

5 Desenvolvimento experimental

O presente trabalho constitui a etapa final de um esforço iniciado no ano de 2001 pelo Grupo de Siderurgia da Puc-Rio e a Samarco Mineração S/A, no sentido de desenvolver estudos fundamentais para o entendimento do processamento de pelotas de minério de ferro em reatores de redução direta.

As etapas de pesquisa do programa cooperativo, entre o Grupo de Siderurgia da PUC- Rio e a Samarco Mineração S/A, para o estudo da carburização do DRI no processo industrial de forno de cuba tipo Midrex é mostrado na **figura 60**. Na referida figura vê-se o forno de cuba dividido em 3 zonas, representando também as 3 etapas pelas quais este projeto foi realizado, sendo que, os estudos relacionados à zona de redução (ZR) já foram desenvolvidos anteriormente e seus resultados foram mostrados no capítulo anterior, capítulo 4, deste trabalho.

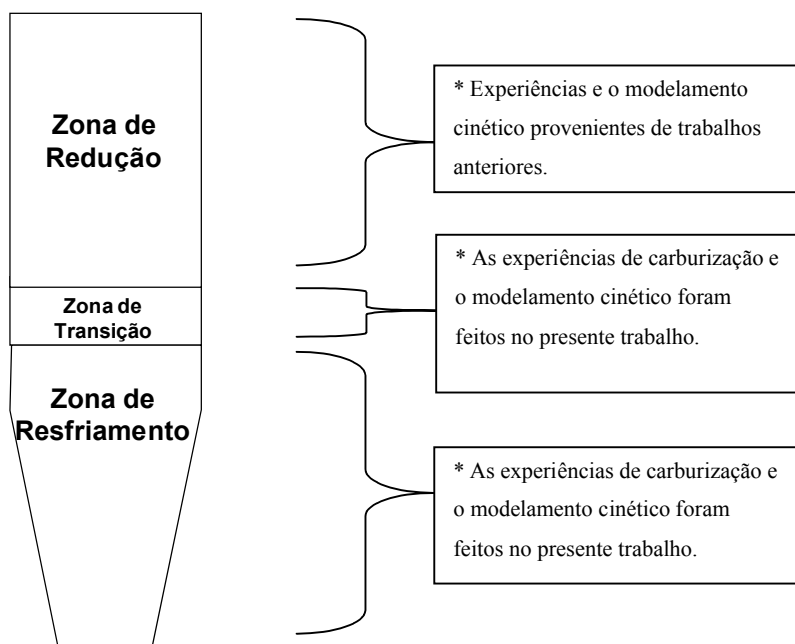


Figura 60 – Etapas de pesquisa do programa cooperativo entre a PUC-Rio e a Samarco Mineração S/A sobre a carburização do DRI no forno de cuba tipo Midrex.

O presente trabalho compreende o estudo da carburização nas duas zonas inferiores do forno de cuba: na zona de transição (ZT) e na de resfriamento (ZA). Para tal, cada zona do forno teve um planejamento experimental, passando pelas experiências de redução e carburização, seguidas da análise química e posterior modelagem cinética dos resultados obtidos. Estes experimentos foram realizados nas dependências da Samarco e os resultados obtidos foram utilizados para a elaboração deste trabalho de acordo com as condições de sigilo e proteção de propriedade vigentes no convênio tecnológico Puc-Rio e Samarco Mineração S/A.

5.1.

Experiências realizadas para o estudo da carburização na zona de transição (ZT)

O estudo de carburização na zona de transição considerou os seguintes itens:

5.1.1.

Materiais utilizados na ZT

A amostra utilizada para a experimentação da carburização na zona de transição foi composta de pelotas comerciais para redução direta Midrex (PDR-MX) fornecida pela Samarco Mineração S/A em faixa granulométrica de -16 + 12,5 mm (50%) e -12,5 + 10 mm (50%), conforme visto na **figura 61**, e com composição química mostrada na **tabela 12**. Em cada experiência utilizou-se 2000 g de pelotas.

Tabela 12 – Composição química da amostra para o estudo da carburização na zona de transição.

