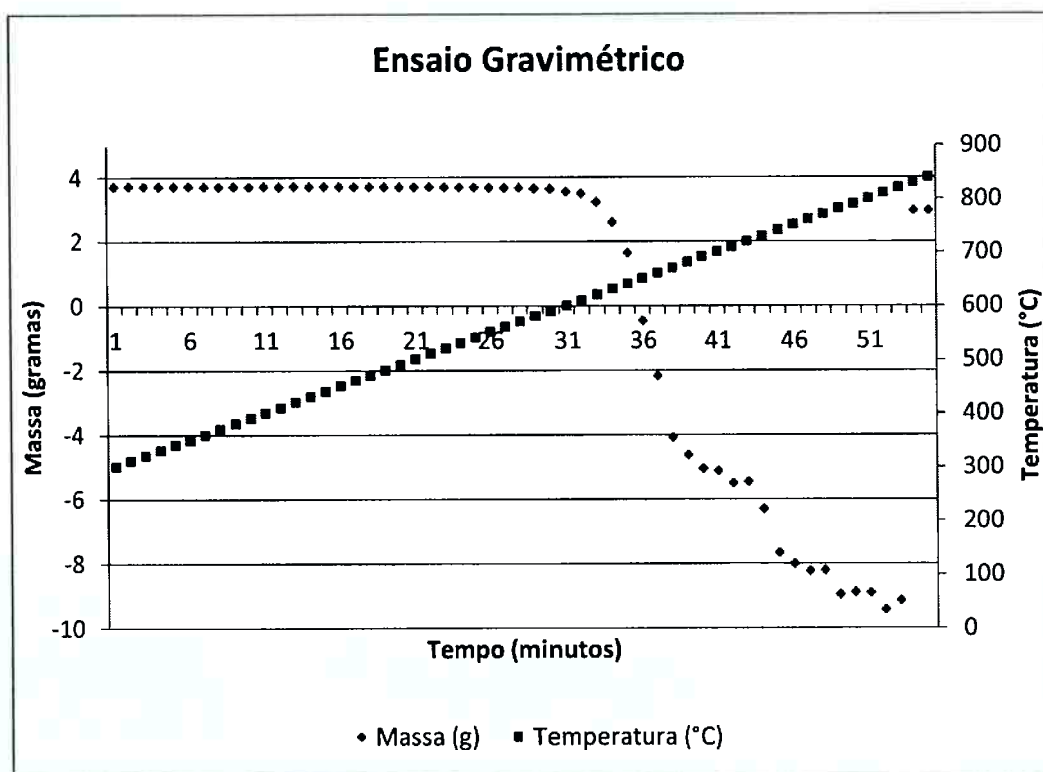


Gráfico 5 – Ensaio gravimétrico de uma amostra de 3,1 gramas de carvão levada até 850°C



**Figura 14 – Cadinho recém retirado do ensaio gravimétrico, aparente
“espumamento” do carvão liquefeito**

Ainda houve um ensaio com resultados não compreensíveis, possivelmente o carvão fluidizado “borbulhou” e aderiu-se à parede do forno, os resultados podem ser conferidas no Gráfico 5, claramente um defeito experimental, pois não obtivemos de maneira alguma massa negativa. Como a Figura 14 nos mostra, aparentemente o carvão atingiu um estágio de fluidização e devido ao rápido desprendimento de gases, uma “capa” esponjosa acabou se formando (semelhante ao ocorrido na Figura 5 C). Apenas ao final do experimento que se foi percebido que o fio de sustentação da amostra que a liga à balança estava frouxo. “Balançando” um pouco o fio, a amostra se desprende e a leitura voltou ao normal, indicando uma perda de massa de 20,1%.

Como as seguidas tentativas não resultaram em um material evidentemente coqueificado, a próxima aposta foi o **forno vertical tipo retorta**.

4.2.3. Forno Retorta

Após todas as tentativas frustradas de obtenção de uma aglomeração à quente que fosse convincente, o forno retorta foi testado pois: possui um sistema de aquecimento mais estável (visto que seu aquecimento se dá por placas cerâmicas aquecidas) e por conta da maneira que foi construído, o material volátil liberado pelo próprio carvão é responsável por gerar uma pressão positiva (com relação à atmosfera interna e externa), protegendo a amostra.

O primeiro ensaio mostrou-se extremamente promissor, foi adicionado carvão mineral em um cadinho, sem a adição de material inerte, sem qualquer processo de pressão e sem o controle da granulometria, o aquecimento foi realizado até 500°C.

O material resultante foi uma massa de material visivelmente coqueificado (Figura 15), com veios radiais e de cor acinzentada, de superfície homogênea (sem a aparência de grãos de terra) e com relativa resistência à fratura (o desmanche da massa com as mãos era razoavelmente difícil e as peças menores resistiam perfeitamente bem à ensaios de queda de 1,4 metros ou mais).

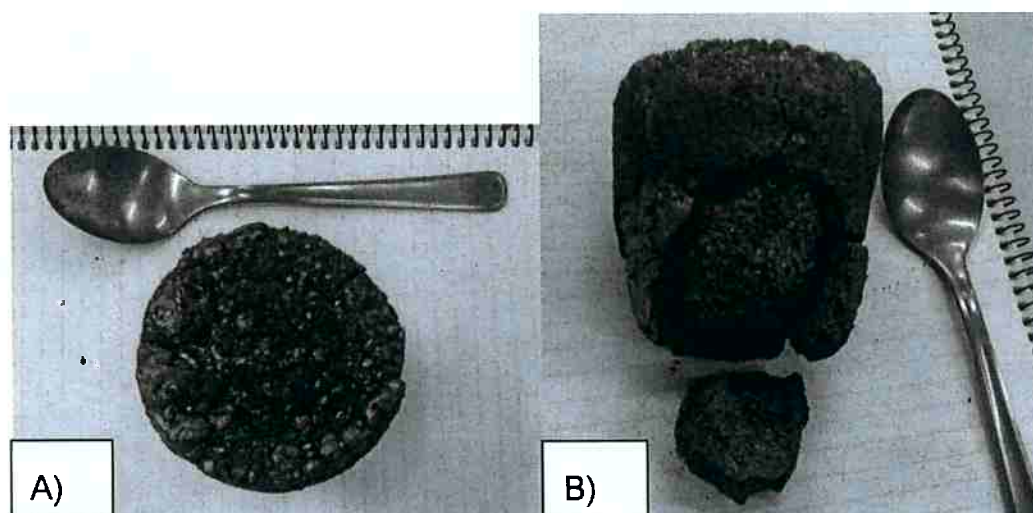
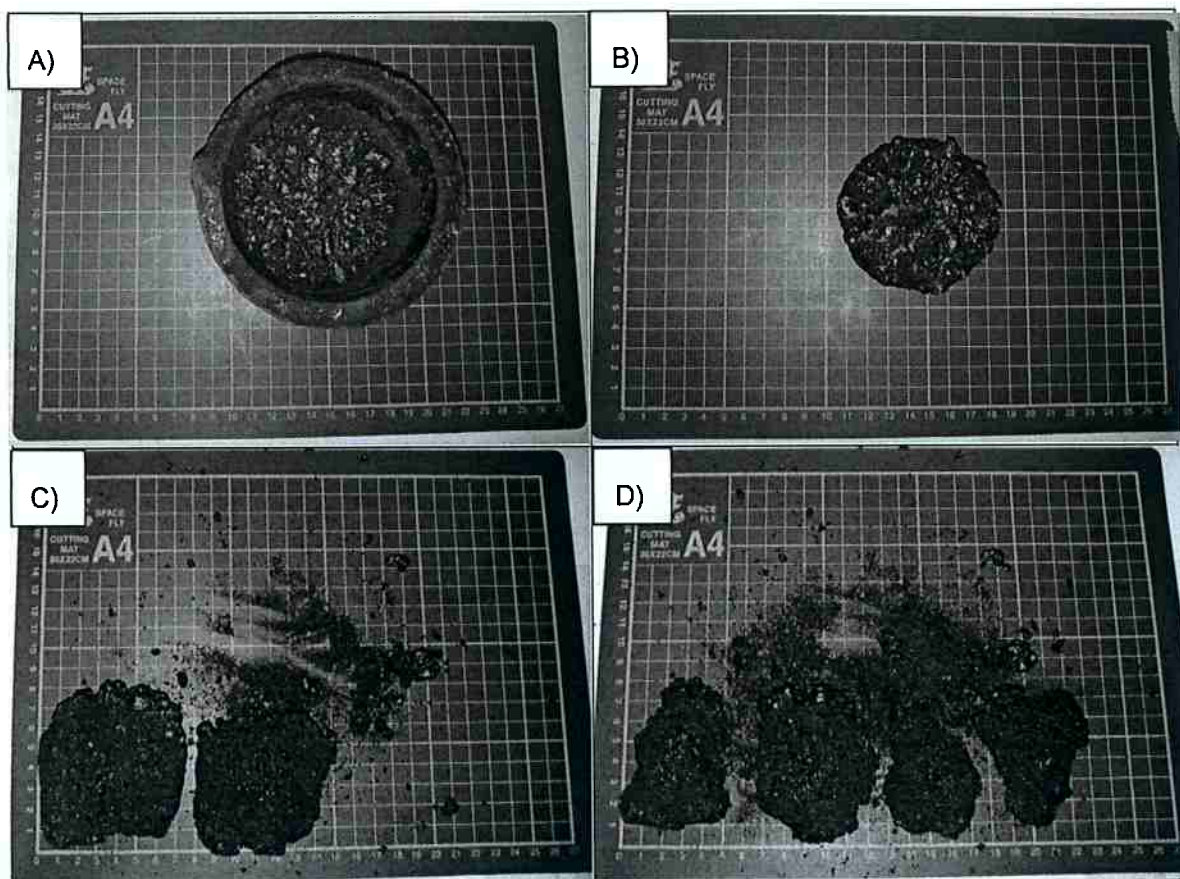


