EDMILSON RENATO DE CASTRO

# CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS

São Paulo
2016

EDMILSON RENATO DE CASTRO

# CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências

São Paulo
2016

EDMILSON RENATO DE CASTRO

# CONTRIBUIÇÃO AO ESTUDO DA REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS

Tese apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências

Área de Concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Breda Mourão

São Paulo
2016

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catalogação-na-publicação

de Castro, Edmilson Renato de Castro
Contribuição ao Estudo da Redução Carbotérmica de Minério de Ferro Empregando Energia de Micro-ondas / E. R. C. de Castro -- versão corr. -- São Paulo, 2016.
140 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Tecnologia de micro-ondas 2.Processos metalúrgicos I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

## DEDICATÓRIA

Aos meus pais *(in memorian)* pelo empenho e incentivo em meus estudos.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus.

Agradeço ao Prof. Dr. Marcelo Breda Mourão, pela sua relevante contribuição na orientação da elaboração desta tese.

Agradeço ao Prof. Dr. Luiz Alberto Jermolovicius pela ajuda, sabedoria, amizade, confiança e compreensão durante este período que foram essenciais para a realização deste trabalho.

Agradeço ao Prof. Dr. José Thomaz Senise pela incentivo e ajuda com as micro-ondas.

Agradeço também ao Prof. Eduardo Victor dos Santos Pouzada pela realização das simulações das cavidades utilizando o programa 'COMSOL Multiphysics' e com as equações de micro-ondas.

Agradeço a Profa. Renata Borges do Nascimento, pelas opiniões dadas para a elaboração do trabalho, pelo companheirismo e paciência.

Agradeço ao Centro Universitário Instituto Mauá de Tecnologia e a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, por propiciar condições para a realização deste trabalho.

Agradeço a FAPESP, pelo apoio e ajuda financeira através do projeto 2010/51269-1 – Obtenção de ferro primário através de tecnologias de auto-redução.

Agradeço aos alunos de iniciação científica da Escola de Engenharia Mauá, Marília Gomes Bocardo, Glauco Chagas Bertolaccini e Danilo Romano Camargo pela inestimável ajuda.

Agradeço aos funcionários do laboratório de micro-ondas do Centro Universitário Instituto Mauá de Tecnologia e a Carlos Alberto Tognela pelo suporte sempre eficiente.

E finalmente agradeço a minha esposa Samantha Adamian Leal pelo incentivo e compreensão.

# RESUMO

Com a proposta de selecionar a melhor conformação de um forno para redução carbotérmica com micro-ondas, dois tipos de cavidades com formatos paralepipédico e hexagonal foram projetadas e construídas. Os dois com uma característica em comum, o pleno controle da potência fornecida e da medida da energia de micro-ondas efetivamente aplicada à carga em processo de redução podendo assim realizar balanços de energia e determinação de taxa de reação com altos níveis de confiança. Eles permitem, sobretudo, a medida simultânea de temperatura e de massa do material sob redução, e a fácil reprodutibilidade das condições de ensaio. Os fornos paralepipédico e hexagonal operam com geradores de micro-ondas de 2,45 GHz e potência ajustável até 6 kW. Durante os ensaios as amostras foram mantidas sob atmosfera de argônio. Nos testes operacionais dos fornos procedeu-se à redução carbotérmica de minério de ferro de Carajás, utilizando carvão mineral Chipanga como redutor através de pelotas auto redutoras. Obtiveram-se curvas cinéticas de redução de minério de ferro, temperatura e de consumo de energia durante o processo. Os dados colhidos com estes fornos permitiram realizar análises estatísticas da eficiência de cada tipo de forno através da taxa de reação obtida além da energia de micro-ondas efetivamente consumida na redução do minério. Ainda, foi construído um forno cilíndrico, portanto extrapolando o formato hexagonal, com potência de 15 kW, com o objetivo de averiguar como o conjunto pelotas/cavidade se comporta em condições mais drásticas.



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

**ABSTRACT**

This work deals with two different types of microwave cavities to be used in carbothermic reduction that were designed and built in order to select a better furnace conformation. Parallepipedic and hexagonal shapes were used for this purpose. Both of them share some common characteristics: full control of the power supplied to the furnace, and measurement of the effective microwave power applied to the load under reduction process. These characteristics help to achieve energy balance and reaction rate with high confidence levels. Simultaneous measurements of mass and temperature versus time are also easily done and helps reproduction of each test condition. The parallelepiped and hexagonal ovens are excited by 2.45 GHz microwave generators with adjustable power up to 6 kW. Argon gas atmosphere was used when processing the samples. Operational tests of the carbothermic reduction of iron ore from Carajás were done by the use of self-reducing pellets of Chipanga coal. Temperature and other data collected during the processes allowed calculation of their kinetic curves and energy consumption. The efficiency of each kind of furnace was obtained from statistical analysis of the data using reaction rate as well as the microwave energy consumption. Finally, going further from the hexagonal shape, a cylindrical furnace was built in order to verify the behavior of the pellets/cavity groups in heavier conditions with applied power up to 15 kW.

**Key words:** Carbothermic reduction. Microwaves. Iron ore.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Primeiro forno de micro-ondas – Radaranger ..... 32

Figura 2 – Localização da região de micro-ondas no espectro eletromagnético ..... 33

Figura 3 – Ilustração de uma onda eletromagnética polarizada propagando-se num plano perpendicular a esta folha ($\lambda$ = comprimento de onda, $E$ =campo elétrico, $H$ = campo magnético e $C$ = velocidade da luz) ..... 34

Figura 4 – Interação das micro-ondas com os materiais ..... 36

Figura 5 – Rotação do dipolo devido a mudança de campo elétrico ..... 37

Figura 6 – Indução do campo eletromagnético em moléculas de água ..... 37

Figura 7 – Componentes de geração de micro-ondas 1) Potência de 60 Hz (corrente alternada); 2) Fonte de corrente contínua; 3) Gerador de micro-ondas; 4) Ondas eletromagnéticas; 5) Aplicador; 6) Sistema de controle de potência de micro-ondas ..... 42

Figura 8 – Gerador de micro-ondas modular ..... 43

Figura 9 – Guias de ondas ..... 44

Figura 10 – Foto de um isolador e a sua representação com ferrita. ..... 45

Figura 11 – Esquema de funcionamento do circulador ..... 46

Figura 12 – Circulador ..... 46

Figura 13 – Carga de dissipação, resfriada a ar ..... 47

Figura 14 – Carga de dissipação, refrigerada a água ..... 47

Figura 15 – Acoplador bidirecional ..... 48

Figura 16 – (a) Termômetro infravermelho (-40 a 820°C), (b) Termômetro óptico (880 a 2000°C) ..... 49

Figura 17 – Comparação da redução carbotérmica convencional e por micro-ondas ..... 51

Figura 18 – Representação esquemática da posição no interior de uma cavidade doméstica aonde possui maior densidade energética incidida no cadinho com amostra ..... 52

Figura 19 – Taxa de reação versus tempo para processamento com micro-ondas a 800 W, e aquecimento convencional a 1100ºC ..... 53

Figura 20 – Ilustração esquemática de um forno de micro-ondas com cavidade pentagonal ..... 54

Figura 21 – a) Gyrotron 30 GHz; b) Aparato de reação no interior da cavidade hexagonal ..... 55

Figura 22 – a) Cavidade hexagonal, b) Aparato de reação no interior da cavidade ..... 55

Figura 23 – Forno de micro-ondas com potência máxima de 12.5 kW a 2.45 GHz ..... 56

Figura 24 – Câmara de reação do processo contínuo de produção de ferro-gusa ..... 57

Figura 25 – Esquema do disposto conversor guia de onda retangular para cabo coaxial e da antena helicoidal ..... 58

Figura 26 – Forno com 8 geradores de micro-ondas a 2,45 GHz com 2,5 kW de potência cada. **a)** vista superior **e b)** vista lateral ..... 59

Figura 27 – Forno para redução carbotérmica e aquecimento de materiais por irradiação de micro-ondas ..... 61

Figura 28 – Diagrama esquemático do forno para redução carbotérmica e aquecimento de materiais por irradiação de micro-ondas ..... 61

Figura 29 – Representação do campo elétrico em um guia retangular em curto ..... 62

Figura 30 – Esquema para aferição das perdas para o sistema ..... 63

Figura 31 – a) potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento vazio na forma de calor pelos trocadores de calor, câmara de reação, gás inerte, circulador, base e cadinho de fibra cerâmica, a diferença e a somatória. b) potência refletida pelo equipamento vazio ..... 64

Figura 32 – a) potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento vazio na forma de calor pelos trocadores de calor, câmara de reação, gás inerte, circulador, cadinho de carbeto de silício, a diferença e a somatória. b) potência refletida pelo equipamento vazio ..... 64

Figura 33 – a) Taxa de reação; b) Temperatura da superfície da pelota sem isolação térmica ambos em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas..... 65

Figura 34 – Pelota sob irradiação a 1500 W de micro-ondas sem isolação térmica; a) durante o ensaio; b) após o ensaio ..... 66

Figura 35 – a) Evolução da potência de micro-ondas refletida e b) efetiva durante a redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas..... 68

Figura 36 – a) Taxa de reação e b) Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (W) em função do tempo de exposição a 1000 W de potência de micro-ondas no máximo campo elétrico e no máximo campo magnético na redução carbotérmica de uma pelota sem isolação térmica ..... 69

Figura 37 – a) Taxa de reação e b) Relação watts/grama em função do tempo de exposição a 1000 W de potência irradiada de micro-ondas no máximo campo elétrico para uma e duas pelotas ..... 70

Figura 38 – (a) Cadinho de magnésia (vista de topo), (b) Dimensões do cadinho..... 74

Figura 39 – (a) Cadinho de grafite (vista de topo), (b) Esquema do cadinho ... 75

Figura 40 – (a) Cadinho de carbeto de silício comercial Salamander (vista de topo), (b) Esquema do cadinho ..... 75

Figura 41 – (a) Cadinho de carbeto de silício LMo 1 (vista de topo), (b) Dimensões do cadinho..... 76

Figura 42 – Diagrama esquemático do sistema de geração e controle de micro-ondas. Legenda: (1) Gerador de micro-ondas; (2) Acopladores bidirecionais; (3) Medidor de potência irradiada e refletida; (4) Carga dissipativa; (5) Circulador; (6) Guia de onda refrigerado (trocador de calor); (7) Cavidade (forno) ..... 77

Figura 43 – a) Foto do sistema de medição da variação da massa durante o processo de redução carbotérmica com micro-ondas em cavidade paralepipédica; b) Diagrama esquemático do sistema. Legenda: (7) Cavidade (forno); (8) Balança semi-analítica; (9) Tarugo cerâmico refratário; (10) Filtros de micro-ondas; (11) Suporte para pelotas e/ou cadinho; (12) Cadinho ..... 78

Figura 44 – Suportes em aço inox (a) Para pelotas, (b) Para cadinhos ..... 78

Figura 45 – Vista geral do forno paralepipédico (termogravimétrico) para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas ..... 79

Figura 46 – (a) Vista da cavidade hexagonal desmontada, (b) e aberta com o cadinho ..... 80

Figura 47 – Vista geral do forno hexagonal (termogravimétrico) para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas ..... 80

Figura 48 – (a) Cavidade cilíndrica (desmontada), (b) Representação (em corte) do forno para redução carbotérmica por irradiação de micro-ondas ..... 81

Figura 49 – Forno cilíndrico para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas ..... 81

Figura 50 – (a) Forno tipo mufla, (b) Esquema do forno de resistência elétrica utilizado nos ensaios termogravimétricos. 1) Isolação térmica; 2) forno de resistência; 3) pelota; 4) suporte cerâmico; 5) balança semi-analítica; 6) entrada de gás argônio; 7) saída de gases; 8) termopar ..... 82

Figura 51 – (a) Cadinho no forno na posição CPIC - vista frontal, (b) Vista superior ..... 83

Figura 52 – (a) Forno preenchido com isolante térmico - vista frontal, (b) Posição do cadinho no forno (CPIC) - vista superior ..... 83

Figura 53 - Taxa de reação em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas para uma carga de pelotas de 50, 100 e 150 g ..... 89

Figura 54 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (%) na redução carbotérmica de 50, 100 e 150 g de pelotas em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas ..... 90

Figura 55 - Perfil da evolução da temperatura dos cadinhos SiCLMo, Grafite e Salamander em função do tempo de exposição a 1 kW de potência de micro-ondas ..... 91

Figura 56 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (%) dos cadinhos SiCLMo, Grafite e Salamander em função do tempo de exposição a 1 kW de potência de micro-ondas ..... 92

Figura 57 - Perfil da evolução da temperatura do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico ..... 93

Figura 58 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico ..... 94

Figura 59 - Perfil da evolução da temperatura do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal ..... 95

Figura 60 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal ..... 95

Figura 61 – Fibra cerâmica parcialmente fundida, a) logo após do ensaio e b) vista aproximada ..... 96

Figura 62 – Taxa de reação em função do tempo para uma pelota, a 850°C, 1000°C e 1150°C em forno de resistência elétrica ..... 97