Composição química da amostra, PDR-MX, (base seca)			
Fe	67,8 %	S	0,003 %
FeO	0,16 %	Cu	0,003 %
SiO ₂	1,28 %	K ₂ O	0,007 %
Al ₂ O ₃	0,52 %	Na ₂ O	0,034 %
CaO	0,75 %	Mn	0,062 %
MgO	0,10 %	TiO ₂	0,044 %
P	0,044 %	Bas. binária	0,59
Zn	0,003 %		



Figura 61 – Amostra de pelotas comerciais de minério de ferro tipo PDR-MX.

5.1.2. Equipamentos utilizados na ZT

Os experimentos de carburização que simularam a zona de transição do reator de cuba foram realizados em um forno elétrico vertical com perfil térmico conhecido, o qual possui ainda um sistema automático controlador da temperatura. O referido forno mostrado na **figura 62** pode atingir temperaturas da ordem de 1300°C.



Figura 62 – Forno elétrico vertical.

As retortas cilíndricas e o painel de rotômetros complementam a aparelhagem utilizada nas experiências de carburização e são mostradas nas **figuras 63 e 64**.



Figura 63 - Retortas cilíndricas, externa e interna, utilizadas nas experiências de redução e carburização.



Figura 64 - Paineis com rotômetros controladores da vazão dos gases utilizados nas experiências de carburização.

5.1.3. Descrição do ciclo experimental na ZT

Inicialmente, a amostra de pelotas (2000 g) é colocada na retorta interna a qual contém uma placa perfurada na sua parte inferior. Em seguida, este conjunto é colocado dentro de uma retorta externa que possui duas conexões: uma conexão à linha de gases de entrada contendo a mistura redutora/carburizante e a outra à linha de gases de saída. A montagem experimental completa-se colocando a retorta externa dentro do forno elétrico vertical. A temperatura e a variação da massa na amostra são monitorados por um termopar e uma balança gravimétrica, respectivamente, acoplados a retorta externa. Na sequência, inicia-se o aquecimento do forno até a temperatura desejada, processo que acontece com a passagem de gás inerte pela amostra. Quando a amostra atinge a temperatura desejada, inicia-se a experiência abrindo as válvulas dos rotômetros controladores das vazões gasosas utilizadas no processo de redução e carburização. O desenho esquemático da aparelhagem experimental é mostrado na **figura 65**.

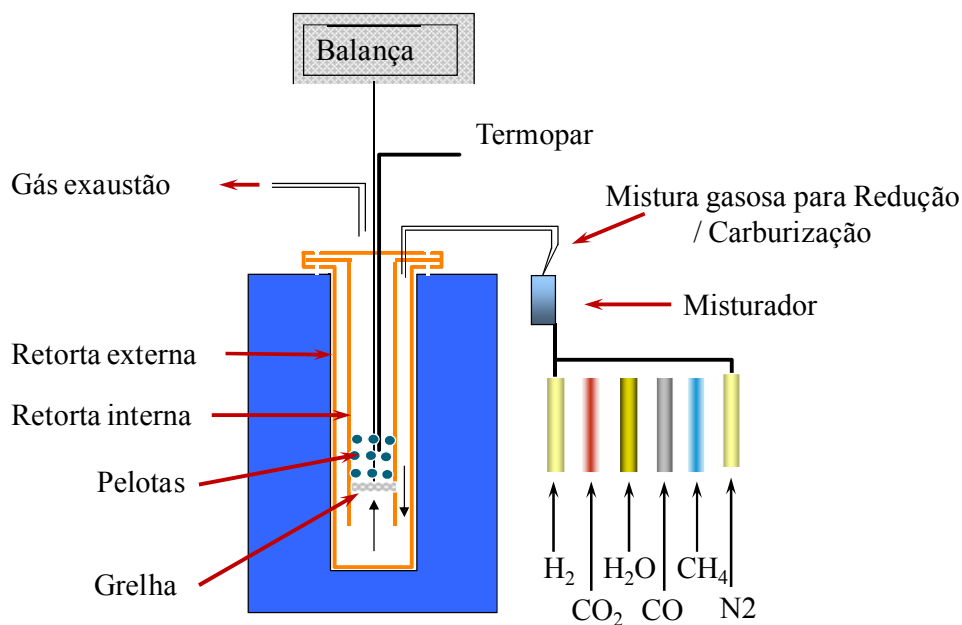


Figura 65 – Desenho esquemático da aparelhagem montada para os experimentos de redução e carburização.