Figura 15 – Amostra 100% de carvão testada no forno de retorta, A) Detalhe para a superfície de topo com bolhas B) Detalhe para o volume interno composto por camadas

Frente aos resultados promissores, um novo ensaio com as mesmas condições foi feito, alterando-se apenas a presença de material inerte: a proporção entre carvão mineral e minério de ferro foi de 1:1 (totalizando 200 gramas de material ensaiado), os dois foram veementemente misturados e ensaiados durante 3 horas.

Os resultados foram os seguintes:



**Figura 16 – Amostra composta de de carvão mineral e minério de ferro (50%-50%)
ensaiada no forno de retorta**

Visualmente, a principal diferença entre a amostra deste experimento e do anterior é a coloração mais enegrecida desta amostra (a outra apresentava um tom acinzentado). No processo de “desmantelamento” da amostra, o esforço necessário foi razoavelmente menor que o esforço para fazer o mesmo com a amostra de 100% de carvão. Do ponto de vista das propriedades de aglomeração, o teor de ferro comporta-se como um material inerte. Consequentemente, espera-se que maiores concentrações de minério de ferro impliquem em uma menor integração.

Em determinado momento, os técnicos Rubens e Gilmar elaboraram e manufaturaram um conjunto cadinho-êmbolo feitos de aço. A idéia seria de um

dispositivo que possibilitasse a aplicação de pressão com o material ensaiado aquecido.

Surpreendentemente, como pode-se verificar na Figura 17, abaixo, o ensaio realizados exatamente da mesma maneira que os anteriores (foi testada uma mistura de 50% de carvão mineral com 50% de minério de ferro, totalizando uma massa de 200 grama), exceto pela pressão aplicada, teve resultado aquém.

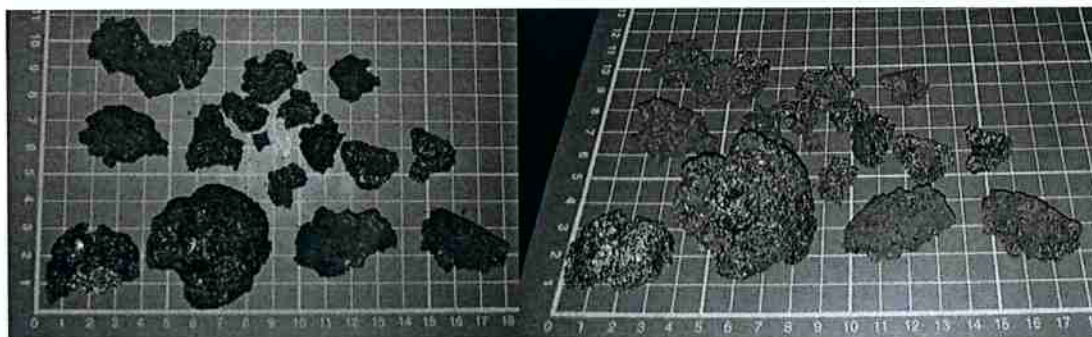


Figura 17 – Amostra desmantelada composta por 50% de carvão mineral e 50% de minério de ferro, levados à 600°C no forno de retorta

Possivelmente, nos deparamos com a seguinte situação:

1. O carvão aquecido começa a se liquefazer e liberar voláteis
2. O coalescimento de uma “bolha” de gás começa a se formar no interior do cadinho, empurrando o êmbolo para cima e o material liquefeito para as bordas do cadinho
3. Conforme o forno é resfriado, o carvão se solidifica e mantém o êmbolo elevado e formando um vazio no interior da amostra

A resistência mecânica da amostra era consideravelmente menor, bem como a sua densidade. Além disso, ela sequer conseguiu resistir sua remoção

do cadinho de aço sem ser despedaçada. Avaliando o raciocínio anterior e as evidências obtidas, as experiências seguintes foram feitas reduzindo-se a quantidade de material ensaiado para 140 gramas e 40 gramas.

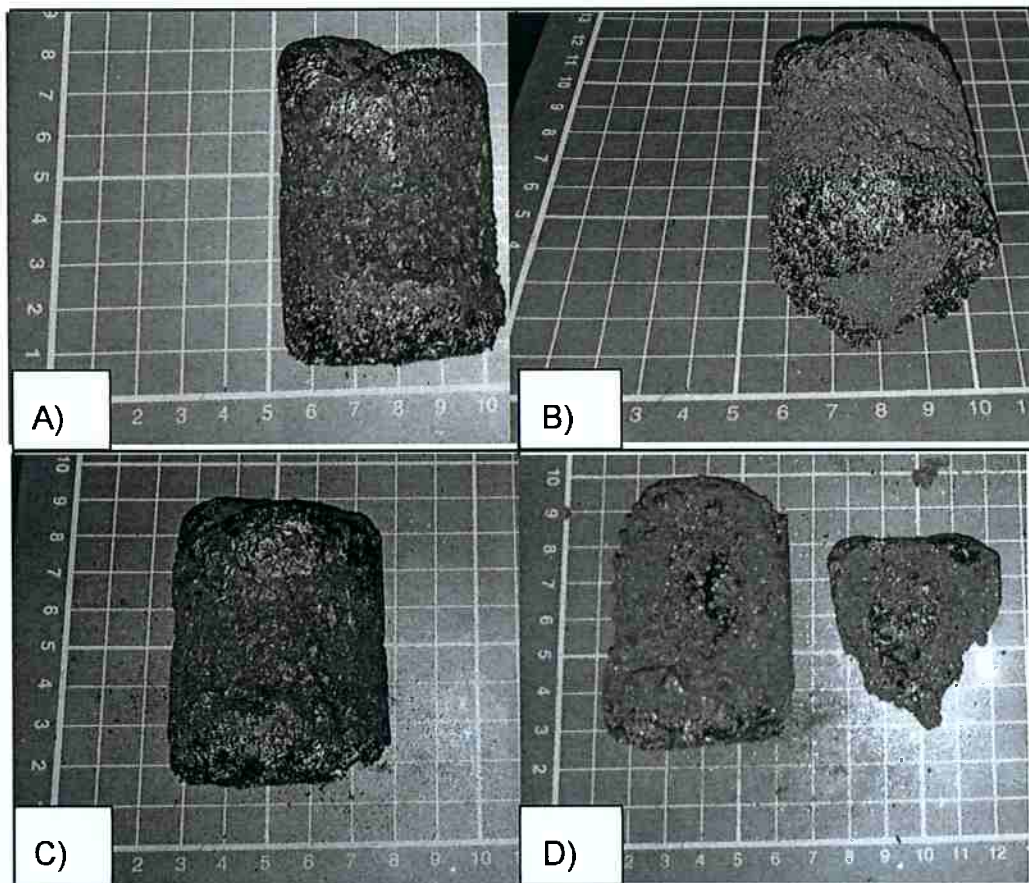


Figura 18 – Amostra contendo 50% de carvão e 50% de minério de ferro (massa total de 140 gramas), ensaiados a 600°C no forno de retorta, com aparato de pressão.