Figura 63 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico ..... 98

Figura 64 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno paralepipédico ..... 98

Figura 65 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno paralepipédico ..... 99

Figura 66 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal..... 100

Figura 67 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno hexagonal..... 100

Figura 68 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno paralepipédico ..... 101

Figura 69 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três massas de pelotas em forno hexagonal..... 104

Figura 70 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três de massa de pelotas em forno hexagonal..... 105

Figura 71 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três de massa de pelotas em forno hexagonal..... 105

Figura 72 – Visualização 3D da intensidade de campo elétrico [V/m], com escala linear, no interior da cavidade paralepipédica. Os resultados foram obtidos com potência incidente valendo 1 [W]..... 107

Figura 73 – Visualização 3D da intensidade de campo elétrico [V/m], com escala linear, no interior da cavidade hexaédrica. Os resultados foram obtidos com potência incidente valendo 1 [W]..... 108

Figura 74 – Visualização 3D da densidade volumétrica de potência [W/m³] dissipada na carga no interior do reator cilíndrico. Algumas paredes do aplicador foram “removidas” para facilitar visualização ..... 109

Figura 75 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas em forno cilíndrico ..... 110

Figura 76 – (a) pelotas 100 % reduzidas, (b) nódulos de ferro gusa..... 111

Figura 77 – Perda de energia térmica pela superfície externa do forno..... 112

Figura 78 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida na redução carbotérmica em função do tempo em forno cilíndrico ..... 112

Figura 79 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 120

Figura 80 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 120

Figura 81 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 121

Figura 82 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 121

Figura 83 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 122

Figura 84 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 122

Figura 85 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 123

Figura 86 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 123

Figura 87 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 124

Figura 88 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 124

Figura 89 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 125

Figura 90 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 125

Figura 91 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 126

Figura 92 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 126

Figura 93 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 127

Figura 94 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 127

Figura 95 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 128

Figura 96 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 128

Figura 97 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 129

Figura 98 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 129

Figura 99 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 130

Figura 100 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 130

Figura 101 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 131

Figura 102 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica ..... 131

Figura 103 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 133

Figura 104 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 133

Figura 105 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 134

Figura 106 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 134

Figura 107 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 135

Figura 108 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 135

Figura 109 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 136

Figura 110 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 136

Figura 111 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 137

Figura 112 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 137

Figura 113 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 138

Figura 114 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 138

Figura 115 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 75 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal ..... 139

Figura 116 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 75 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 139

Figura 117 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 75 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em forno hexagonal ..... 140

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química do minério de ferro de Carajás (% em peso) 72

Tabela 2 – Análise granulométrica do minério de ferro de Carajás..... 72

Tabela 3 – Análise imediata do carvão mineral Chipanga (% em peso) ..... 73

Tabela 4 -- Análise granulométrica do carvão mineral Chipanga..... 73

Tabela 5 – Propriedades típicas do cimento Portland tipo ARI ..... 73

Tabela 6 – Dimensões dos cadinhos ..... 74

Tabela 7 – Matriz de planejamento para a comparação de médias..... 86

Tabela 8 – Fator do planejamento para a comparação de médias ..... 87

Tabela 9 – Matriz de planejamento para a regressão linear múltipla. ..... 87

Tabela 10 – Taxas de reação médias obtidas pelos ensaios realizados nos fornos paralepipédico e hexagonal..... 101

Tabela 11 – Matriz de planejamento para a comparação de médias e os resultados obtidos através de 3 repetições ..... 102

Tabela 12 – Resultados obtidos aplicando o método de Yates na cavidade hexagonal..... 103

Tabela 13 – Resultados obtidos aplicando o método da regressão linear múltipla..... 106

Tabela 14 – Planilha de cálculo para comparação de médias ..... 132

## LISTA DE ABREVIATURAS

| | |
|---|---|
| DC | Fonte de corrente contínua |
| UIT | União Internacional de Telecomunicações |
| ISM | Industrial, Scientific and Medical |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| ASTM | American Society for Testing Materials |
| PCC | Planejamento Composto Central |
| C | Circulador |
| TC | Trocador de calor |
| CR | Câmara de reação |
| CT | Cadinho de fibra cerâmica |
| T | Temperatura |
| CPIC | Cadinho na posição inferior central |
| SiCLMO | Cadinho de carbeto de silício fabricado no Laboratório de Micro-ondas |

## LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|---|---|
| $E$ | Campo elétrico |
| $H$ | Campo magnético |
| $\lambda$ | Comprimento de onda |
| $C$ | Velocidade da luz |
| $f$ | Frequência |
| $v$ | Velocidade da onda |
| $h$ | Constante de Plank |
| $\varepsilon'$ | Constante dielétrica |
| $\varepsilon'_r$ | Constante dielétrica relativa |
| $\varepsilon_0$ | Constante dielétrica do vácuo |
| $\varepsilon''$ | Fator ou constante de perdas |
| $\varepsilon''_r$ | Fator de perdas relativas |
| $\varepsilon''_{ef}$ | Perdas efetivas |
| $\tan\ \delta$ | Tangente de perdas |
| $Pv$ | Potência dissipada por unidade de volume |
| $E(z)$ | Campo elétrico no interior do material, à distância Z da superfície |
| $E_0$ | Intensidade do campo elétrico num ponto na superfície do material |
| $\alpha$ | Constante de atenuação |

| | |
|---|---|
| $\rho$ | Massa específica |
| $Cp$ | Calor específico |
| $d$ | Profundidade de penetração |
| $E_{máx}$ | Campo elétrico máximo |
| $P_{irrsa}$ | Potência de micro-ondas irradiada sem amostra |
| $P_{reflsa}$ | Potência de micro-ondas refletida sem amostra |
| $P_{equipsa}$ | Potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento sem amostra |
| $E_{refl}$ | Energia de micro-ondas refletida pelo equipamento durante o processo de redução carbotérmica |
| $\% E_{refl}$ | Porcentagem de energia de micro-ondas refletida pelo equipamento |
| $\% E_{refl}(t)$ | Porcentagem de energia de micro-ondas refletida pelo equipamento durante a taxa de aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica no instante |
| $E_{irr}$ | Energia de micro-ondas irradiada durante o processo de redução carbotérmica |
| $\%E_{irr}(t0)$ | Energia de micro-ondas irradiada inicial |
| $TR$ | Taxa de redução |
| $M$ | Porcentagem máxima de perda de peso |
| $M_i$ | Peso inicial da amostra |
| $M_t$ | Peso no instante *t* |

**SUMÁRIO**

1. INTRODUÇÃO ..... 26
2 OBJETIVO..... 28
3 REVISÃO DA LITERATURA ..... 29
3.1 FUNDAMENTOS SOBRE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO ..... 29
3.2 FUNDAMENTOS SOBRE MICRO-ONDAS..... 31
3.2.1 Introdução às Micro-ondas..... 31
3.2.2 Definição de micro-ondas..... 33
3.2.3 Interação da energia de micro-ondas com os materiais..... 35
3.2.4 Quantificação da energia de micro-ondas..... 38
3.2.5 Engenharia de micro-ondas ..... 41
3.2.5.1 Geração de micro-ondas ..... 42
3.2.5.2 Linhas de transmissão..... 43
3.2.5.3 Circulador/Isolador..... 45
3.2.5.4 Cargas de dissipação ..... 47
3.2.5.5 Acoplador bidirecional ..... 48
3.2.6 Temperatura..... 49
3.3 Estado da arte sobre redução carbotérmica de minério de ferro com micro-ondas..... 49
4 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E MÉTODOS..... 72
4.1 MATERIAIS ..... 72
4.1.1 Minério de ferro ..... 72
4.1.2 Carvão mineral desvolatilizado ..... 73
4.1.3 Cimento Portland tipo ARI..... 73
4.1.4 Gás argônio..... 73
4.1.5 Isolante térmico..... 74
4.1.6 Cadinhos..... 74
4.2 EQUIPAMENTOS..... 76
4.2.1 Sistema de geração e controle de micro-ondas ..... 76
4.2.2 Sistema para quantificar a perda de massa da carga ..... 77
4.2.3 Fornos (cavidades)..... 78

4.2.3.1 Forno paralepipédico ..... 79
4.2.3.2 Forno hexagonal ..... 79
4.2.3.3 Forno cilíndrico ..... 80
4.2.4 Forno de redução carbotérmica com aquecimento por resistência elétrica ..... 82
4.3 MÉTODOS ..... 82
4.3.1 Procedimento para determinar a taxa de aquecimento de cadinhos metalúrgicos com micro-ondas ..... 82
4.3.2 Procedimento para testar a isolação térmica frente às micro-ondas 83
4.3.3 Procedimento para preparar as pelotas ..... 84
4.3.4 Procedimento para determinar a taxa de reação de pelotas auto-redutoras com micro-ondas ..... 84
4.3.5 Procedimento para determinar a potência de micro-ondas durante processo de redução carbotérmica de minério de ferro empregando micro-ondas ..... 85
4.3.6 Métodos estatísticos ..... 86
4.3.7 Procedimento operacional para redução carbotérmica de minério de ferro empregando energia de micro-ondas ..... 87
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO ..... 89
5.1 ENSAIOS PRELIMINARES DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS EM FORNO PARALEPIPÉDICO ..... 89
5.2 TAXA DE AQUECIMENTO POR MICRO-ONDAS DE CADINHOS METALÚRGICOS ..... 91
5.3 ISOLAÇÃO TÉRMICA DO FORNO ..... 96
5.4 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA EM FORNO DE RESISTÊNCIA ELÉTRICA ..... 96
5.5 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA COM MICRO-ONDAS NOS FORNOS PARALEPIPÉDICO E HEXAGONAL ..... 97
5.5.1 Em forno paralepipédico ..... 97
5.5.2 Em forno hexagonal ..... 99
5.5.3 Análise dos resultados obtidos pelos fornos paralepipédico e hexagonal ..... 101
5.5.4 Análise dos resultados obtidos pelo método estatístico Yates aplicado ao forno hexagonal ..... 103

5.5.5 Análise dos resultados obtidos pelo método estatístico regressão multilinear aplicado ao forno hexagonal ..... 104
5.5.6 Estudo da distribuição de energia eletromagnética nas cavidades paralepipédica, hexagonal ..... 106
5.6 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA COM MICRO-ONDAS NO FORNO CILINDRICO ..... 110
5.6.1 Análise dos resultados obtidos pelo forno cilíndrico ..... 110
6. CONCLUSÕES ..... 114
7 REFERÊNCIAS ..... 116
APÊNDICE A – Resultados obtidos durante a aplicação do método estatístico comparação de médias e Yates ..... 120
APÊNDICE B – Planilha de cálculo – método estatístico comparação de médias ..... 132
APÊNDICE C – Resultados obtidos durante a aplicação do método estatístico regressão multilinear ..... 133

# 1. INTRODUÇÃO

Desde o início da década de 1990 um novo conceito para processos de obtenção do ferro primário está sendo estudado com muitas vantagens sobre os usuais. É a redução carbotérmica de minério de ferro empregando energia por micro-ondas. Esta tecnologia baseia-se principalmente em observações experimentais do aumento da taxa de reação quando conduzida sob o campo eletromagnético em frequência de micro-ondas. Não há uma explicação única para este fenômeno, mas acredita-se que o efeito do aquecimento volumétrico por toda a carga, isto é, o calor é gerado no volume em que as micro-ondas penetram e a redução da energia de ativação aceleram a cinética de reação.[1]

Nestes processos micro-ondas é uma fonte de energia relativamente nova, e que possui um considerável potencial para várias aplicações no processamento mineral e na metalurgia extrativa.[2,3] O interesse aumentou nesta área devido às vantagens em relação ao aquecimento convencional. As principais vantagens do uso de micro-ondas para o processamento industrial são uma rápida transferência de calor, a possibilidade de compactar equipamentos e ambiente livre de poluição já que não existem produtos de combustão, devido a energia ser gerada a partir de energia elétrica, que é uma fonte de energia relativamente limpa que pode ser obtida a partir de fontes naturais renováveis como a eólica e a solar.[4]

Além disso, devido à diminuição de recursos energéticos e a introdução de leis ambientais mais rigorosas, a busca de novos processos de produção de aço e ferro-gusa tornaram-se estratégicos. Deste modo, a redução da emissão de gás carbônico ($CO_2$) bem como a conservação de energia são tarefas cruciais para prevenir o aquecimento global.[5]

Esta premência ocasiona a busca por um processo de redução que supere estes inconvenientes. Almeja-se, ainda, que a transferência de calor, que desempenha um papel fundamental na velocidade global do processo, seja mais rápida que no forno convencional. Apesar da tecnologia do alto-forno ser avançada, novos processos de fabricação do ferro baseados em alternativas inovadoras podem ser introduzidos.