5.1.4.

Planejamento experimental na ZT

Para simular a carburização que se passa na zona de transição (ZT) do forno de cuba, foram realizadas uma série de experiências laboratoriais utilizando como amostra as pelotas que passaram, previamente, pelas condições da zona de redução (ZR), isto significa que cada experiência teve início com as condições reinantes da zona de redução, seguidas pelas condições da zona de transição. No final de cada experiência, isto é, no final da zona de transição, a amostra de pelotas reduzidas foi analisada quimicamente para determinar o carbono total, carbono livre, carbono cementítico, ferro metálico e ferro total.

5.1.5.

Condições experimentais na ZT

As condições experimentais utilizadas na zona de transição estão indicadas na **tabela 13**.

Tabela 13 – Condições experimentais para a carburização na zona de transição (ZT).

	Zona de Redução (ZR)	Zona de Transição (ZT)
Massa, (g)	2000	pelotas provenientes da ZR
Faixa granulométrica, (mm)	-16 + 12,5 (50%) -12,5 + 10 (50%)	-16 + 12,5 (50%) -12,5 + 10 (50%)
Composição gasosa, (%)	H ₂ : 53 CO : 32 CO ₂ : 3 CH ₄ : 5 H ₂ O : 7	CO ₂ : 1,5 CH ₄ : 98,5
Temperatura, (°C)	900	300 ; 600 ; 850
Tempo, (h)	1,8 ; 3,6	0,3 ; 0,6 ; 0,9 ; 1,1
Vazão, (NL/min)	90	11,7
Pressão absoluta, (atm)	1,2	1,5

5.1.6.

Desenho esquemático planejado para as experiências de carburização na ZT

Na **figura 66** é mostrada esquematicamente a seqüência experimental no estudo da carburização do DRI na zona de transição do forno de cuba.

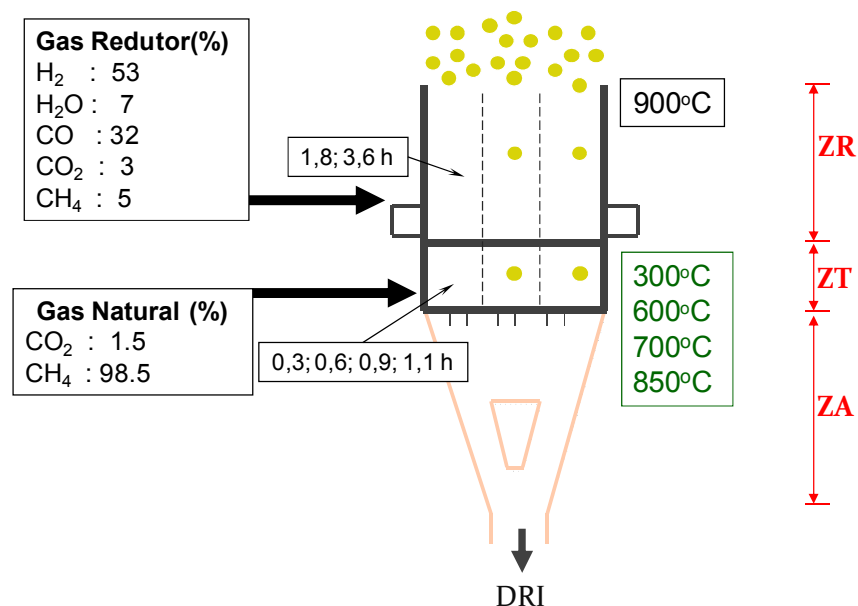


Figura 66 – Desenho esquemático com as condições experimentais para a carburização do DRI na zona de transição (ZT).

5.2.

Experiências realizadas para o estudo da carburização na zona de resfriamento (ZA)

O estudo de carburização na zona de resfriamento considerou os seguintes itens:

5.2.1.