Ainda que dessa vez a amostra tenha resistido sua retirada do cadinho de aço, o material apresentava fragilidade na superfície e embora que não seja possível ver claramente, a Figura 18 – D mostra um vazio provavelmente formado pelo acúmulo de gases voláteis.

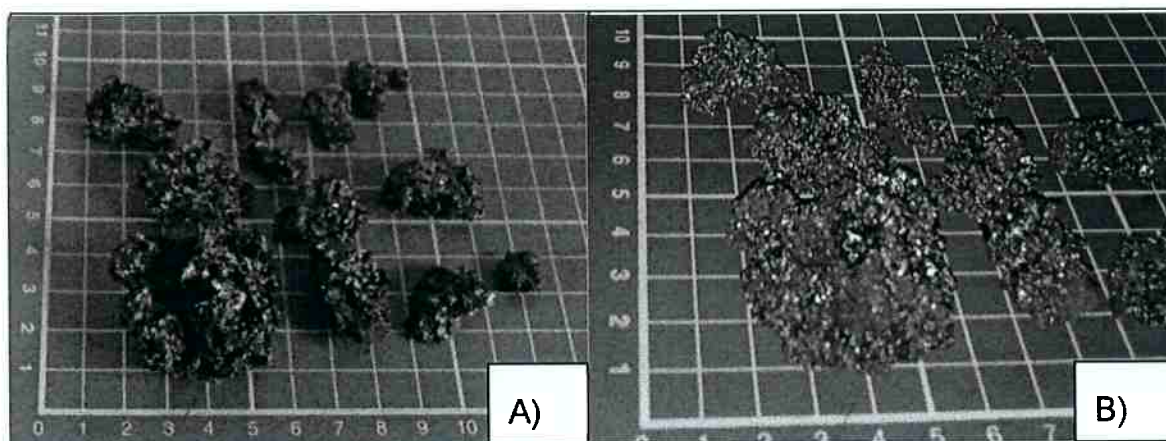


Figura 19 – Amostra contendo 50% de carvão e 50% de minério de ferro (massa total de 40 gramas), ensaiados a 600°C no forno de retorta, com aparato de pressão.

O resultado da próxima amostra foi surpreendentemente o contrário ao esperado, a massa ensaiada foi reduzida substancialmente, portanto a quantidade de voláteis desprendidos certamente foi menor. Entretanto, a amostra (Figura 19) sequer manteve formato de um briquete, apresentando-se extremamente quebradiça.

4.2.4. Briquetagem a quente

Na perspectiva de futuramente termos um processo de briquetagem que pudesse aproximar-se a um processo de fabricação menos manual e mais automatizado, foram realizadas tentativas de briquetagem a quente. A primeira de todas envolveu 20 gramas de carvão mineral que permaneceu por 15 minutos na estufa à 150°C e 20 gramas de minério de ferro mantido no forno do tipo mufla da **Grion** à 600°C dentro do cadinho de aço. Em seguida, o cadinho foi retirado do forno, a massa de carvão foi adicionada e misturada, para então ser inserido o êmbolo adicionando pressão ao sistema. O êmbolo

foi mantido por 10 minutos e a amostra mantida em repouso.

Após resfriar ao ar livre, a amostra resultante saiu basicamente em forma de pó, as poucas aglomerações resultantes estão registradas na Figura 20 abaixo:

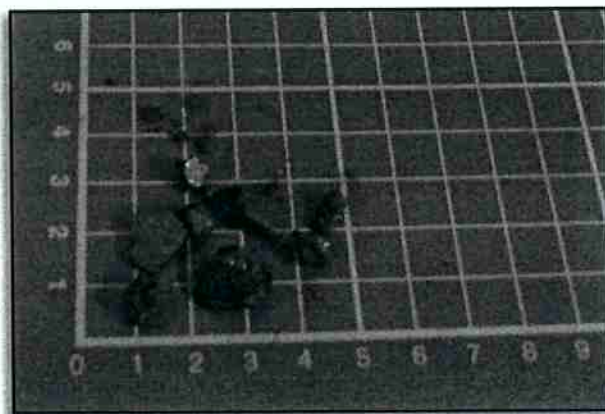


Figura 20 – Amostra composta de 50% carvão, 50% minério de ferro briquetada a quente.

Devido à grande quantidade de material resultante ainda na forma de pó, acreditou-se que faltou energia para que o carvão mineral se liquefizesse. Assim, outra tentativa foi realizada nos mesmos parâmetros da anterior, mas desta vez o forno foi elevado até 850°C. Os resultados estão registrados na Figura 21 abaixo:



Figura 21 – Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetado a quente, com uso do forno Grion a 850°C

Pode-se ver que a aglomeração foi realmente maior, mas ainda muito aquém da desejada, com pequenas aglomerações frágeis e de baixo volume.

Frente aos resultados insatisfatórios, foi proposto por este estudante que ao pressionarmos a mistura aquecida com o êmbolo, o carvão que se encontra amolecido deveria aderir à superfície do êmbolo. No momento em que o êmbolo era elevado, haveria uma tendência natural em formar-se um “vácuo”, gerando um vazio na massa amolecida.

Portanto, a próxima experiência ocorreu com as mesmas condições exceto pelo manutenção do êmbolo até o final do resfriamento.



Figura 22 – Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetada a quente, forno Grion a 850°C com manutenção da pressão até o resfriamento total

Após o resfriamento do material, viu-se que o sistema êmbolo-cadinho de aço estava extremamente aderido um ao outro, após considerável esforço para o desprendimento, foram obtidas inúmeras aglomerações menores (Figura 22) com uma certa resistência mecânica, entretanto ainda insuficiente.

Para poder entender o papel da pressão exercida no processo de briquetagem, um outro ensaio foi realizado ao mesmo tempo que o anterior, com o mesmo material de partida e as mesmas condições de preparação. A diferença residiu na completa ausência de pressão, o minério de ferro aquecido foi misturado com o carvão mineral e apenas cobertos para evitar possíveis oxidações.

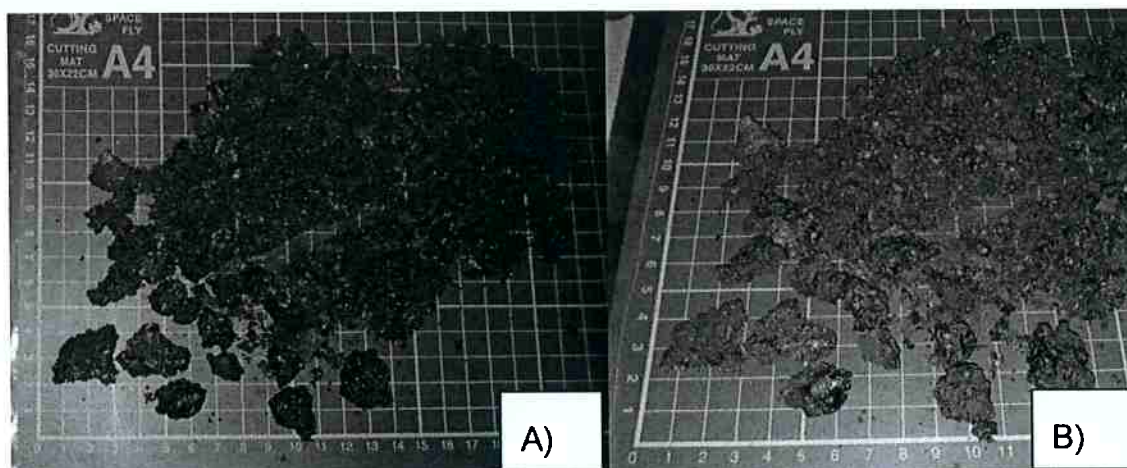


Figura 23 - Amostra composta por 50% carvão e 50% minério de ferro, briquetada a quente, forno Grion a 850°C misturada e não briquetada.