Em estudo anterior foi desenvolvido um equipamento em escala reduzida com finalidade de estudar a redução carbotérmica de minério de ferro por um material carbonoso na forma de pelotas auto redutoras utilizando micro-ondas. Os resultados obtidos nesse primeiro projeto confirmaram a hipótese de que as micro-ondas efetivamente apresentam um aumento da produtividade na redução do minério de ferro.[6-12] Há uma dissertação de mestrado intitulada “Contribuição ao desenvolvimento da redução carbotérmica de óxidos metálicos empregando energia de micro-ondas”[13] que trata deste assunto. Com base no conhecimento adquirido no estudo anterior o presente trabalho visa contribuir ainda mais para o desenvolvimento desta nova tecnologia. Para tanto se pretende desenvolver um trabalho multidisciplinar abrangendo a área de engenharia elétrica e engenharia metalúrgica para aprofundar o conhecimento sobre a interação das micro-ondas com redução carbotérmica de minério de ferro e assim projetar fornos com capacidade de processamento maior.

# 2 OBJETIVO

O resultado que se almeja, neste estudo, é o de desenvolver um processo efetivamente rápido de redução carbotérmica de minério de ferro com micro-ondas, que permita produzir ferro gusa. As metas a serem alcançadas são:

a) Avançar tecnologicamente na concepção e construção de fornos para redução carbotérmica irradiados por micro-ondas de modo a determinar quantitativamente parâmetros do processo.

b) Desenvolver o conhecimento de como as variáveis de operação da redução carbotérmica de minério de ferro incentivada por micro-ondas influem sobre a taxa de reação. A análise dos resultados das experiências delineadas estatisticamente permitirá entender como as variáveis como potência de micro-ondas, tempo de irradiação, massa de pelotas influem sobre a velocidade de reação.

# 3 REVISÃO DA LITERATURA

## 3.1 FUNDAMENTOS SOBRE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA DE MINÉRIO DE FERRO

Um grande número de metais se produzem a partir de matérias primas em forma de óxidos, como é o caso do ferro. Só os óxidos dos metais mais nobres podem se converter em metal, mediante uma simples decomposição térmica, como é o caso do óxido de prata ($Ag_2O$).[14]

A grande maioria dos óxidos só se decompõem por meio de um agente redutor. Este pode ser carbono, monóxido de carbono ou hidrogênio ou, em casos especiais outro metal, o qual tenha uma maior afinidade pelo oxigênio. Estes redutores possuem grande importância industrial e econômica e podem ser produzidos a partir de matérias primas como o carvão, o petróleo e o gás natural. Para que se tenha uma redução de óxidos de ferro, até ferro metálico uma mistura de minério de ferro e carbono deve ser aquecida numa temperatura de redução. Deste modo a redução dos óxidos de ferro se processa, essencialmente, segundo as seguintes reações:[15-17]

$$Fe_xO_{y(s)} + C_{(s)} \rightarrow Fe_xO_{(y-1)(s)} + CO_{(g)} \quad (1)$$

$$Fe_xO_{y(s)} + CO_{(g)} \rightarrow Fe_xO_{(y-1)(s)} + CO_{2(g)} \quad (2)$$

$$CO_{2(g)} + C_{(s)} \rightarrow 2CO_{(g)} \quad (3)$$

No qual $x = 1, 2\ ou\ 3$ quando $y = 1, 3\ ou\ 4$.

A reação de “redução direta” **(1)** produz CO que, por sua vez, atua como redutor do óxido de ferro, gerando $CO_2$ segundo a reação **(2)**. O $CO_2$ formado reagem com o C, regenerando o CO **(3)**. O monóxido de carbono regenerado, pela reação de Boudouard, volta a reagir com o óxido de ferro dando assim, prosseguimento à redução.[18]

A reação de Boudouard é uma reação heterogênea e numerosos são os problemas encontrados na tentativa de explicar seu mecanismo. Fenômenos de difusão, transferência de calor, condições de fluxo dos gases, por exemplo, complicam a cinética de reação, dificultando, assim, a seu perfeito entendimento. Como pode-se observar, a redução dos óxidos de ferro pelo carbono se efetua, praticamente, através da fase gasosa. A reação no estado sólido **(1)**, entre o carbono e o óxido, está condicionada ao fato de que exista um contínuo contato entre os mesmos, contato este que não pode ser mantido durante o curso da redução, devido a formação de um filme metálico pelos produtos da reação. Entretanto, a reação "direta" desempenha um papel importante, devido ser ela que provoca a arranque de todo o processo. Em estudos anteriores[15] de redução de minério de ferro com coque, por exemplo, em diferentes temperaturas da redução, mostraram que a redução ocorre quase que exclusivamente pelas reações gasosas, sendo a contribuição das reações no estado sólido muito pequena, podendo ser desprezada. Os resultados mostraram também que as velocidades de reação foram extremamente baixas em temperaturas inferiores a 1000°C. Entretanto em temperaturas mais elevadas, a geração de CO proveniente da reação de Boudouard acelera a taxa de reação evidenciando a importância desta reação para o progresso da redução.

Sob o aspecto cinético dos óxidos de ferro, fatores tais como temperatura, pressão, tempo de redução, difusão no estado sólido, difusão dos gases redutores e dos produzidos durante a redução, granulometria e morfologia dos óxidos a reduzir, velocidade dos gases em relação a superfície óxido-gás, etc influem sobre a cinética da redução dificultando o seu perfeito entendimento. O esquema topoquímico é a base de todos os mecanismos de redução de óxidos de ferro. Nele tem-se um núcleo de hematita ($Fe_2O_3$) circundado por camadas concêntricas de magnetita ($Fe_3O_4$), wustita (FeO) e ferro metálico ($Fe^{o}$), respectivamente.[16]

O desenvolvimento do processo de redução entre o sistema óxido de ferro e carbono foi acompanhado, em sua maior parte, pela técnica termogravimétrica. Para obter certeza experimental sobre o estado do sistema em um determinado instante, devido à perda de peso ocasionada pela geração e liberação dos gases CO e $CO_2$, e devido à estequiometria do sistema não ser definida, só é possível com uma análise simultânea da composição do gás de saída.

Em resumo, e de uma maneira geral, as principais características da redução do minério de ferro pelo carbono processa-se segundo uma série de etapas sucessivas.[19]

a) a reação global entre óxidos de ferro e material carbonoso ocorre através de intermediários gasosos CO e $CO_2$, isto é, a reação global ocorre por meio de duas reações gás-sólido, quais seja a redução do óxido por CO e a gaseificação do carbono por $CO_2$ (reação de Boudouard).

b) dentre estas duas reações, a mais lenta é a reação de gaseificação do carbono (até a temperatura de 1150°C); isto implica que as propriedades relativas à reatividade do redutor (tipo, granulometria, teor de impurezas) são importantes na determinação da cinética global.

c) ainda como consequência do controle químico ser devido à reação de Boudouard, que possui alta energia de ativação, a velocidade global é muito sensível a variações de temperatura.

d) a reação é fortemente endotérmica; transporte de calor para as regiões internas da pelota é um dos fatores determinantes da velocidade do processo.

## 3.2 FUNDAMENTOS SOBRE MICRO-ONDAS

### *3.2.1 Introdução às Micro-ondas*

Em 1831, Faraday descobriu a indução eletromagnética. Em 1864 Maxwell começou a trabalhar no conceito de Faraday e propôs a teoria do eletromagnetismo.[20] A teoria do campo eletromagnético proposto por Maxwell previu a presença de ondas eletromagnéticas invisíveis, e no final de 1880, o cientista alemão Heinrich Hertz demonstrou pela primeira vez a presença das ondas eletromagnéticas invisíveis com um comprimento de onda maior que a da luz operando em uma frequência de 450 MHz.[21] Por volta de 1890, o físico indiano Jagadish Chandra Bose estendeu o experimento de Hertz

desenvolvendo um aparelho que atuava em frequências mais altas, variando entre 60 a 120 GHz.

A utilização efetiva das micro-ondas iniciou-se durante a segunda guerra mundial, em sistemas de radar com a necessidade de detectar com precisão aeronaves, tanques e submarinos inimigos. Já a sua utilidade para o aquecimento de materiais foi descoberta em 1945. Um engenheiro chamado Percy Spencer da empresa americana Raytheon que fabricava magnetrons usados nestes radares, notou que uma barra de um chocolate em seu bolso começou a derreter quando ele ficou em frente ao equipamento que estava ligado, e intrigado por este fato conduziu alguns experimentos simples, como preparar pipoca espalhando alguns grãos de milho em frente à válvula. Pouco tempo depois, no ano seguinte, a Raytheon que era responsável por cerca de 80% de todos os magnetrons produzidos no mundo, solicitou a primeira patente[22] sobre a utilização de micro-ondas para o aquecimento de alimentos e apresentou o primeiro forno de micro-ondas chamado “Radarange” (Figura 1), que se assemelhava a uma geladeira em termos de tamanho, sendo popularizado nas décadas de 70 e 80 como forno de micro-ondas doméstico. Tinha 1,70 m de altura, pesava 340 kg e custava cerca de US$ 5000. Era arrefecido a água e produzia 3000 watts, aproximadamente três vezes a quantidade de radiação produzida por fornos de micro-ondas atuais.[23]

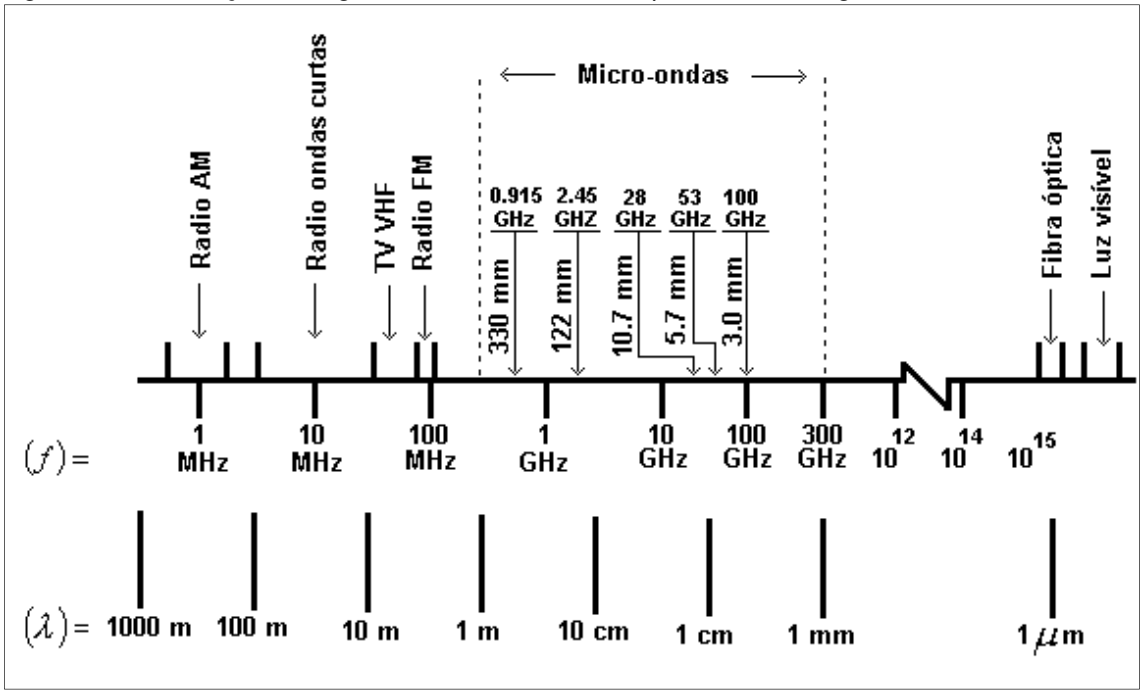
Figura 1 – Primeiro forno de micro-ondas – Radaranger

Fonte: http://fritasecia.com.br/wordpress/?p=95

### *3.2.2 Definição de micro-ondas*

Micro-ondas são radiações eletromagnéticas na faixa de frequência (espectro) de 0,3 a 300 GHz, com o correspondente intervalo de comprimento de onda de 1 m a 1 mm considerando o ar como meio material conforme Figura 2 e que pode ser usada como fonte de energia.

Figura 2 – Localização da região de micro-ondas no espectro eletromagnético




Fonte: Sutton W.H., 1989.

No caso de ondas eletromagnéticas planas há um campo elétrico (*E*) conjugado com um campo magnético (*H*), caracterizado por um comprimento de onda ($\lambda$) e movendo-se na velocidade da luz (*C*) se o meio material for o ar, conforme representado na Figura 3.