Materiais utilizados na ZA

A amostra utilizada para a experimentação da carburização na zona de resfriamento foi composta de pelotas comerciais para redução direta Midrex (PDR-MX) fornecida pela Samarco Mineração S/A com uma faixa granulométrica de $-16 + 12,5$ mm (50%) e $-12,5 + 10$ mm (50%), com a composição química mostrada na **tabela 14**.

Tabela 14 – Composição química da amostra para o estudo da carburização na zona de resfriamento.

Composição química da amostra, PDR-MX, (base seca)			
Fe	67,8 %	S	0,003 %
FeO	0,16 %	Cu	0,003 %
SiO ₂	1,28 %	K ₂ O	0,007 %
Al ₂ O ₃	0,52 %	Na ₂ O	0,034 %
CaO	0,75 %	Mn	0,062 %
MgO	0,10 %	TiO ₂	0,044 %
P	0,044 %	Bas. binária	0,59
Zn	0,003 %		

5.2.2.

Equipamentos utilizados na ZA

Os equipamentos são os mesmos utilizados nas experiências da zona de transição que foram mostradas na seção 5.1.2 (**figuras 62, 63 e 64**).

5.2.3.

Descrição do ciclo experimental na ZA

O ciclo experimental que simula a carburização na zona de resfriamento segue a mesma seqüência indicada no item relativo à zona de transição, porém, as pelotas foram submetidas, adicionalmente, às condições reinantes na ZA.

5.2.4.

Planejamento experimental na ZA

Para simular o processo de carburização que se passa na zona de resfriamento do forno de cuba, foi realizada outra série de experiências utilizando como amostra as pelotas que passaram, previamente, pelas condições da zona de redução (ZR) e de transição (ZT), isto significa que cada experiência teve início com as condições reinantes na zona de redução, seguindo imediatamente às condições da zona de transição e finalmente, a amostra foi submetida às condições da zona de resfriamento. Ao final de cada experiência, ou seja, no final da zona de resfriamento, a amostra de pelotas reduzidas foi analisada quimicamente para

determinar o carbono total, carbono livre, carbono cementítico, ferro metálico e ferro total.

A metodologia experimental para a zona de arrefecimento incorpora uma estratégia de escolha paramétrica e variacional obedecendo às características do reator Midrex, sob os aspectos térmicos e composicionais. A estratégia resultou em um total de 18 testes de carburização replicados. Os testes foram conduzidos simulando as condições operacionais das três zonas subseqüentes, considerando as composições gasosas, tempos e temperaturas em cada zona, o que demandou um tempo efetivo de ensaio de 10 (dez) horas aproximadamente, incluindo o tempo necessário no preparo das pelotas e o aquecimento da retorta. Uma amostra do DRI, obtida após cada experimento, no final da zona de resfriamento, foi moída e levada ao laboratório químico para análise, e finalmente, com os resultados obtidos, permitindo o modelamento cinético da carburização.

Portanto, para concretizar o referido planejamento experimental, fizeram-se as seguintes etapas: o estudo termodinâmico, considerando as principais reações que se passam na zona de resfriamento; a determinação do tempo de residência das pelotas nesta zona; a determinação experimental da vazão crítica para o processo de carburização; a realização de experiências laboratoriais envolvendo a redução e carburização simultaneamente; a análise química do DRI obtido na ZA, tudo isto para determinar os teores de carbono total, carbono livre, carbono cementítico, ferro metálico e ferro total. Finalmente, com o emprego dos resultados, levantar um modelo matemático para a determinação dos parâmetros cinéticos e o mecanismo controlador da carburização do DRI na zona de resfriamento do reator.

5.2.4.1.

Ensaio preliminares para a determinação da vazão crítica na ZT e ZA

Para completar o planejamento das experiências que simularam o fenômeno de carburização do DRI na zona de resfriamento do forno de cuba, foi necessário determinar, previamente, a vazão crítica na zona de transição e resfriamento.

As **tabelas 15 e 16** contendo informações de temperatura, tempo e vazões gasosas, apresentam as condições experimentais ensaiadas no intuito de determinar a vazão crítica na zona de transição e resfriamento, respectivamente.