A amostra resultante possuía alguns pedaços aglomerados, mas novamente, nada que fosse muito promissor.

4.2.5. Forno Tipo Mufla

Depois de acumular experiência sobre o processo de coqueificação, o forno tipo Mufla foi utilizado novamente. Entretanto, alguns cuidados foram tomados com relação ao uso anterior. O carvão não foi deixado na estufa por um período prolongado, apenas 20 ~ 30 minutos antes de ser utilizado.

O carvão foi finamente moído, com uso de pilão e almofariz, numa granulometria de 100 MESH. Para contornar a contaminação da atmosfera do forno pelo oxigênio e a queima do carvão, foi utilizado o método de proteção por carvão vegetal. As amostras ensaiadas foram colocadas em um cadinho, completamente coberto por carvão vegetal. Vale atentar ao fato que realmente uma camada superficial de aproximadamente uma polegada (1") de carvão

vegetal sofria oxidação e que próximo à amostra não havia qualquer vestígio de cinzas.

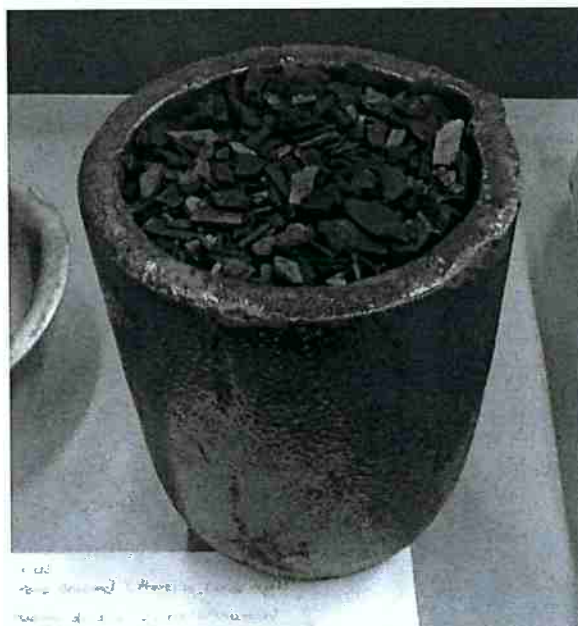


Figura 24 – Cadinho com proteção de carvão vegetal para evitar oxidação

Foram testadas variadas concentrações de carvão-minério de ferro, visualmente todas tiveram aproximadamente a mesma integridade. Por vezes, rachaduras ao longo do perímetro do briquete eram observadas. Relacionadas, talvez, à pressão de briquetagem. Uma das hipóteses é que uma pressão de briquetagem excessiva pode levar à tensões residuais que uma vez aliviadas (no tratamento térmico), podem gerar as trincas.

Outro ponto estudado foi a temperatura de tratamento térmico, no forno Brasimet. À taxa de 2 graus/minuto e manutenção de 1 hora após atingido o patamar de 500 ou 850°C, foram ensaiadas amostras briquetadas com o intuito de verificar-se suas resistências mecânicas à compressão e seu comportamento perante o ensaio de redução.

Baseado nos resultados obtidos até o momento, uma caracterização qualitativa a respeito das propriedades mecânicas das amostras foi realizada, simplesmente verificando se as amostras eram capazes de ser removidas de suas formas (abalroamento) e resistentes ao manuseio (esfarelamento). Os resultados, inclusive destas últimas amostras obtidas no forno mufla estão retratados na Tabela 5, abaixo:

Tabela 5 – Relação das experiências e caracterização qualitativa

Amostra	Composição	Temperatura Final do Forno	Abalroa	Esfarela na mão
1	5% de resina CR9611 - 95% minério de ferro	180°C	não	não
2	15% de resina CR9611 - 85% minério de ferro	180°C	não	não
3	40% de resina CR9611 - 60% minério de ferro	180°C	-	não
4	5% de carvão - 95% minério de ferro	400°C	não	sim
5	15% carvão - 85% minério de ferro	400°C	não	sim
6	40% carvão - 60% minério de ferro	400°C	não	sim
7	60% carvão - 40% minério de ferro	400°C	não	sim
8	85% carvão - 15% minério de ferro	400°C	não	sim
9	95% carvão - 5% minério de ferro	400°C	não	sim
10	100% carvão sem pressão no retorta	600°C	não	não
11	15% de ferro sem pressão no retorta	600°C	não	não
12	50%-50% sem pressão retorta	600°C	não	não
13	50%-50% com pressão retorta	600°C	não	sim
14	50%-50% com pressão retorta, 50% da massa	600°C	não	não
15	50%-50% com pressão retorta, 25% da massa	600°C	não	não
16	Briquetado fora do forno, 50%-50%	850°C	sim	sim
17	Misturado ao ar sem pressão	850°C	sim	sim
18	Briquetado fora do forno, pressão mantida, 50%-50%	900°C	sim	sim
19	50%-50% sem pressão, coberto por carvão vegetal no Brasimet	450°C por 3h30	sim	sim
21	Briquetado fora do forno	500°C	sim	sim
22	35% carvão-65% minério de ferro mistura no cadinho de aço e briquetado a 8ton	450°C	sim	sim
23	Protegido por carvão vegetal, briquetado, 70% minério de ferro-30% carvão	850°C Brasimet	não	não
24	Protegido por carvão vegetal, briquetado, 70% minério de ferro-30% carvão	500°C Brasimet	não	não

Assim, foram escolhidos para ensaios os briquetes das amostras 23 e 24, por apresentarem melhor integridade, formato semelhante e proporção entre carvão e minério de ferro interessante do ponto de vista metalúrgico.