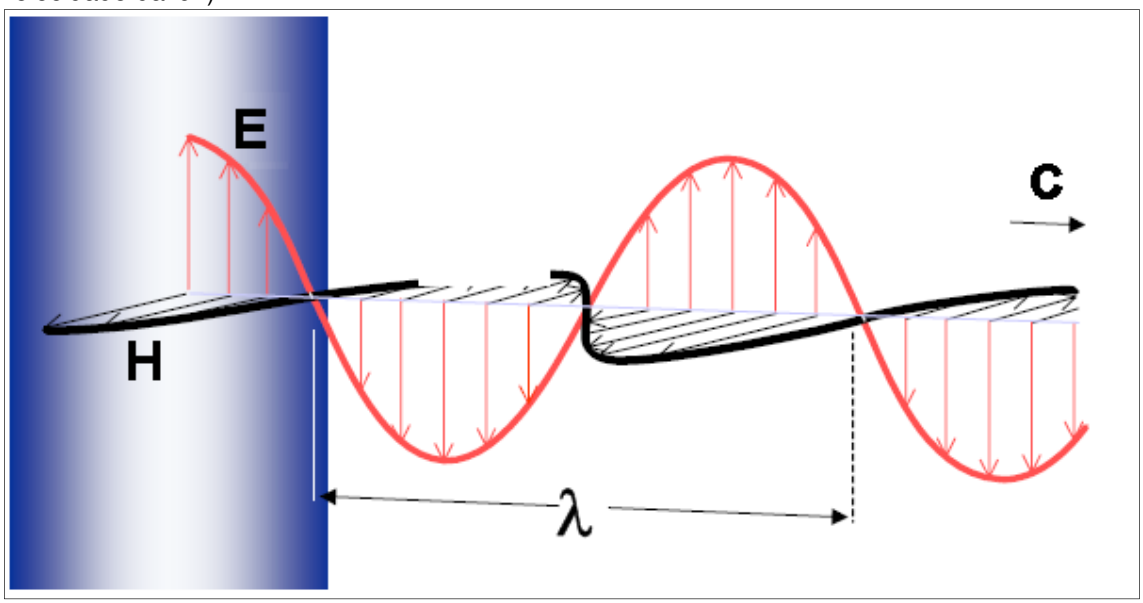
A onda eletromagnética é caracterizada pela frequência (*f*), sendo ela uma propriedade invariante, pois é determinada pela fonte que gerou a onda, não sendo alterada por nenhum processo linear. A velocidade da onda (*v*) muda em função do meio material no qual se propaga. A velocidade de propagação das ondas eletromagnéticas no vácuo é de aproximadamente 3 x $10^8$ m/s. O comprimento de onda é a relação entre a velocidade da onda e a frequência: $\lambda = v/f$. No entanto, a representação tradicional da Figura 3 se dá para o caso de uma onda plana uniforme que se propaga em meio material de dimensões

infinitas e sem perdas; trata-se evidentemente de situações nas quais o modelo é adequado para a propagação de onda em meios abertos (não confinados). Os casos reais nos quais a energia eletromagnética atua em regiões fechadas leva a modelagens muito mais complicadas. A solução se dá pela aplicação da equação de onda eq.**(4)** submetida às condições de contorno impostas pela geometria e pelos materiais envolvidos. Na equação de onda $\vec{E}$ representa o campo elétrico, $\mu r$ e $\varepsilon r$ representam, respectivamente, a permeabilidade relativa e a permissividade relativa do meio material e $k_0$ representa o número de onda associado ao vácuo, dado por $2\pi/\lambda$, sendo $\lambda$ o comprimento de onda no vácuo, associado à frequência da onda estimulada pelos geradores.

$$\nabla \times (\mu_r^{-1} \nabla \times \vec{E}) - k_0^2 \varepsilon_r \vec{E} = 0 \qquad (4)$$

O campo magnético associado ao campo elétrico é determinado pelas equações de Maxwell.

Figura 3 – Ilustração de uma onda eletromagnética polarizada perpendicular ao campo elétrico e magnético (*λ* = comprimento de onda, *E* =campo elétrico, *H* = campo magnético e *C* = velocidade da luz)




Fonte: https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/46958/1/Binder1.pdf.

A quantidade de energia (*E*) associada à uma onda eletromagnética, medida em Joules (*J*), é definida por: $E = h\ f$, no qual *h* é a constante de Plank ($6{,}63 \times 10^{-34}$ J/Hz), e *f* é a frequência (Hz). As radiações são classificadas em

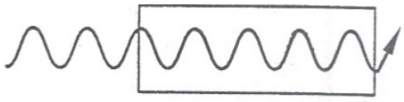
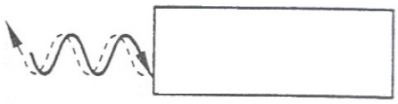
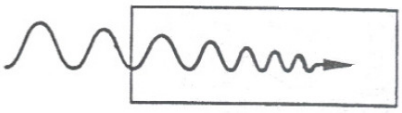
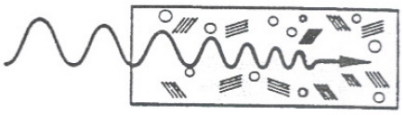
função do seu conteúdo energético entre radiações ionizantes e não ionizantes. As radiações classificadas como ionizantes possuem frequências maiores que as radiações que caracterizam a luz visível, mais especificamente, o ultravioleta curto, raios X e raios gama, possuem energia suficiente para quebrar as ligações moleculares dos materiais sobre as quais incidem, por exemplo, material biológico, com possíveis consequências graves à saúde das pessoas expostas. As micro-ondas por possuírem frequências inferiores às radiações ionizantes, não trazem este tipo de perigo, pois não têm a capacidade de quebrar as ligações moleculares, sendo classificadas como radiações não ionizantes.

### *3.2.3 Interação da energia de micro-ondas com os materiais*

Em geral, existem três modelos qualitativos em que um material pode ser categorizado em relação à sua interação com o campo de micro-ondas como mostrado pela Figura 4: *transparentes* (materiais de baixa perda dielétrica) – permitem a total passagem das ondas através de si, sem perdas significativas de energia; *opacos* (condutores) – micro-ondas são refletidas e não penetram no material; e, *absorvedores* (materiais de perda dielétrica elevada) - absorvem a energia de micro-ondas com base no valor da força do campo elétrico e do fator de perda dielétrica.[24]

Um quarto tipo de interação é o de um *absorvedor misto*. Este tipo de interação é observada em materiais compósitos ou de fases múltiplas em que uma das fases é um material de elevada perda, enquanto o outro é um material de baixa perda. Absorvedores mistos tiram proveito de uma das características mais significativas de processamento com micro-ondas, que é o aquecimento seletivo. As micro-ondas são absorvidas pelo componente que tem uma elevada perda dielétrica, enquanto passam através do material de baixa perda, ou seja, com pouca perda de energia. Neste processo de aquecimento seletivo a economia de energia é significativa pois apenas o material dielétrico pode ser aquecido, sem o aquecer de toda a matriz. Este fenômeno não é possível em ambientes de aquecimento convencionais.[24]

Figura 4 – Interação das micro-ondas com os materiais

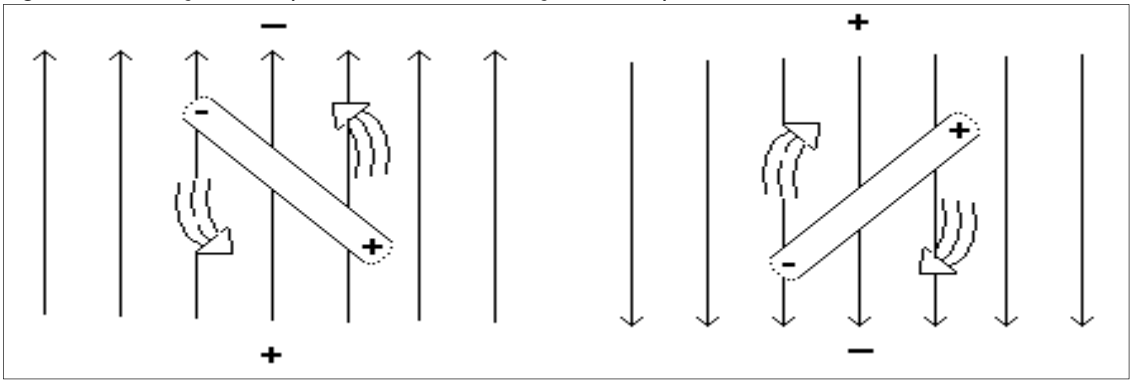
| | Interação com micro-ondas | Penetração |
|---|---|---|
|  | Transparente (Isolador de baixas perdas) | Total |
|  | Opaco (Condutor) | Nenhuma (refletor) |
|  | Absorvedor (Com perdas) | Parcial |
|  | Mista | Parcial |

Fonte: Sutton, W.H.,1989.

A frequência de micro-ondas mais utilizada para aquecimento é 2,45 GHz por apresentar a melhor relação custo-benefício entre todas as frequências alocadas para aplicações industriais, científicas e médicas (ISM) pela União Internacional de Telecomunicações (UIT). Esta frequência corresponde ao comprimento de onda no espaço livre de aproximadamente 12,25 cm.

Quanto aos mecanismos de aquecimento por micro-ondas existem basicamente dois, o da condução iônica e da polarização dielétrica.[25] Quando as micro-ondas penetram e se propagam através de um material dielétrico, o campo elétrico interno, gerado dentro do volume afetado, induz ao movimento translacional das cargas livres e ligadas, como íons ou elétrons, e a rotação de cargas complexas, como os dipolos conforme mostrado pela Figura 5. A resistência a esses movimentos induzidos, devido à inércia elástica e forças de atrito, causa perdas e atenua o campo elétrico. Como consequência dessas perdas, ocorre o aquecimento do material.[26]

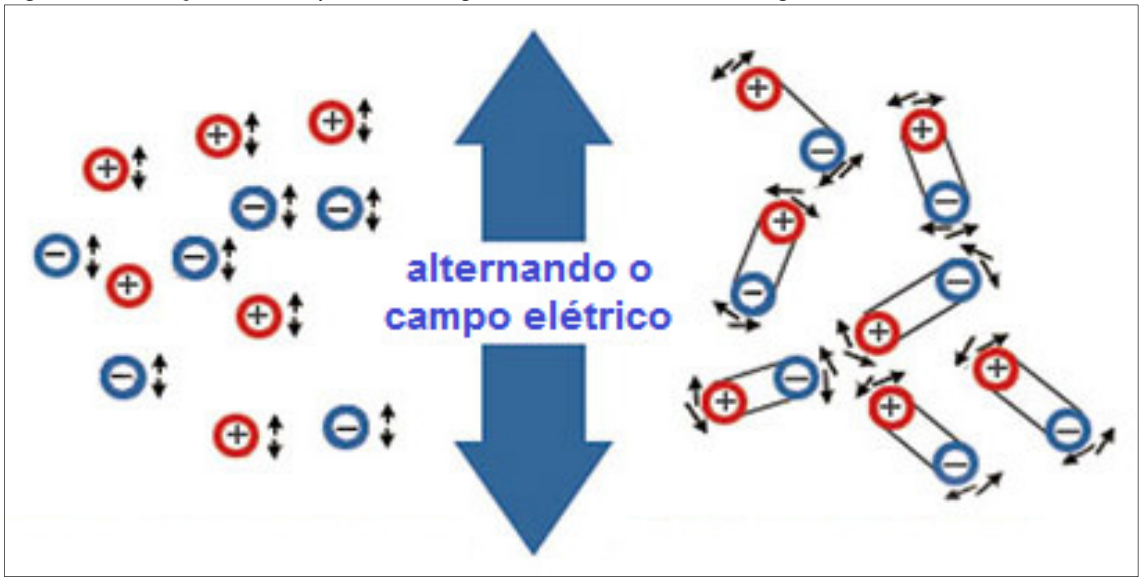
Figura 5 – Rotação do dipolo devido a mudança de campo elétrico



Fonte: Decareau, 1986.

Assim, de forma geral, destaca-se ainda dentre algumas teorias para explicar os mecanismos pelo quais as micro-ondas aquecem um material, os processos de aquecimento por polarização iônica como mostrado na Figura 6. A polarização ocorre quando os íons na solução se movem em resposta ao campo eletromagnético e o calor é gerado através das perdas por fricção e pela migração (movimento) dos íons dissolvidos.[27]

Figura 6 – Indução do campo eletromagnético em moléculas de água




Fonte: http://www.pueschner.com/en/microwave-technology/physical-basics.

Ambos os processos propiciam perdas em determinadas frequências, e não é geralmente fácil diferenciar experimentalmente entre os dois mecanismos. Consequentemente, as perdas são tipicamente reportadas como perdas efetivas

($\varepsilon''_{ef}$), quando os mecanismos de perdas são desconhecidos ou não podem ser claramente separados.[24]

O comportamento de materiais diante de micro-ondas pode ser caracterizado por sua permissividade elétrica (constante dielétrica, ε'), fator de perdas (constante de perdas, ε") e tangente de perdas (tan $\delta$ ). A permissividade elétrica é uma medida (no sentido de que é proporcional à) intensidade de energia armazenada no material por influência do campo elétrico, enquanto que o fator de perdas é uma medida da potência (energia em relação ao tempo) dissipada na forma de calor dentro do material. A tangente de perdas é simplesmente a relação entre o fator de perdas e a permissividade, ou seja, relaciona a potência dissipada com a energia armazenada e é um parâmetro muito usado para expressar a resposta dielétrica de um material ao campo de micro-ondas.

*3.2.4 Quantificação da energia de micro-ondas*

Dois parâmetros importantes para o processamento de micro-ondas são a potência absorvida (*P)* e a profundidade da penetração de micro-ondas (*D)* no material. Ao contrário de aquecimento convencional, estes parâmetros são altamente dependentes das propriedades dielétricas do material e, na prática, podem fornecer um outro grau de flexibilidade ao processo.