Tabela 15 – Condições experimentais para a determinação da vazão crítica na zona de transição (ZA).

Experiências para a Vazão Crítica na Zona de Transição (Periferia do Forno)									
Experiência	Amostra	Zona Redução (ZR)				Zona Transição (ZT)			
		Temp.	t ZR	Q Gás Redutor		Temp.	t ZT	Q Gás Natural	
		(°C)	(h)	NL/min	NL/h	(°C)	(h)	NL/min	NL/h
1	PDRMX	800	3.6	90	5400	650	0.67	11.68	700.8
2	PDRMX	800	3.6	90	5400	650	0.67	15	900
3	PDRMX	800	3.6	90	5400	650	0.67	20	1200
4	PDRMX	800	3.6	90	5400	650	0.67	30	1800
5	PDRMX	800	3.6	90	5400	650	0.67	50	3000

Tabela 16 – Condições experimentais para a determinação da vazão crítica na zona de arrefecimento (ZA).

Experiências para a determinação da Vazão Crítica na Zona de Arrefecimento (Centro do Forno)													
Experiência	Amostra	Zona Redução (ZR)				Zona Transição (ZT)				Zona Arrefecimento (ZA)			
		Temp.	t ZR	Gás Redutor		Temp.	t ZT	N2		Temp.	t ZA	Gás Misturado	
		(°C)	(h)	NL/min	NL/h	(°C)	(h)	NL/min	NL/h	(°C)	(h)	NL/min	NL/h
6	PDRMX	700	3.6	90	5400	600	0.67	8.3	498	450	2.14	30	1800
7	PDRMX	700	3.6	90	5400	600	0.67	8.3	498	450	2.14	50	3000
8	PDRMX	700	3.6	90	5400	600	0.67	8.3	498	450	2.14	70	4200

Os gráficos das **figuras 73 e 74** (indicados no próximo capítulo) mostram os resultados das experiências realizadas com as condições indicadas nas **tabelas 15 e 16**, esses resultados de vazão crítica foram colocados nas **tabelas 17, 18 e 19**, fechando dessa forma as condições finais empregadas nas experiências de carburização na zona de resfriamento do presente trabalho.

5.2.5.

Condições experimentais na ZA

As condições experimentais utilizadas para simular a carburização na zona de resfriamento estão indicadas na **tabela 17**.

Tabela 17 – Condições experimentais para a carburização na zona de resfriamento (ZA).

	Zona de Redução (ZR)	Zona de Transição (ZT)	Zona de Resfriamento (ZA)	
Massa, (g)	2000	pelotas provenientes da ZR	pelotas provenientes da ZR e ZT	
Faixa granulométrica, (mm)	-16 + 12,5 (50%) -12,5 + 10 (50%)	-16 + 12,5 (50%) -12,5 + 10 (50%)	-16 + 12,5 (50%) -12,5 + 10 (50%)	
Composição gasosa, (%)	Gás Redutor (GR)	Gás Natural (GN)	Gás Misturado (GM)	Gás Off Take (GOT)
	H ₂ : 53,4 CO : 32,1 CO ₂ : 2,3 CH ₄ : 4,5 H ₂ O : 7,0 N ₂ : 0,7	CO ₂ : 0,9 CH ₄ : 96,9 N ₂ : 2,2	H ₂ : 10,3 CO : 1,5 CO ₂ : 0,8 CH ₄ : 78,2 H ₂ O : 4,1 N ₂ : 5,1	H ₂ : 11,8 CO : 1,7 CO ₂ : 0,8 CH ₄ : 71,1 H ₂ O : 9,2 N ₂ : 5,4
Temperatura, (°C)	800 (periferia) 700 (centro)	700 (periferia); 600 (centro)	600; 500; 250 (periferia) 600; 500; 250 (centro)	
Tempo, (h)	3,6	0,67	1,14 ; 2,14 ; 3,14	
Vazão, (NL/min)	90	11,7	50 (GM) ; 50 (GOT)	
Pressão absoluta, (atm)	1,2	1,5	1,5	

As informações contidas nas **tabelas 18 e 19** são de vital importância, pois nelas estão contidas todas as condições experimentais das experiências de carburização do DRI que simularam o comportamento das pelotas que percorrem a periferia e centro do forno de cuba.