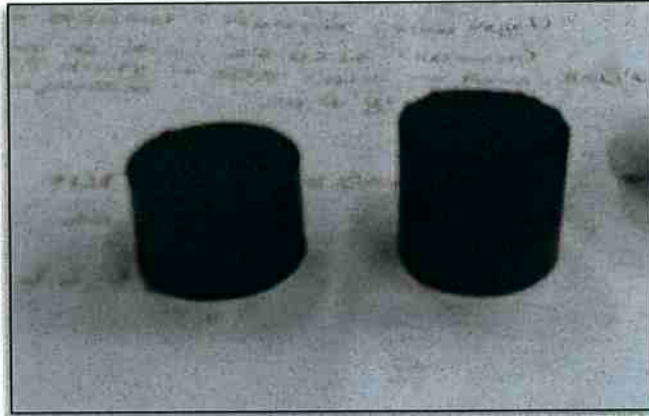


Figura 25 – Amostras 23 e 24 a esquerda e direita respectivamente

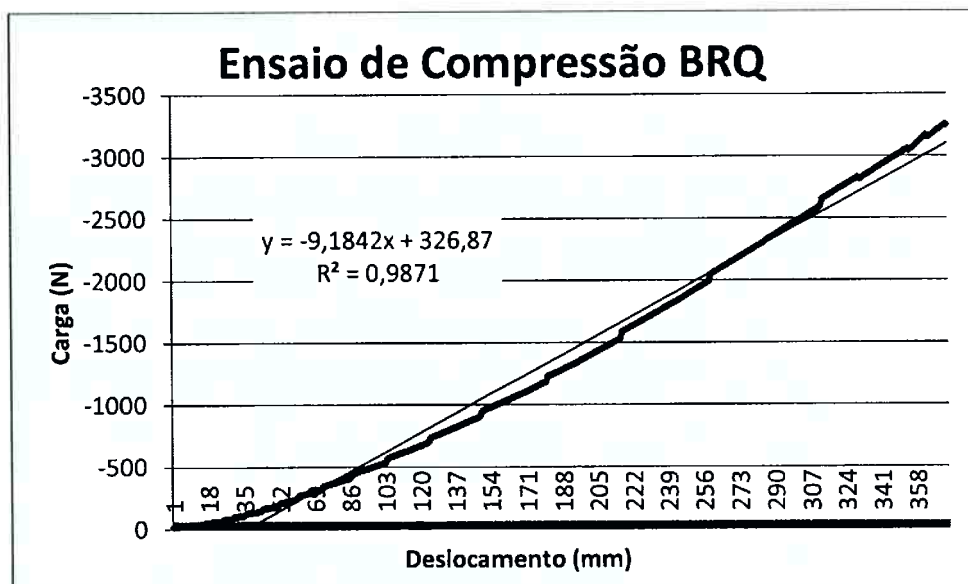


Gráfico 6 – Ensaio de compressão da amostra como briquetada

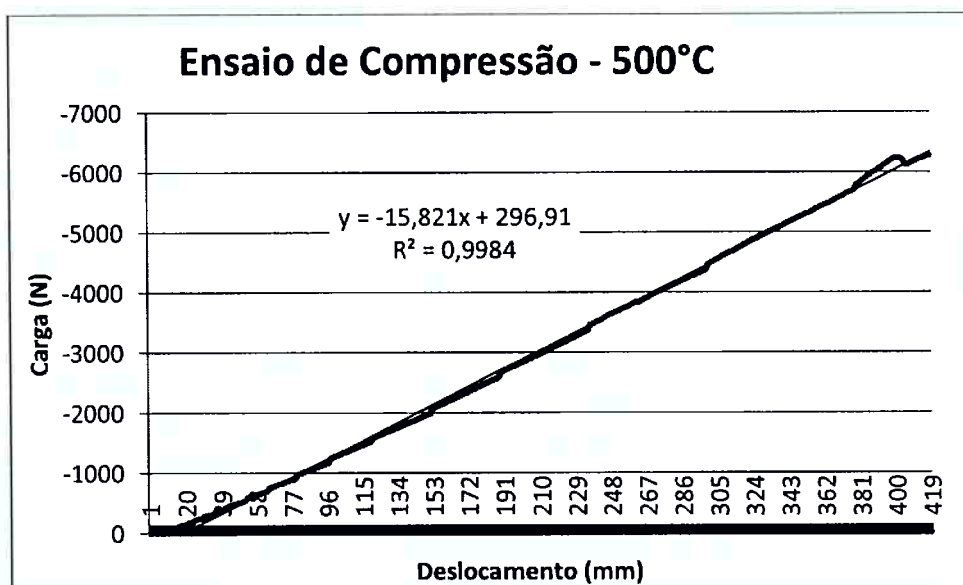


Gráfico 7 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 500°C

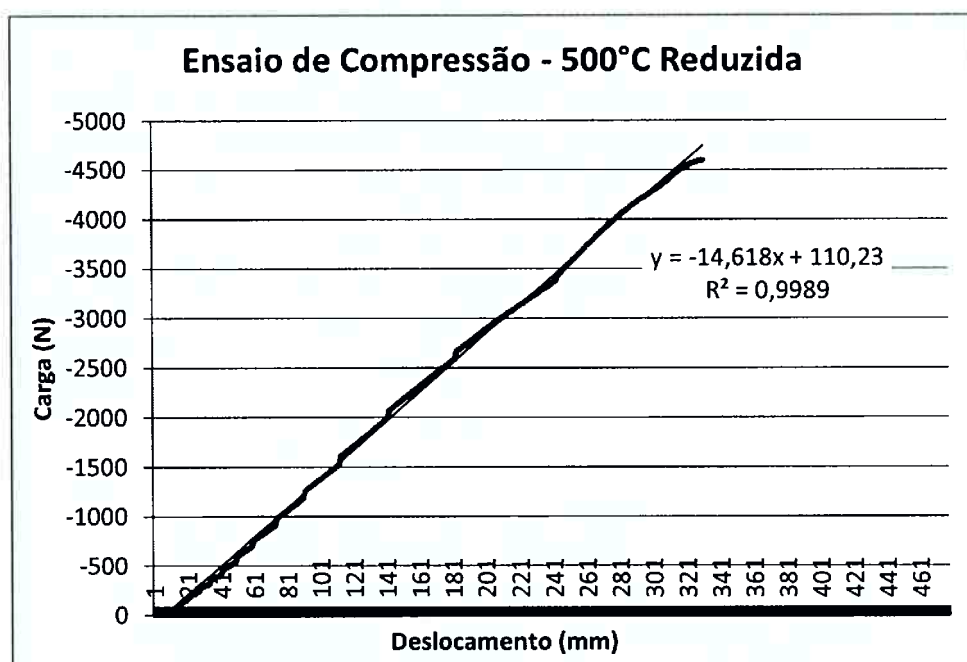


Gráfico 8 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 500°C e reduzida à 1050°C

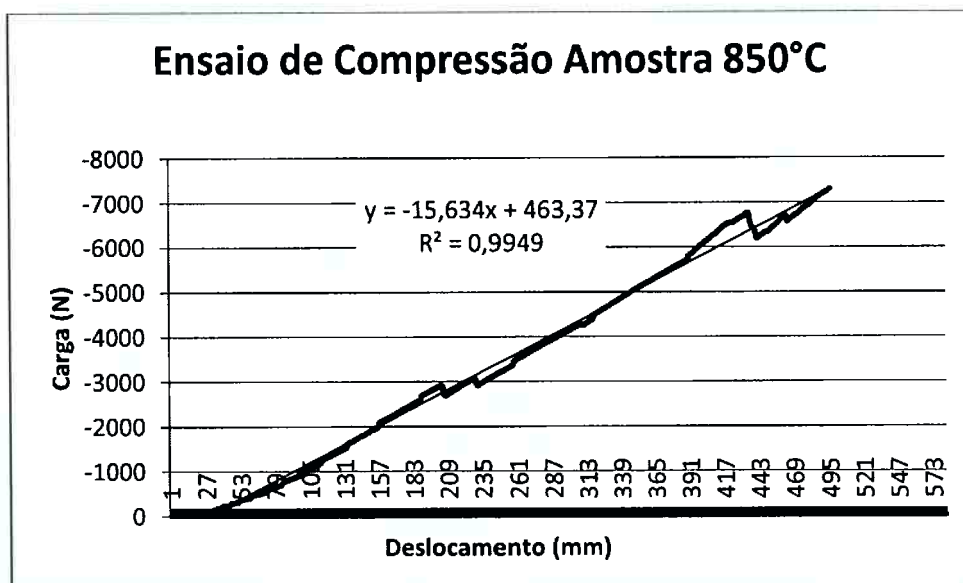


Gráfico 9 – Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 850°C

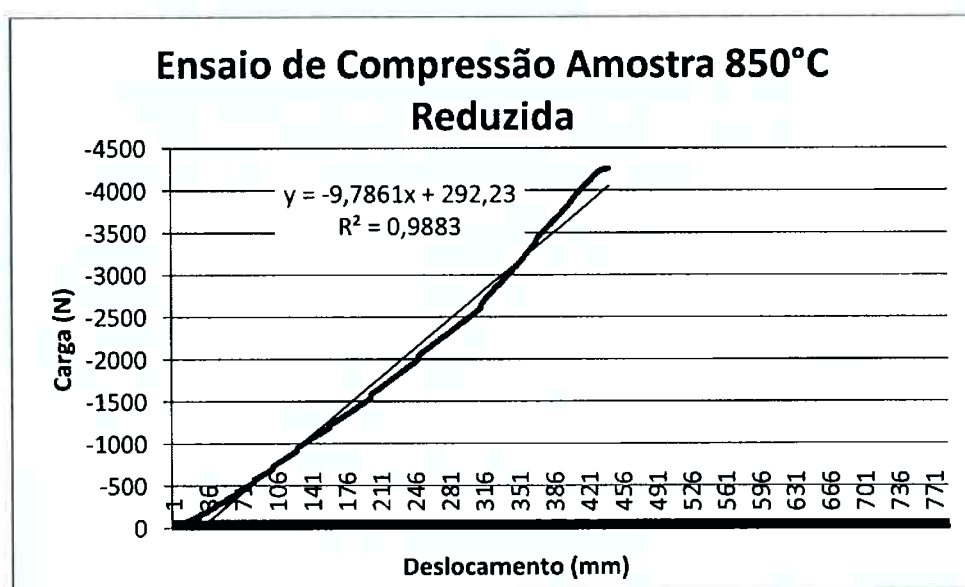


Gráfico 10 - Ensaio de compressão da amostra tratada termicamente à 850°C e reduzida à 1050°C