O aquecimento por micro-ondas é o resultado da dissipação de potência por um material em contato com o campo eletromagnético existente no interior de uma cavidade. Baseia-se a potência absorvida por unidade de volume através da eq. **(5)**.

$$P_v = 2\pi \cdot f \cdot \varepsilon'' \cdot |E|^2 \qquad (5)$$

Costuma-se referir os parâmetros ε' e ε" à constante dielétrica do vácuo $\varepsilon_0$ = 8,85 x $10^{-12}$ F/m, definindo-se assim a constante dielétrica relativa = por $\varepsilon'_r = \varepsilon'/\varepsilon_0$ portanto $\varepsilon' = \varepsilon'_r \times \varepsilon_0$, e o fator de perdas relativas por $\varepsilon''_r = \varepsilon''/\varepsilon_0$ portanto $\varepsilon'', = \varepsilon''_r \cdot \varepsilon_0$ e substituindo na eq. **(5)**, temos:

$$P_V = 2\pi \cdot f \cdot \varepsilon''_r \cdot \varepsilon_0 \cdot |E|^2 \tag{6}$$

Sendo $\varepsilon_0$ = 8,85 x $10^{-12}$ F/m e substituindo na eq. **(6)**, usando unidades do SI, temos:

$$P_V = 5{,}56 \times 10^{-11} \cdot f \cdot \varepsilon''_r \cdot |E|^2 \quad (W/m^3) \tag{7}$$

Também pode ser a equação apresentada de outra forma, pois como $\tan\ \delta = \varepsilon''_r / \varepsilon'_r \therefore \varepsilon''_r = \tan\ \delta \times \varepsilon'_r$, temos:

$$P_V = 5{,}56 \times 10^{-11} \cdot f \cdot \varepsilon'_r \cdot \tan(\delta) \cdot |E|^2 \quad (W/m^3) \tag{8}$$

$P_V$ = potência dissipada por unidade de volume (W/m$^3$);
$f$ = frequência do campo elétrico (Hz);
$|E|$ = intensidade do campo elétrico num ponto no interior do material (V/m);
$\varepsilon'_r$= constante dielétrica relativa
tan ( $\delta$ ) = tangente de perda e/ou fator de dissipação

Na eq. **(8)**, $|E|$ é a intensidade do campo elétrico, de frequência $f$, num ponto no interior do material. Este valor é muito menor do que o valor do campo na superfície, pois há dissipação de energia no percurso, da superfície até o ponto considerado. Portanto, neste caso de onda plana, a intensidade do campo elétrico dentro do dielétrico decai exponencialmente. Em primeira aproximação, supondo que uma onda eletromagnética plana uniforme incida perpendicularmente sobre a superfície plana do dielétrico, o campo elétrico no interior do material, à distância $z$ da superfície, é dado por:

$$E(z) = E_0 \exp^{-\alpha \cdot z} \tag{9}$$

$E(z)$ = campo elétrico no interior do material, à distância $z$ da superfície;
$E_0$ = intensidade do campo elétrico num ponto na superfície do material (*V/m*);
$\alpha$ = constante de atenuação e mostrado pela eq. **(10)**, válida para o caso do meio material não ser magnético.

$$\alpha = 1{,}48 \times 10^{-8} \cdot f \cdot \left\{ \varepsilon'_r \cdot \left[ \sqrt{\left(1 + \tan^2 \delta\right)} - 1 \right] \right\}^{1/2} (Np/m) \tag{10}$$

Destas equações tem-se que a potência dissipada na cota *z* é:

$$P_V(z) = 5{,}56 \times 10^{-11} \cdot f \cdot \varepsilon'_r \cdot \tan\delta \cdot |E_0|^2 \cdot \exp^{(-2.\alpha.z)} \quad (W/m^3) \tag{11}$$

Em consequência desta potência dissipada $P_V$(z), a temperatura, em função da penetração, medida em *°C/s*, por:

$$\frac{\partial T(z)}{\partial t} = \frac{P_V}{\rho \cdot Cp} \quad (°C/s) \tag{12}$$

$\rho$ = massa específica (*kg/m³*);

*Cp* = calor específico (*J/kg· °C*).

A profundidade de penetração das micro-ondas em um dielétrico é representada pela equação:

$$d = \frac{c}{2 \cdot \pi \cdot f} \cdot \left\{ \frac{2}{\varepsilon'_r \cdot \left[ \sqrt{\left(1 + \tan^2 \delta\right)} - 1 \right]} \right\}^{1/2} \quad (m) \tag{13}$$

No qual $c/f = \lambda_0$ é o comprimento de onda da radiação incidente. Como pode ser visto através destas equações, as propriedades dielétricas assumem um papel significativo na medida de potência absorvida por um material. A constante dielétrica (ε'), muito importante no processamento com micro-ondas, significa a capacidade de um material armazenar energia elétrica e é fundamental para determinar as dimensões da cavidade utilizada para processar um material, uma vez que determina o comprimento de onda das micro-ondas no interior da carga. Em contraste, o fator de perda (ε") pode ser considerado como a capacidade do material em converter a energia elétrica em calor.

As propriedades dielétricas também são parâmetros importantes na determinação da profundidade a que as micro-ondas irão penetrar no material. Como pode ser observado pela eq. **(13)**, quanto maiores os valores de $\tan(\delta)$ e $\varepsilon_r$, menor será a profundidade de penetração do campo em um comprimento de onda específico. A profundidade de penetração é importante, uma vez que irá determinar a uniformidade do aquecimento, cura, etc, em todo o material. Altas frequências e grandes valores das propriedades dielétricas irão resultar em aquecimento da superfície, enquanto as baixas frequências e pequenos valores de propriedades dielétricas irão resultar em mais aquecimento volumétrico.

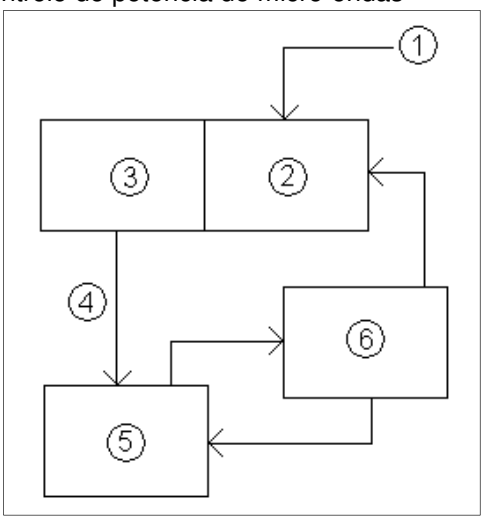
Uma das limitações no uso de energia de micro-ondas para o tratamento de materiais é a falta de dados dos parâmetros dielétricos na gama de frequências de micro-ondas em função da temperatura. Além da necessidade de bancos de dados expandidos sobre propriedades dielétricas de materiais com relação à temperatura e frequência, modelos preditivos precisam ser desenvolvidos para permitir a utilização mais eficaz desta tecnologia na fabricação.

### *3.2.5 Engenharia de micro-ondas*

O equipamento necessário para se obter energia eletromagnética de alta intensidade na faixa de micro-ondas objeto deste trabalho é composto por uma fonte DC (fonte de corrente contínua), por um gerador de micro-ondas, um aplicador e um sistema de controle mostrados pela Figura 7 de uma maneira simplificada. A fonte de corrente contínua é composta por um transformador e um retificador de tensão. O transformador tem a função de aumentar a tensão elétrica. Em alguns casos o valor poderá chegar à faixa de 30 kV. Em seguida, o retificador de tensão transforma a corrente alternada em corrente contínua que irá alimentar o gerador de micro-ondas. Este gerador é composto por uma válvula, que transforma a corrente contínua que a alimenta em ondas eletromagnéticas de alta frequência[28] que são direcionadas ao aplicador (cavidade/forno). Dependendo do nível de potência e do projeto do equipamento, um controle da potência de micro-ondas pode ser usado para ajustar sua intensidade de acordo com o material presente no aplicador, pois este poderá

interagir mais ou menos com o campo eletromagnético. Os próximos itens descrevem separadamente as funções de cada componente.

Figura 7 – Componentes de geração de micro-ondas 1) Potência de 60 Hz (corrente alternada); 2) Fonte de corrente contínua; 3) Gerador de micro-ondas; 4) Ondas eletromagnéticas; 5) Aplicador; 6) Sistema de controle de potência de micro-ondas




Fonte: O Autor, 2016.

### 3.2.5.1 Geração de micro-ondas

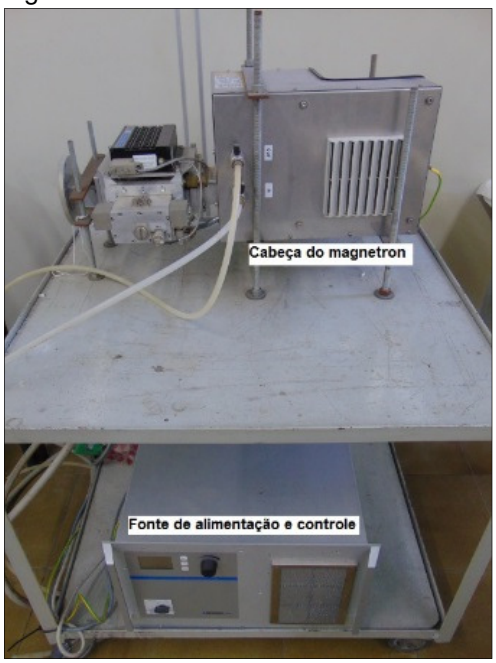
A geração da energia micro-ondas de alta intensidade é realizada por vários tipos de válvulas conhecidas por, *klystron*, *power grid*, *gyrotron* e *magnetron*. O *klystron* é utilizado quando se necessita de ondas pulsadas de grande potência. São utilizados em radares civis e militares, processos industriais especiais, em pesquisas científicas em aceleradores lineares, e em medicina mais precisamente em terapias contra o câncer. Sua eficiência é de 50% a 60%.[29] O *power grid* é um tipo de gerador de baixo custo, utilizado em frequências mais baixas. Este gerador é semelhante aos geradores de ondas de transmissão de rádio AM, FM e de televisão.[29] O *gyrotron* que emite ondas de grande potência e alta frequência; é muito caro, volumoso e pesado, e é utilizado em processos de fusão através do plasma. Sua eficiência é de 50% a 60%.[29]

O *magnetron* é o gerador mais utilizado para aquecimento e, portanto mais conhecido, pois ele está presente em fornos domésticos além de possuir um custo menor em relação a outros geradores de alta potência devido à grande quantidade fabricada.

Geradores de micro-ondas na frequência de 2,45 GHz e que utilizam a válvula magnetron são projetados para fornecer energia eletromagnética estável e controlável e estão disponíveis em duas configurações padrão: a integrada e a modular. Um sistema de micro-ondas integrado consiste em todos os seus subsistemas e subcomponentes contidos dentro de um gabinete, enquanto que nos sistemas de micro-ondas modulares seus componentes são fornecidos separadamente, ou seja, a fonte de alimentação separada e interligada por cabos com a cabeça do magnetron. Esta por sua vez pode ser fornecida com refrigeração a ar ou a água com base no ambiente operacional e as restrições de localização.[30]

A Figura 8 mostra um gerador modular com potência de micro-ondas na frequência de 2,45 GHz e regulável até 6 kW da marca Richardson Electronics, modelo TM060.0.

Figura 8 – Gerador de micro-ondas modular




Fonte: O Autor, 2016.