Note-se que, o planejamento indica que seriam realizadas 18 experiências, mas na prática, algumas delas foram realizadas com réplicas e outras até com tréplicas, como será mostrado posteriormente na tabela que apresentará os resultados da análise química de cada experiência realizada.

Tabela 18 – Condições experimentais para determinar a carburização do DRI na periferia do forno Midrex.

EXPERIÊNCIAS DE CARBURIZAÇÃO (periferia do forno)												# Experiência	
Zona de Redução : ZR				Zona de Transição : ZT				Zona de Arrefecimento : ZA					
Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min	Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min	Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min		
800	3,6	GR	90	700	0,67	GN	50	600	1,14	Off Take	50		1
								500		GM			2
								250					3
								600	2,14	Off Take	50		4
								500		GM			5
								250					6
								600	3.14	Off Take	50		7
								500		GM		8	
								250				9	

Tabela 19 – Condições experimentais para determinar a carburização do DRI no centro do forno Midrex.

EXPERIÊNCIAS DE CARBURIZAÇÃO (centro do forno)												# Experiência	
Zona de Redução : ZR				Zona de Transição : ZT				Zona de Arrefecimento : ZA					
Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min	Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min	Temp °C	tempo h	Comp Gás	Vazão NL/min		
700	3,6	GR	90	600	0.67	Off Take	20	600	1,14	Off Take	50		10
								500		GM			11
								250					12
								600	2,14	Off Take	50		13
								500		GM			14
								250					15
								600	3,14	Off Take	50		16
								500		GM		17	
								250				18	

A **figura 67** mostra os ciclos térmicos das experiências em função do tempo, considerando também a composição gasosa utilizada nas experiências de carburização que simulam o percurso pela periferia e centro, em cada zona do forno (ZR, ZT e ZA).

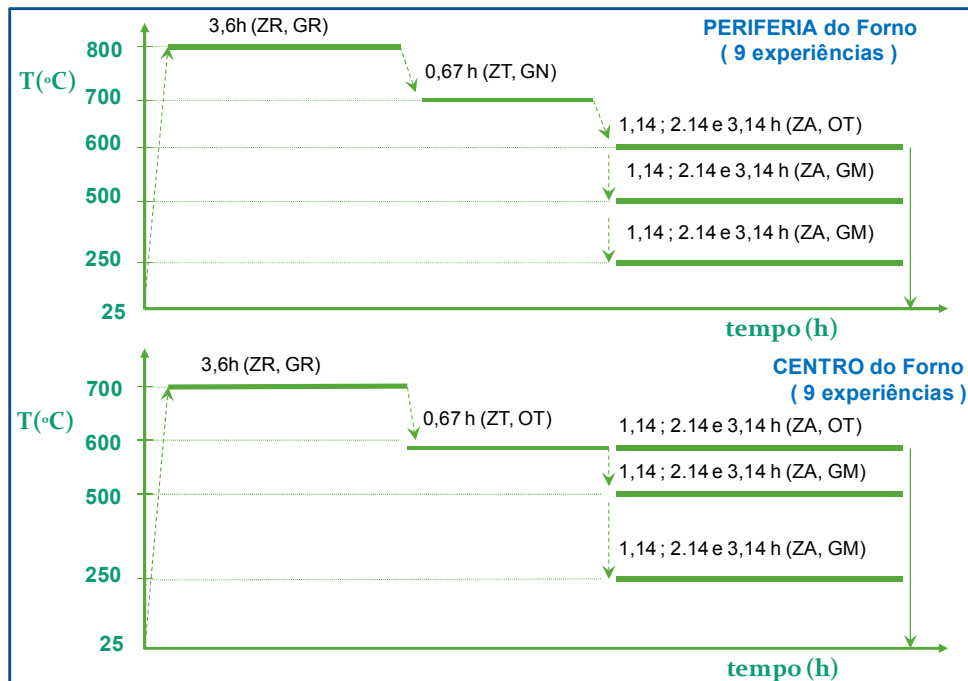


Figura 67 – Ciclos térmicos e temporais das experiências de carburização que simulam a periferia e o centro, nas três zonas do forno.