Tabela 6 – Relação de carregamentos máximos suportados nos ensaios de

compressão

Amostra	Carga Máxima (N)	MPa	Módulo de Young
500°C sem redução	6.129	12,1	15,8
500°C reduzida	4.565	9,0	14,6
850°C sem redução	6.835	13,5	15,6
850 red°C reduzida	4.207	8,3	9,8
Apenas briquetada	3.248	6,4	9,2

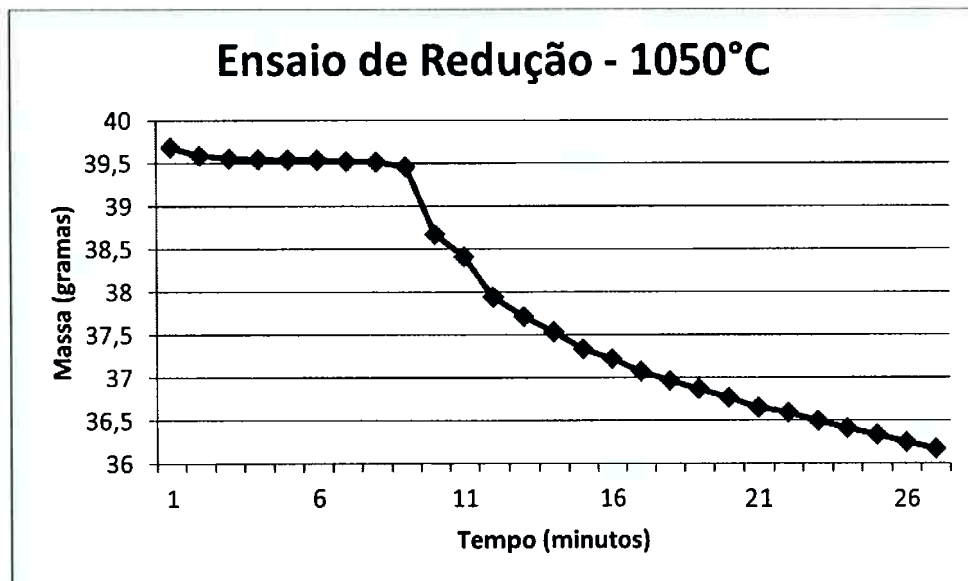


Gráfico 11 – Ensaio de redução gravimétrico após Brasimet a 500°C. Briquete 70% minério de ferro – 30% carvão.

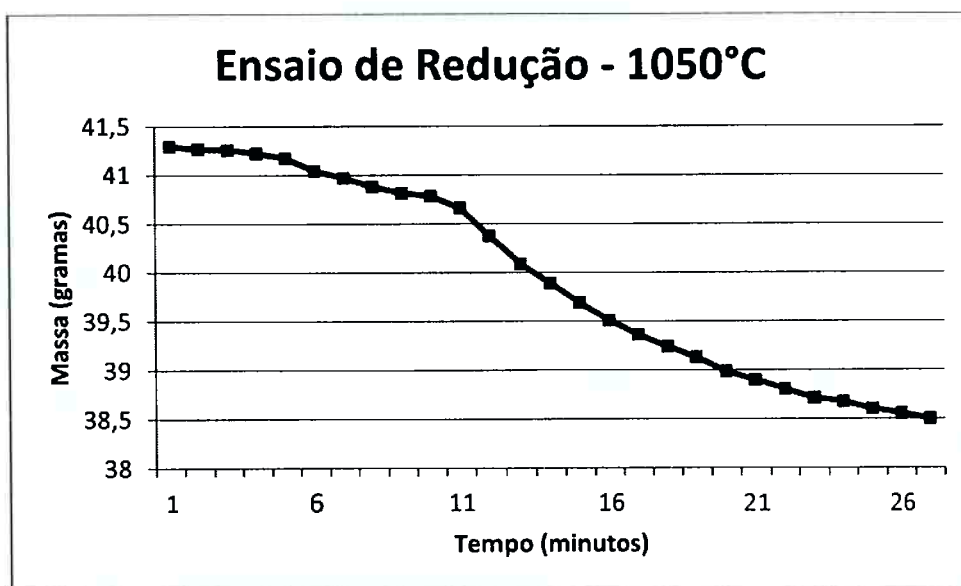


Gráfico 12 - Ensaio de redução gravimétrico após Brasimet a 850°C. Brique de 70% minério de ferro – 30% carvão.

Dos ensaios de redução e dos gráficos resultantes das experiências, pode-se concluir que a perda de massa foi mais acentuada na amostra que passou pela temperatura máxima de 500°C do que aquela que passou pela temperatura máxima de 850°C. Fato já esperado, dado que provavelmente ainda havia material volátil presente e que a amostra de 850°C deve ter sofrido redução parcial.

Com relação ao ensaio de compressão, averiguou-se que o processo de redução diminuiu a carga máxima suportada (tensão compressiva de ruptura), que para ambos briquetes tratados termicamente em forno Brasimet tinham semelhante valor de tensão máxima suportada, pressão e módulo de Young. O valor mais baixo de resistência mecânica foi da amostra apenas briquetada, assim, pode-se especular que o tratamento térmico a temperaturas em torno de 850 °C melhora as propriedades mecânicas por conta da coqueificação e melhoria na interação das partículas. Uma vez reduzido, o

briquete deve ter sua integridade estrutural comprometida por conta da produção de gases e perda de material de coesão (o carbono).

Um ponto interessante, é a variação da densidade das amostras antes e após a redução. A densidade da amostra 500°C Brasimet foi densificada, já a amostra 850°C Brasimet perdeu densidade. Tais informações foram compiladas na Tabela 7 (estão dispostas as densidades iniciais relativas ao estado logo após o tratamento térmico a 500 °C ou 850°C, e as densidades finais relativas ao estado após o ensaio gravimétrico), abaixo:

Tabela 7 – Dados de entrada e saída dos ensaios gravimétricos

	500 °C Brasimet	850°C Brasimet
Densidade Inicial (g/cm ³)	1,75	1,92
Densidade Final (g/cm ³)	1,83	1,68
Massa Inicial	14,35	14,66
Massa Final	10,57	11,91
Perda de Massa	26,3%	18,8%

As amostras foram embutidas e passaram por metalografia (sem ataque químico), com o intuito de identificar-se as alterações ocorridas durante a etapa de tratamento térmico e redução, apresentando as imagens a seguir:



Figura 26 – Metalografia da amostra recém briquetada

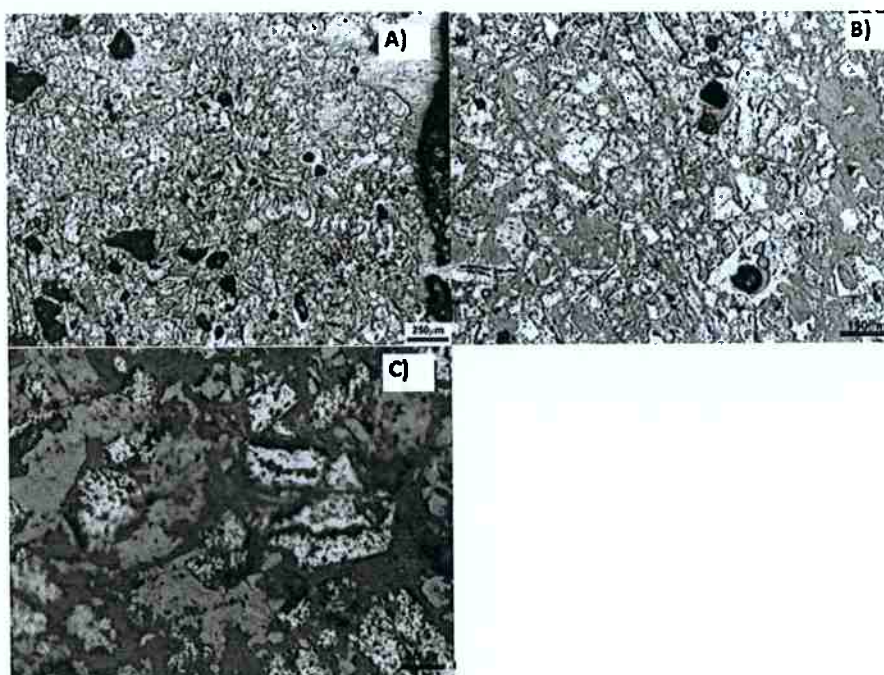


Figura 27 – Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 500°C em forno

Brasimet. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x

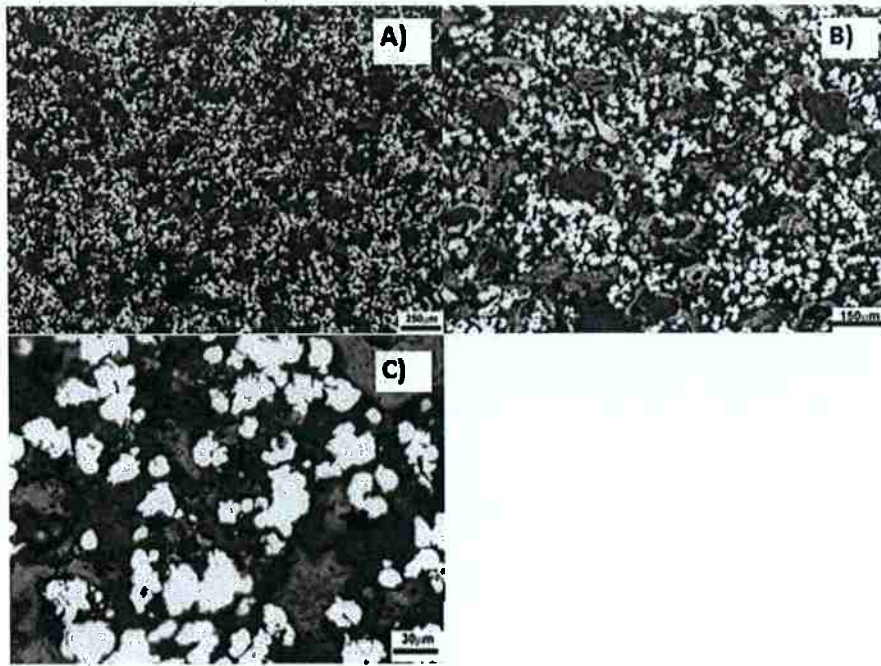


Figura 28 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 500°C em forno Brasimet e reduzida em ensaio gravimétrico a 1050°C. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x

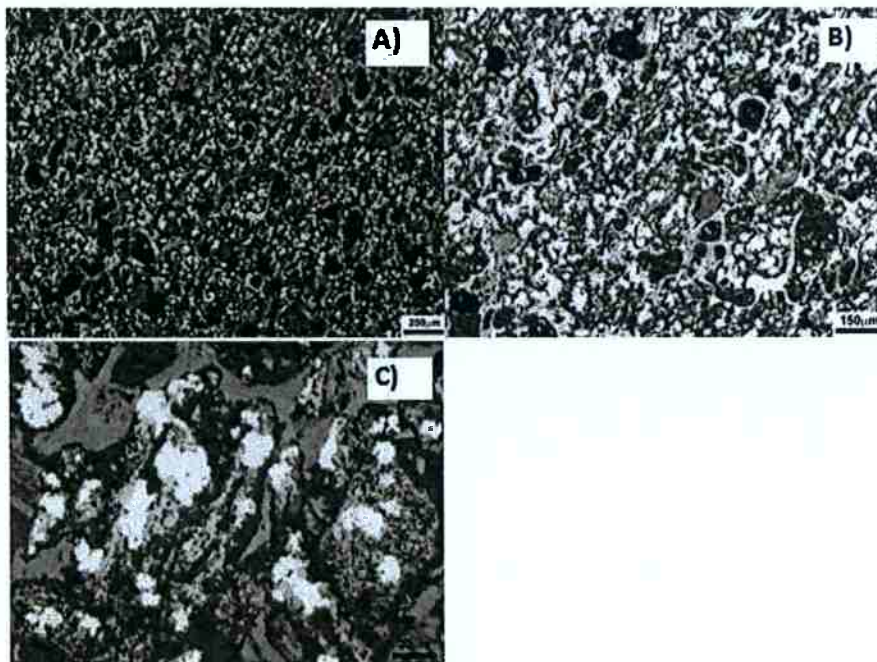


Figura 29 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 850°C em forno Brasimet. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x

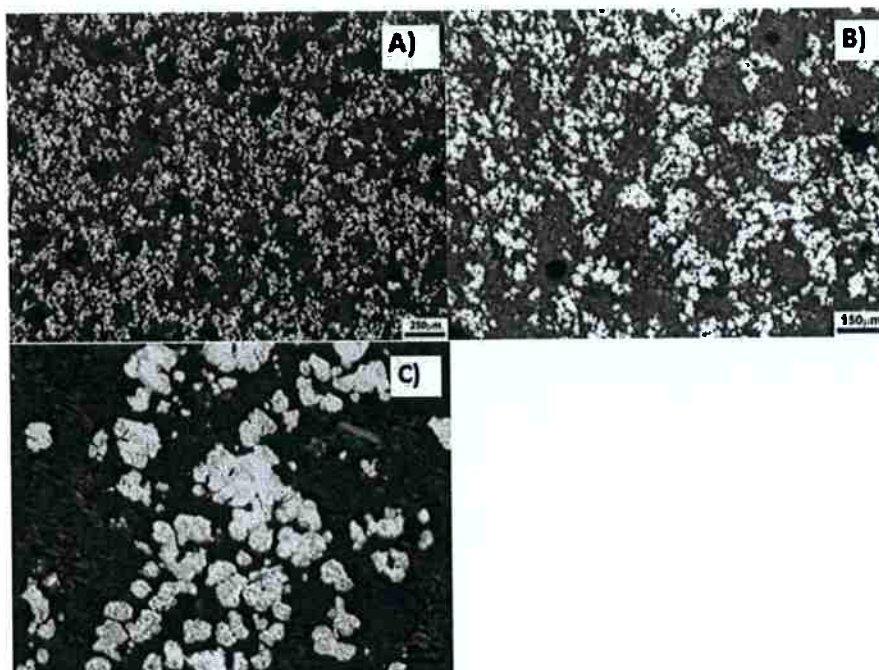


Figura 30 - Metalografia da amostra que foi tratada termicamente a 850°C em forno Brasimet e reduzida em ensaio gravimétrico a 1050°C. A) Aumento de 50x, B) Aumento de 100x, C) Aumento de 500x

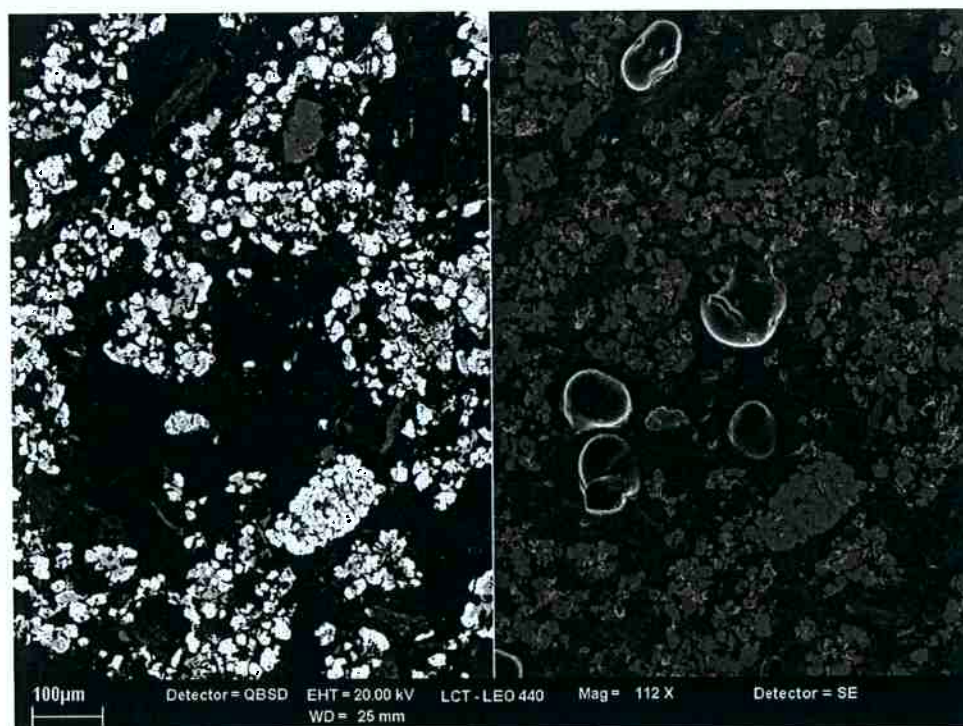


Figura 31 – Microscopia eletrônica com aumento de 112 vezes da amostra tratada termicamente à 500°C e reduzida