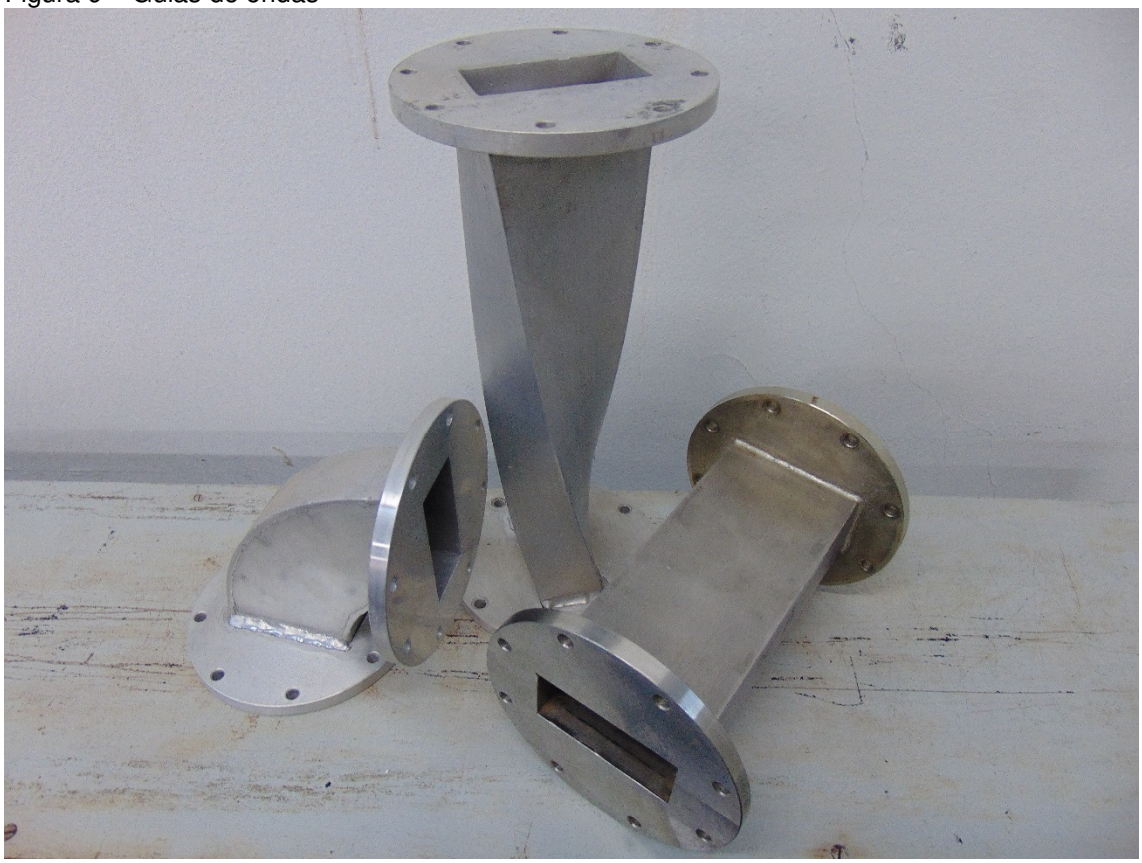
### 3.2.5.2 Linhas de transmissão

A energia eletromagnética viaja ao longo de uma linha de transmissão como ondas guiadas. Várias linhas de transmissão são usadas para transportar micro-ondas de forma eficiente a partir da fonte (gerador) para a carga

(cavidade/aplicador) e as principais são o cabo coaxial rígido e o guia de ondas com seção retangular ou cilíndrica. A escolha por um dos dois é usualmente baseada em considerações elétricas e mecânicas.

O guia de ondas mais usual é o de seção transversal retangular e seu tamanho depende da frequência utilizada. Para aplicações utilizando a frequência de 2,45 GHz uma possibilidade é a de usar o guia WR284 (designação referente a *Electronic Industries Association – EIA*). Um guia de onda é tipicamente construído a partir de três materiais: alumínio, cobre e aço inoxidável. O alumínio é o material mais comumente usado e escolhido principalmente por possuir baixo custo. O cobre é utilizado em aplicações especiais onde a condutividade e a perda de calor são as principais preocupações. O aço inoxidável é frequentemente usado em sistemas que utilizam altas temperaturas como sinterização de cerâmicas, redução carbotérmica de óxidos metálicos, etc, além do processamento de alimentos e aplicações farmacêuticas em que exigências sanitárias estão presentes. A Figura 9 mostra vários tipos de guia de ondas com seção retangular.

Figura 9 – Guias de ondas



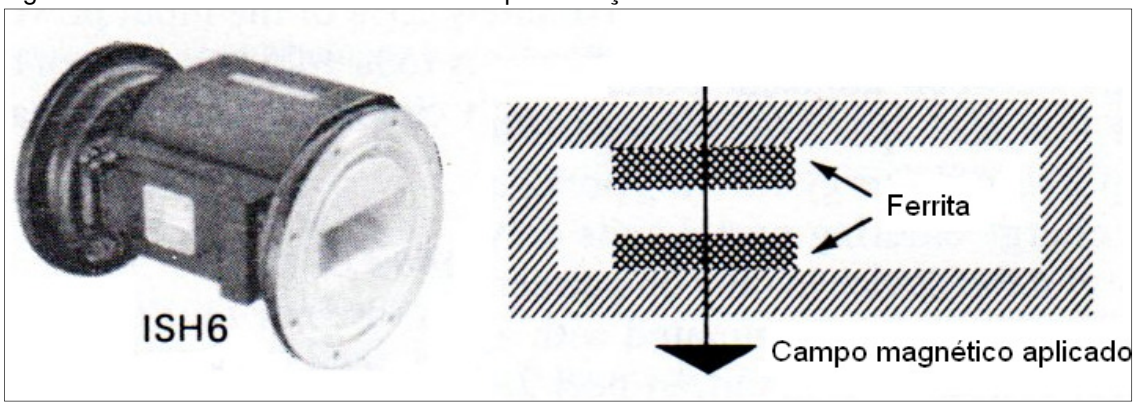
Fonte: O Autor, 2016.

3.2.5.3 Circulador/Isolador

A potência de micro-ondas gerada pelo magnetron pode ser afetada pelo superaquecimento resultante das micro-ondas refletidas pelo material, causando a diminuição da eficiência do gerador e consequentemente diminuindo a sua vida útil. Isso ocorre quando as ondas eletromagnéticas produzidas pelo magnetron são refletidas pelo material e voltam em direção a ele.

Dispositivos que “removem” micro-ondas refletidas foram desenvolvidos para proteger o magnetron e manter a consistência da energia fornecida. Existem dois tipos de dispositivos para esta finalidade: o isolador e o circulador. O isolador é composto por um guia de onda e uma barra de ferrita com campo magnético polarizado posicionado transversalmente no seu interior. Devido aos fenômenos eletromagnéticos, as ondas refletidas são atenuadas na barra de ferrita não seguindo para o gerador de micro-ondas. Estão normalmente localizados mais próximos ao gerador de micro-ondas.[26] A Figura 10 apresenta a foto de um isolador.

Figura 10 – Foto de um isolador e a sua representação com ferrita.

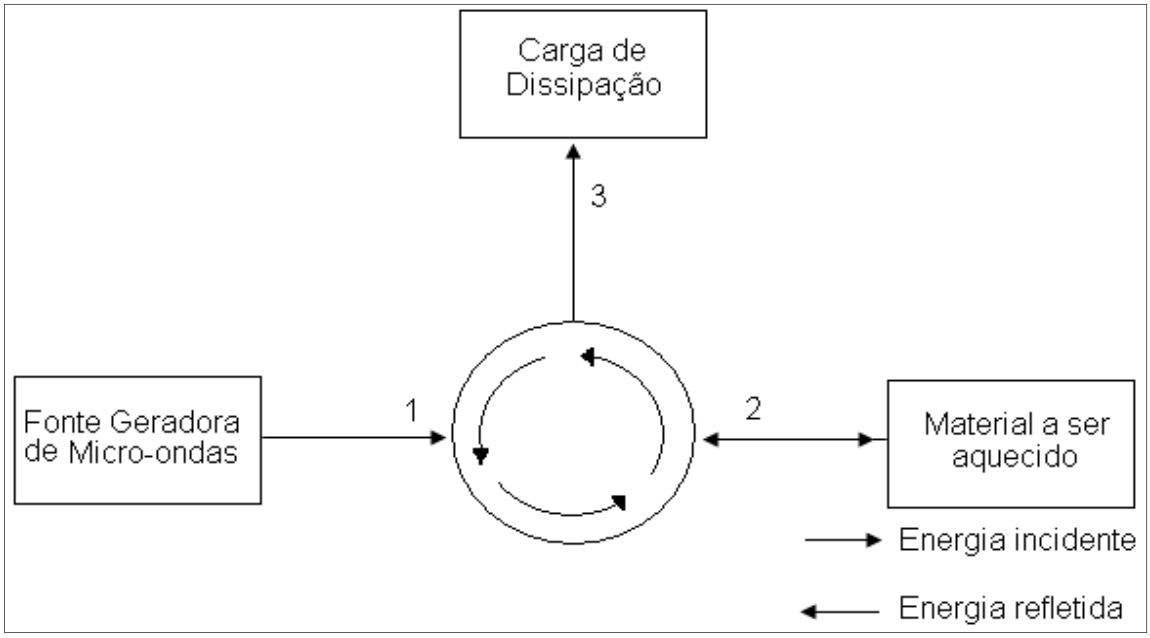



Fonte: Decareau,1986.

O circulador é um dispositivo de três acessos com o objetivo de forçar o fluxo da energia de micro-ondas em direção única, não permitindo que o fluxo de potência retorne para sua fonte geradora. A Figura 11 apresenta um esquema do funcionamento do circulador. A energia entra pela porta 1 e sai apenas pela porta 2, e a energia que entra pela porta 2 somente pode ir para a porta 3 onde fica localizada uma carga de dissipação, que absorve a radiação refletida. A Figura

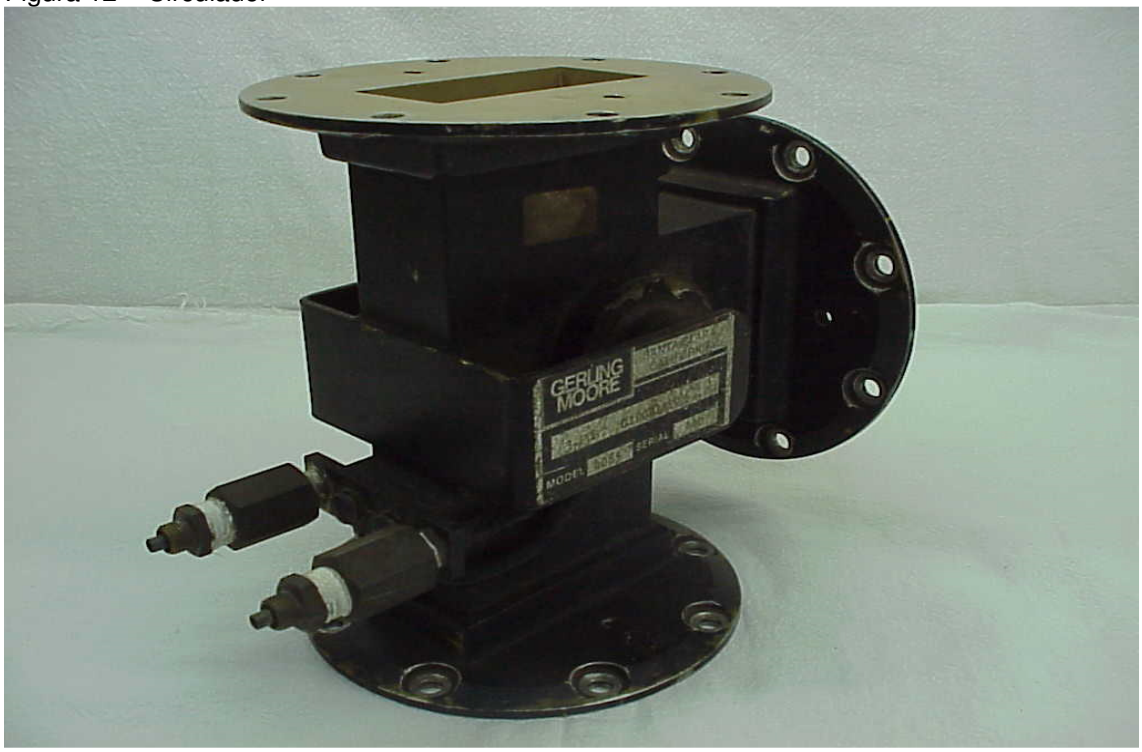
12 apresenta a foto de um circulador. Portanto, quando as ondas saem da fonte geradora em direção ao material e não são refletidas, o sistema está em condição de operação ideal.[26]

Figura 11 – Esquema de funcionamento do circulador




Fonte: Decareau, 1986.

Figura 12 – Circulador

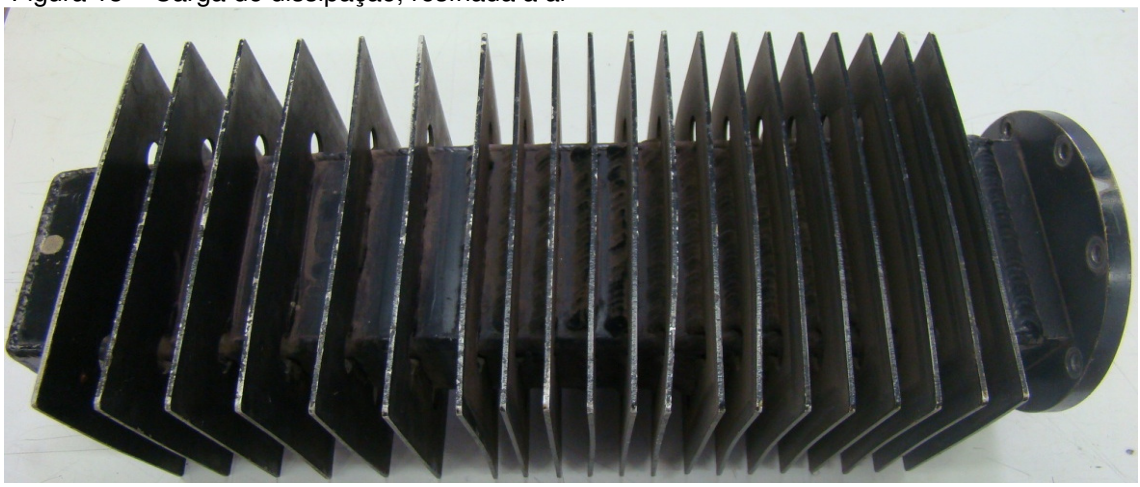



Fonte: O Autor, 2016.