5.2.6.

Estratégia experimental para a carburização na ZA

Baseado nos conhecimentos das operações dos fornos industriais e nos resultados de trabalhos anteriores, referentes à redução e carburização na zona de redução do forno de cuba, foi elaborado o planejamento geral de experimentos que foram realizados objetivando completar o modelamento do referido forno industrial, incluindo desta vez, o estudo da carburização nas zonas de transição e resfriamento.

A **figura 68** apresenta as condições experimentais para as experiências de carburização do DRI na zona de resfriamento (ZA), sendo estas: a temperatura, a vazão gasosa e tempos de redução e carburização. Lembrando que para chegar nessa zona, as pelotas passam, previamente, pelas condições da zona de redução e transição. O referido desenho mostra as pelotas RD (pelotas de redução direta) sendo carregadas pelo topo do forno. Note-se que um grupo de pelotas desce pela periferia e outro grupo, pelo centro do forno. Na descida, cada grupo de pelotas

foi submetido às condições de temperatura, tempo, composição e vazão gasosa, reinantes em cada uma das zonas do forno (ZR, ZT e ZA).

O tempo de residência das pelotas na zona de redução foi de 3,6 horas e na de transição, 0,67 horas. Os tempos experimentados na zona de resfriamento foram 1,14; 2,14 e 3,14 horas. No final de cada batelada, é obtido o DRI que foi levado para análise química. O gás de resfriamento (gás misturado) ingressa pela parte mais inferior da zona de arrefecimento, este gás é composto pelo somatório do gás off take (gás que sobe da zona de resfriamento) e o gás natural injetado.

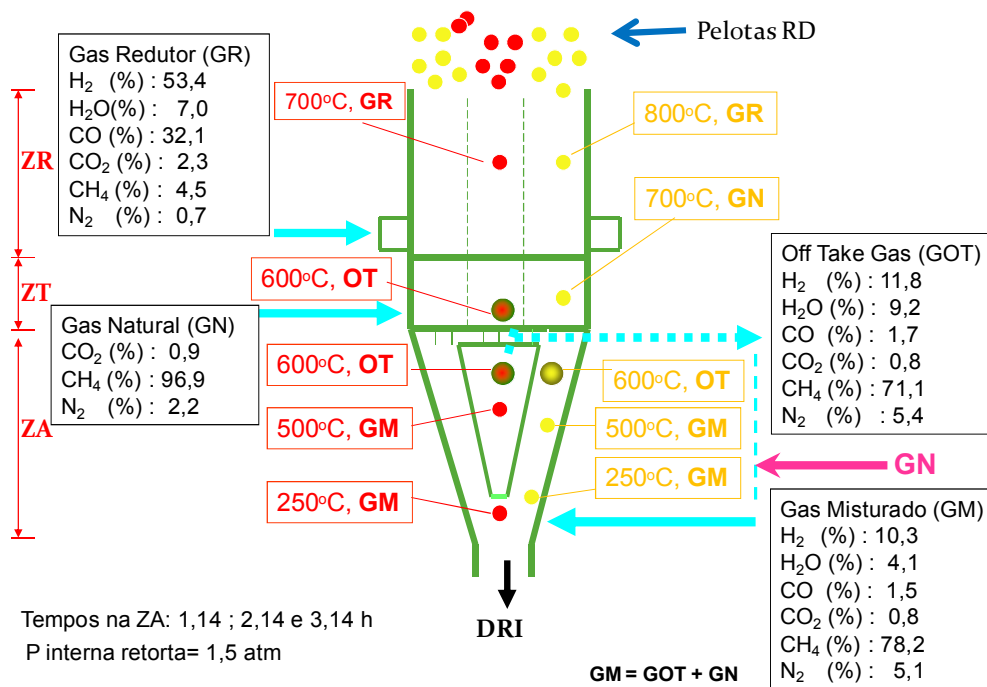


Figura 68 - Desenho esquemático planejado com as condições experimentais para a carburização do DRI nas três zonas do reator Midrex.