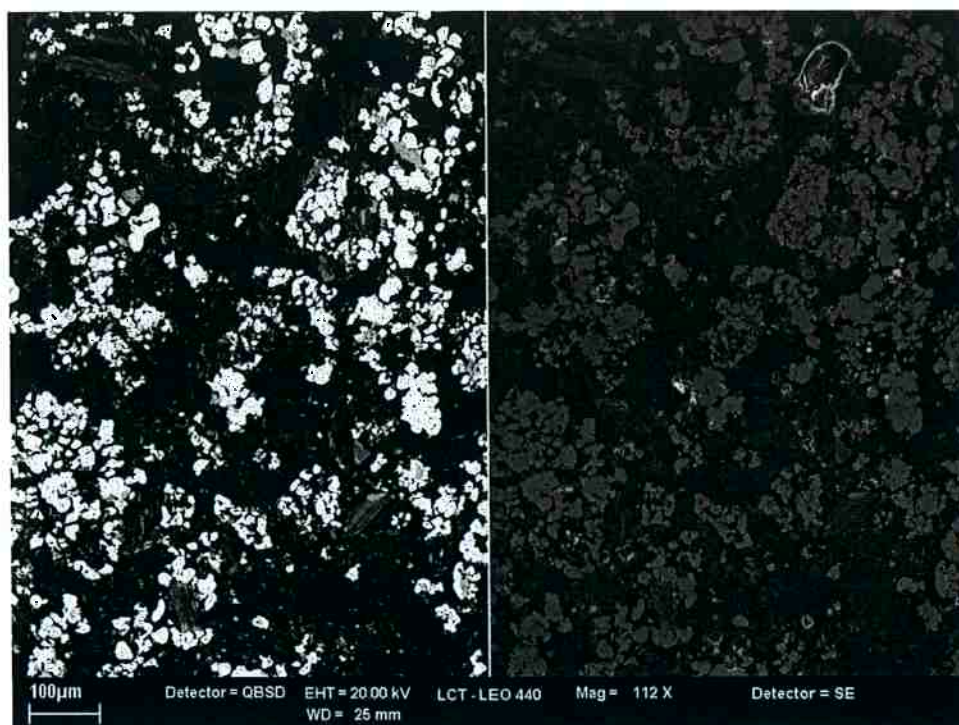


Figura 32 – Microscopia eletrônica com aumento de 112x da amostra tratada termicamente à 850°C e reduzida

Em primeiro lugar, vale observar o quão distinta é a Figura 27 das demais, trata-se da amostra tratada termicamente à 500°C em forno Brasimet, entretanto sem sofrer a redução. Em contraste com a Figura 28, pode-se concluir que a estrutura que contém ferro reduzido é razoavelmente distinta. A microscopia eletrônica das duas amostras (Figura 31e Figura 32) não trouxe conclusões mais profundas sobre a questão, pode-se ver que não existe

Comparativamente, a Figura 28 e a Figura 30 são extremamente similares, conforme o esperado, já que são amostras reduzidas à 1050°C, com indícios convincentes de ferro reduzido. Surpreendentemente, a Figura 29, apresenta uma estrutura similar, quiçá intermediária à da Figura 27 com as demais.

5. Conclusões.

Após a tentativa de obtenção de aglomerados de diversas maneiras, alguns parâmetros de processo foram identificados e sua influência estudada.

- Quando utilizada a resina polimérica, observou-se que o uso restrito da mesma proporcionou melhores resultados, possivelmente no processo de cura, a liberação de gases gerou descontinuidades no material.
- O forno de ensaio gravimétrico não se mostrou um bom método para coqueificação, suspeita-se que a baixa quantidade de material ensaiado possa ter um papel deletério no processo.
- Com granulometria não controlada, a crescente adição de minério de ferro age como material inerte, piorando a integridade do briquete do ponto de vista mecânico.
- O processo de briquetagem à quente, com todos ingredientes aquecidos separadamente e prensados ao ar livre, mostrou-se de alta complexidade, uma vez que a mistura à quente, rápida e homogênea é de difícil obtenção. Talvez fosse necessário que a matriz também fosse aquecida para viabilizar o processo.
- Notou-se importante o controle da granulometria dos materiais, granulometrias grosseiras resultaram em menor resistência à compressão.

- A proteção das amostras contra oxidação, embora primordial, é de simples solução, basta recorrer à uma cobertura de carvão vegetal.
- Os briquetes ensaiados sob compressão tiveram limites de resistência variando entre 6,4 e 13,5 MPa.

O briquete curado à 500°C atingiu 12,1 MPa (sem redução prévia), enquanto que o briquete curado à 850°C atingiu 13,5 MPa.

- Tomando por base a comparação entre a: Figura 27, Figura 28, Figura 29 e a Figura 30, foi possível atingir uma redução parcial a 850°C, provavelmente devido à mistura de particulados finos conforme também reportado por Kawanari (6).

6. Referências

1. *3rd. Int. Congr. of Science ant Technology of Ironmaking*. **Naito, M, Nakano, M e Nomura, S.** Düsseldorf : s.n., 2003.
2. **ULCOS**. [Online] Vanksengroup. [Citado em: 09 de Abril de 2012.] <http://www.ulcos.org/en/index.php>.
3. **Toshihide, Fukui**. [Online] [Citado em: 09 de Abril de 2012.] <http://www.sakura.cc.tsukuba.ac.jp/~eeeforum/AOAIS/slides/2-1ADP830F.pdf>.
4. *JFE Technical Report, No 13*. **Anyashiki, T, Fukada, K e Fujimoto, H.** May 2009.
5. Special Issue on Innovative Reduction Technology of Iron Ore for mitigation of CO2 Emission in Ironmaking. *ISIJ International*. Tokyo : Letterpress Co, 2011. Vol. 51, 8. 0915-1559.
6. **Kawanari, Masato, et al., et al.** Enhancement of Reduction Rate of Iron Ore by Utilizing Iron Ore/Carbon Composite Consisting of Fine Iron Ore Particles and Highly Thermoplastic Carbon Material. *ISIJ International*. 2011, Vol. 51, 8.
7. *Development of Carbon Iron Composite Process*. **Fukada, Kiyoshi, Anyashiki, Takahashi e Fujimoto, Hidekazu.** s.l. : JFE Technical Report, 2009.
8. **Chu, Man Sheng, et al., et al.** Fundamental Study on Carbon Composite Iron Ore Hot Briquette Used as Blast Furnace Burden. *Steel*

Research Journal. 82, 2011, Vol. 05.

9. **Nakano, M, et al., et al.** ISIJ Int. 2004, Vol. 44, 2079.

10. *Development of Carbon Composite Iron Ore Hot Briquet and Basic Investigation on its Strength Enhancing Mechanism and Reducibility.* **Kasai, Akito, et al., et al.** Japan : Kakogawa Works, KOBE STEEL, LTD / Environment & Process Technology Center, NIPPON STEEL CORP.

11. *Reaction Behavior of Coal Rich Composite Iron Ore Hot Briquettes Under Load at High Temperatures.* **Hayashi, Shoji, Okumura, Keiji e Yanaka, Yuki.** s.l. : Ironmaking for Sustainable Development 2010.

12.

<http://www.demec.ufmg.br/disciplinas/ema003/solidos/coque/carvao.htm>.

[Online] [Citado em: 28 de Agosto de 2011.]

13. *Estudo Sobre o Efeito da Utilização de Material Inerte nas Misturas de Carvão a Coqueificar.* **Maranha, Silvio Pereira Diniz.** São Paulo : s.n., 2008.