### 3.2.5.4 Cargas de dissipação

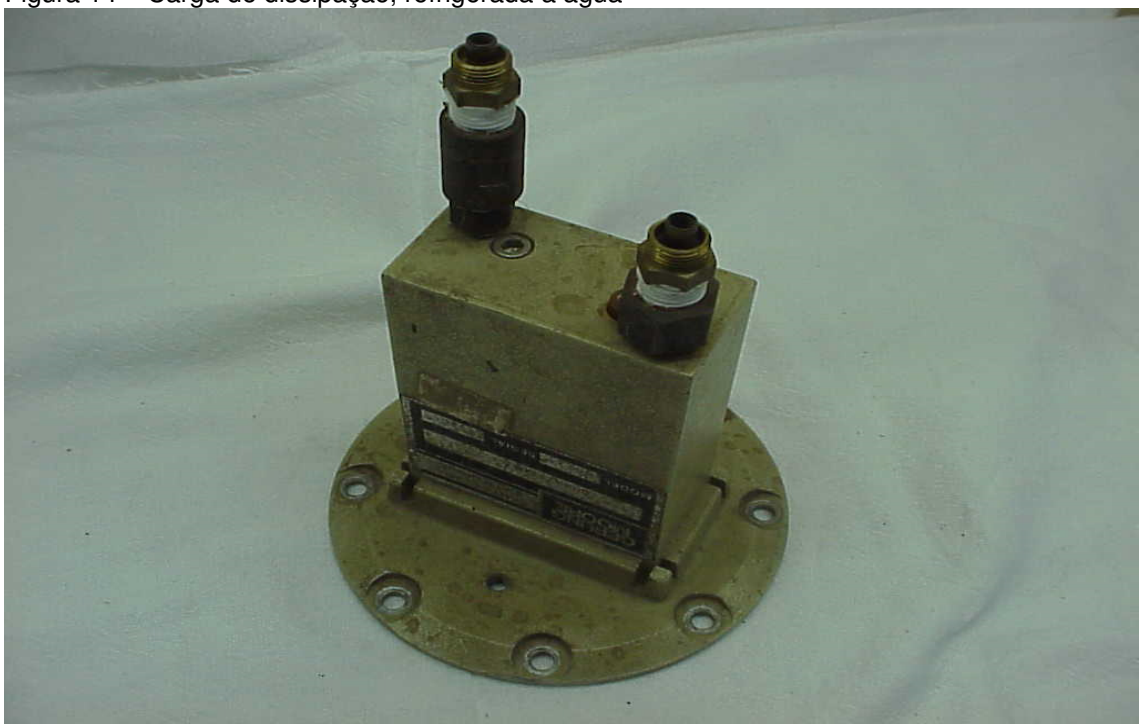
Uma carga de dissipação é utilizada para absorver a energia de micro-ondas a partir do sistema de micro-ondas dissipando-a sob forma de calor.[26] Frequentemente usado como uma carga de terminação em um isolador e há dois tipos: a que utiliza o próprio ar e aletas para dissipar o calor como mostrado pela Figura 13 e a refrigerada a água como mostrado pela Figura 14.

Figura 13 – Carga de dissipação, resfriada a ar



Fonte: O Autor, 2016.

Figura 14 – Carga de dissipação, refrigerada a água

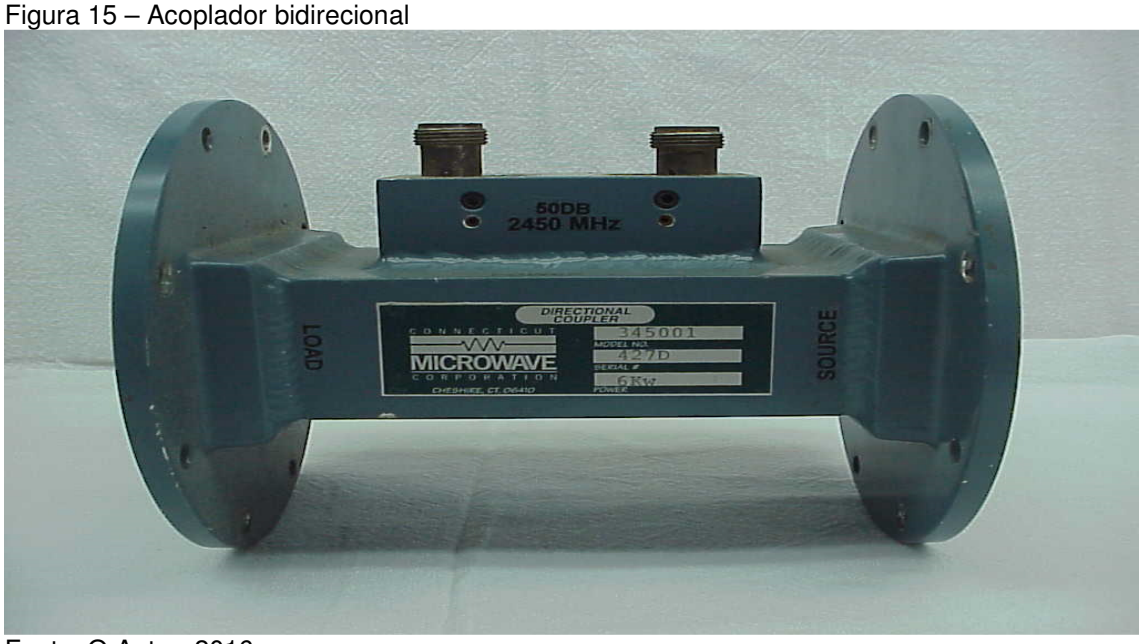


Fonte: O Autor, 2016.

### 3.2.5.5 Acoplador bidirecional

Um acoplador bidirecional é um dispositivo que permite medir separada e independentemente a potência de micro-ondas incidente (a que sai do gerador) e a refletida (a que retorna da carga) em um sistema de micro-ondas.[26] Nas aplicações de alta potência o acoplador direcional é construído em um guia de ondas. Em outras palavras, é um dispositivo com habilidade para distinguir entre duas direções de fluxo de potência. O monitoramento contínuo das potências incidente e refletida nos acessos da cavidade é muito importante, pois sinaliza o andamento do processo e indica o ponto de operação dos geradores de potência. Sua saída é um sinal de rádio frequência muito atenuado, isto é, com um valor propositadamente reduzido a fim de adequá-lo à interface de comunicação com equipamentos de medição. Uma forma de medir a energia amostrada é usar um sensor de potência conectado à porta de medição do acoplador bidirecional como mostrado pela Figura 15. O sensor de potência calibrado para uma faixa de frequência e uma atenuação específica, interpreta o sinal presente na saída do acoplador bidirecional e envia essa informação para o medidor de potência. Outro método de medição comum é a utilização de um detector de diodo ligado à porta de medição do acoplador. O diodo gera uma voltagem que, por processos eletrônicos não lineares, pode indicar o valor da potência.

Figura 15 – Acoplador bidirecional



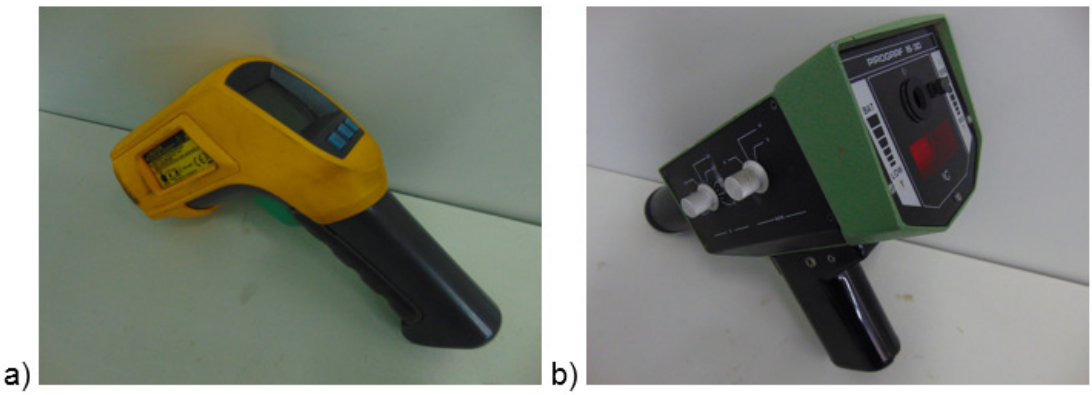

Fonte: O Autor, 2016.

### *3.2.6 Temperatura*

Procedimentos de medição de temperatura convencionais que utilizam termopares metálicos não são adequados para fazer estas medições num ambiente com micro-ondas, pois podem causar problemas de interferências eletromagnéticas, provocando a distorção do campo elétrico ou afetando os componentes eletrônicos utilizados para medição da temperatura, bem como os erros devidos ao aquecimento localizado excessivo, particularmente na ponta da sonda.

Apesar das técnicas ópticas medirem a temperatura da superfície de um material aquecido, o que pode ser significativamente diferente do que as temperaturas internas, mais as mudanças de emissividade durante o processo, o mais indicado para registro de temperaturas em ambientes no qual a fonte de calor seja eletromagnética é o uso de pirômetros ópticos, de radiação ou infravermelhos. A figura 16 mostra um termômetro infravermelho e um óptico, respectivamente.

Figura 16 – (a) Termômetro infravermelho (-40 a 820°C), (b) Termômetro óptico (880 a 2000°C)




Fonte: O Autor, 2016.

## 3.3 Estado da arte sobre redução carbotérmica de minério de ferro com micro-ondas

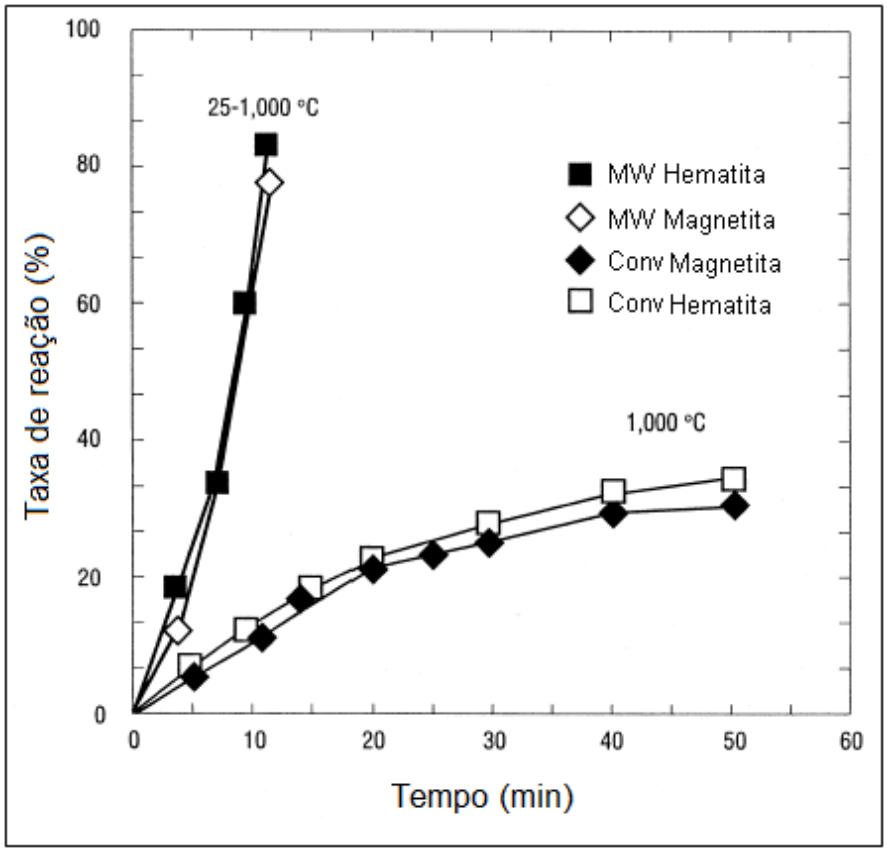
As primeiras pesquisas com a ideia de aplicar a energia de micro-ondas para reduzir minério de ferro são datadas no início da década de 90. O primeiro trabalho publicado teve como autores Standish e Wormer[1] (1990) e eles compararam a redução carbotérmica da hematita ($Fe_2O_3$) e magnetita ($Fe_3O_4$)

com coque e/ou carvão como agentes redutores e óxido de cálcio e/ou calcário como fundentes em aquecimento convencional e por micro-ondas. Em ambas as formas de aquecimento, aproximadamente 70 g de amostra em pó foram colocadas em um cadinho de argila refratária e comprimidas à mão. O cadinho, durante os ensaios era envolvido por uma manta de fibra cerâmica da marca Kaowool e posicionado sempre no centro do forno. Os ensaios com aquecimento convencional foram realizados em forno mufla (marca e modelo não especificados) mantendo uma temperatura constante de 1000℃ desde o início enquanto que os ensaios por aquecimento com micro-ondas utilizou-se um forno doméstico da marca SHARP modelo R-2370 operando a 2,45 GHz de frequência com potência máxima de 1300 W com as paredes internas revestidas por um material isolante térmico. As temperaturas foram medidas através de um termopar de cromo-alumínio que era inserido rapidamente na amostra através de um furo na lateral do cadinho. A perda de massa era registrada por uma balança. Ambas as medidas eram feitas pela porta do forno e com a geração de micro-ondas interrompida para não falsear as leituras. Os testes terminaram quando a temperatura atingia 1000℃.

A Figura 17 mostra o principal resultado deste pioneiro estudo e indica que a taxa de aquecimento por micro-ondas foi muito maior que a taxa de aquecimento convencional. Isto, segundo os autores, está diretamente ligado ao aquecimento volumétrico provocado pelas micro-ondas, de modo que as pelotas aquecem do interior para a superfície resolvendo um problema de transferência de calor encontrado em processos convencionais e ainda uma possível diminuição da energia de ativação significando assim um aumento da taxa de reação.

Os autores baseados em uma suposição racional para o capital e custos de operação, ainda concluíram que o processo de redução por micro-ondas poderá ser mais econômico do que a operação convencional em torno de 15 a 50%.

Figura 17 – Comparação da redução carbotérmica convencional e por micro-ondas



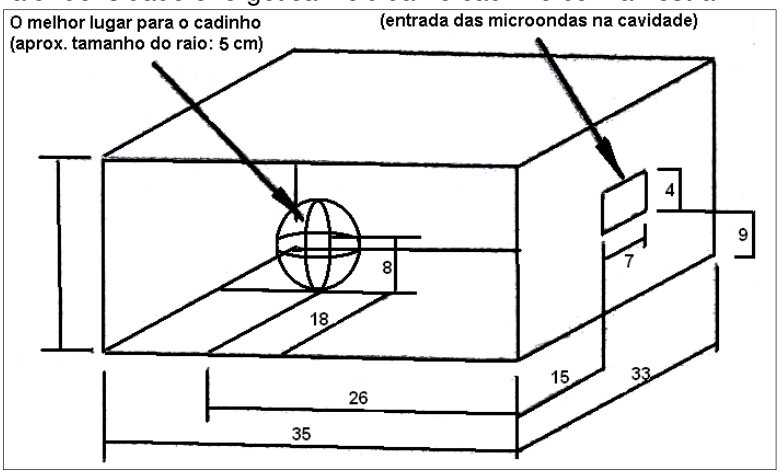

Fonte: Standish e Wormer, 1990.

Ainda em 1991 Standish agora com outro pesquisador chamado Pramusanto[31] demonstraram que irradiando micro-ondas no minério de ferro antes da redução carbotérmica aumenta a taxa de reação. Os minérios utilizados foram o Lampung (66,8%Fe), proveniente da Indonésia e o Whyalla (% de ferro não fornecida) do sul da Austrália. Os equipamentos de micro-ondas utilizados para a pré-irradiação foram dois fornos domésticos da marca SHARP modelos R-9360 e R-2370 operando a 2,45 GHz de frequência com potência máxima de 700 W e 1300 W respectivamente. A temperatura da amostra no interior de um cadinho cerâmico foi medida através de um termopar de cromo-alumínio aterrado na parte superior da cavidade. Após a etapa de aquecimento com micro-ondas as amostras eram reduzidas em forno elétrico termogravimétrico convencional provido de gás redutor CO e gás inerte $N_2$, medidores de vazão, controle de temperatura e um registrador de dados conectado em um computador. Os resultados apresentaram que as maiores taxas de reação aconteciam para o minério pré-tratado com micro-ondas durante 6 minutos a 1300 W obtendo 96% de conversão versus 84% de redução para um minério sem a pré-irradiação.

Segundo os autores isto ocorreu, após análises microscópicas, pela maior porosidade encontrada no minério tratado ocasionada pelo trincamento das partículas devido ao aquecimento seletivo que as micro-ondas proporcionam.

Alguns anos depois Aguilar e Gomes[32] (1997) apresentaram os resultados de testes de redução carbotérmica realizados com pelotas de minério de ferro Alzada proveniente do México (Colima) e carbono proveniente de eletrodos de grafite usados em fornos a arco, em forno doméstico de micro-ondas com potência máxima de 800 W. Os resultados foram comparados com taxas de reação obtidas em processo realizado em forno de resistência elétrica a 1100°C. Antes destes ensaios os autores realizaram vários testes de redução com micro-ondas para definir melhores condições de operação neste forno, a saber: a melhor proporção de carbono na pelota; a melhor posição do cadinho com amostra no interior da cavidade e a influência de usar um cadinho (óxido de alumínio) ou apenas a pelota. Concluíram que a quantidade de carbono deve ser 3.5 vezes ao estequiométrico, que a melhor posição do cadinho no interior da cavidade é a mostrada pela Figura 18 devido possuir maior densidade energética e que os testes realizados com e sem cadinho fornecem os mesmos resultados.

Figura 18 – Representação esquemática da posição no interior de uma cavidade doméstica aonde possui maior densidade energética incidida no cadinho com amostra

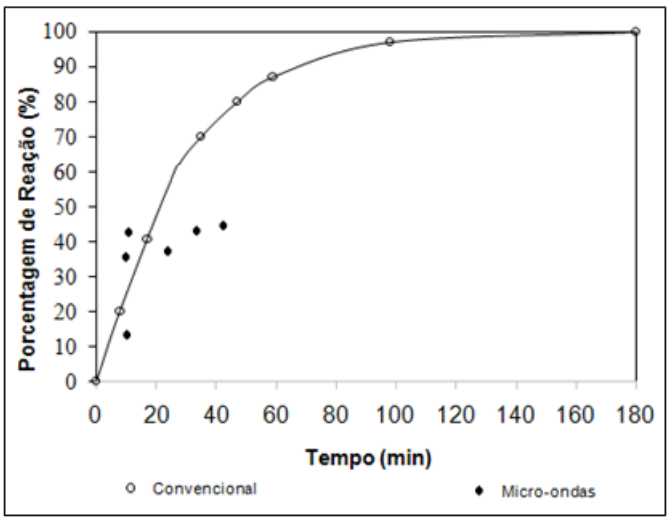



Fonte: Aguilar e Gomes,1997.

Os resultados mostraram ainda que a cinética de redução foram similares sob ambas as formas de aquecimento. Mas no processo com micro-ondas, a taxa de reação essencialmente parou quando o grau de redução atingiu 40% como mostrada através da Figura 19. Micrografias obtidas por um microscópio

eletrônico de varredura mostraram que ferro e faialita ($Fe_2SiO_4$) fundidos estavam presentes nas amostras reduzidas sob campo eletromagnético. Os autores atribuíram esta diminuição da taxa de reação devido ao processo ser governado por difusão e, portanto quando se formar na superfície da pelota um filme metálico, o agente redutor perde a eficiência dificultando a difusão do CO, além da energia de micro-ondas não penetrar na massa reagente devido a barreira metálica formada. Porém quando este filme não se desenvolvia os testes atingiram 100% de taxa de reação. Outro problema encontrado foi a medida da temperatura. Os autores estimaram a temperatura examinando as fases presentes nas amostras.

Figura 19 – Taxa de reação versus tempo para processamento com micro-ondas a 800 W, e aquecimento convencional a 1100ºC

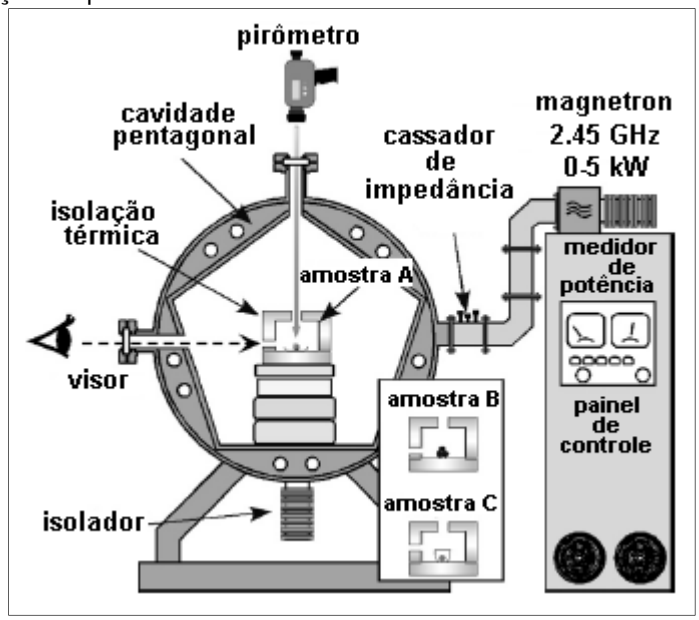



Fonte: Aguilar e Gomes, 1997.

Em 2006, um grupo de pesquisadores japoneses, Ishizaki, Nagata e Hayashi[33] (2006) desenvolveram um forno com formato pentagonal para estudar a redução carbotérmica de óxidos metálicos com micro-ondas. O equipamento diferenciava dos fornos domésticos tradicionais utilizados a começar pelo formato da câmara de reação ser pentagonal. Segundo os autores esta geometria facilita a homogeneização entre o campo elétrico e magnético não encontrado em cavidades retangulares. Uma outra característica deste forno é de possuir um gerador de micro-ondas com potência maior, em torno de 5 kW na frequência 2,45 GHz. A temperatura é medida através de um pirômetro óptico localizado na parte superior do forno e a taxa de reação acompanhada visualmente por um

visor localizado no lado externo da câmara. A Figura 20 mostra uma ilustração deste equipamento.

Figura 20 – Ilustração esquemática de um forno de micro-ondas com cavidade pentagonal



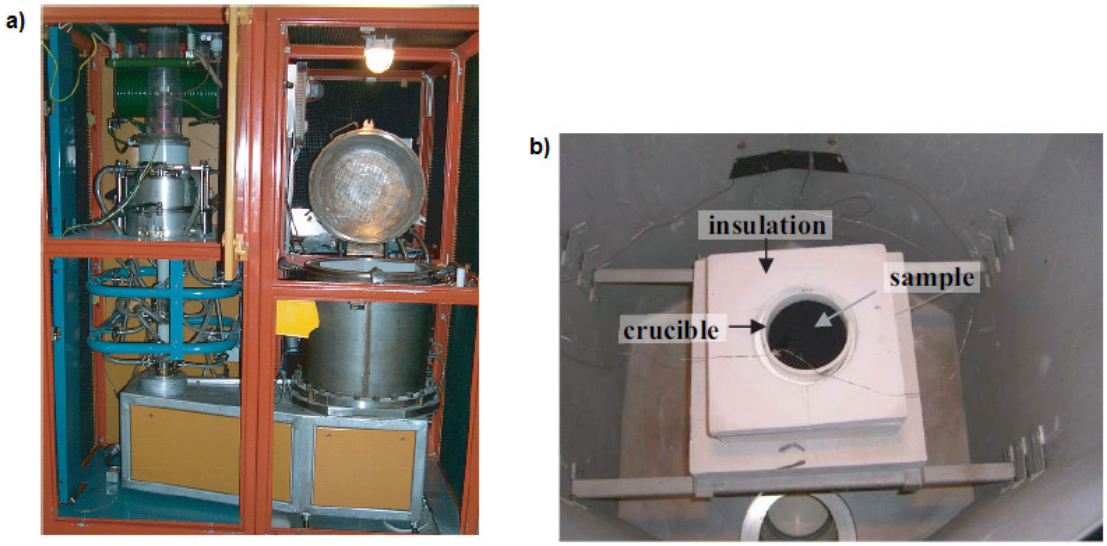

Fonte: Ishizaki, Nagata e Hayashi, 2006.

O trabalho mostrou a produção de ferro gusa a partir de pelotas compostas pelo minério magnetita ($Fe_3O_4$, Romeral), carvão (Robe River) e bentonita como aglomerante. As pelotas foram colocadas no meio da cavidade e cobertas por um isolante térmico de alumina revestido internamente com carbeto de silício para aquecer e compensar a perda de calor da amostra. As potências de micro-ondas irradiadas foram de 1 kW, 2 kW e 3 kW. Através das análises por difração de raios x a redução iniciou a 820°C e completou-se a aproximadamente entre 1150°C a 1250°C. Só não foi possível obter o ferro gusa nos ensaios com potência irradiada de micro-ondas de 1 kW. A escória foi facilmente separado do ferro gusa produzido e o conteúdo de impurezas foi muito baixo.

Takayama et al[34] (2008) além de estudarem o efeito de diferentes frequências de micro-ondas na redução da magnetita ($Fe_3O_4$) para a produção de ferro gusa apresentaram também um forno com geometria hexagonal. A fim de explorar os possíveis efeitos da variação das frequências, misturas em pó entre magnetita e carvão (89:11% em peso) foram processados em diferentes sistemas de micro-ondas que operam a 2,45 GHz e 30 GHz, respectivamente. Para as experiências com ondas em milímetros, ou seja 30 GHz, foi utilizado um gerador gyrotron como mostrado pela Figura 21a. O equipamento gera uma potência controlada

entre 0-15 kW em operação contínua e a cavidade na forma hexagonal caracteriza uma melhor homogeneidade de campo eletromagnético.

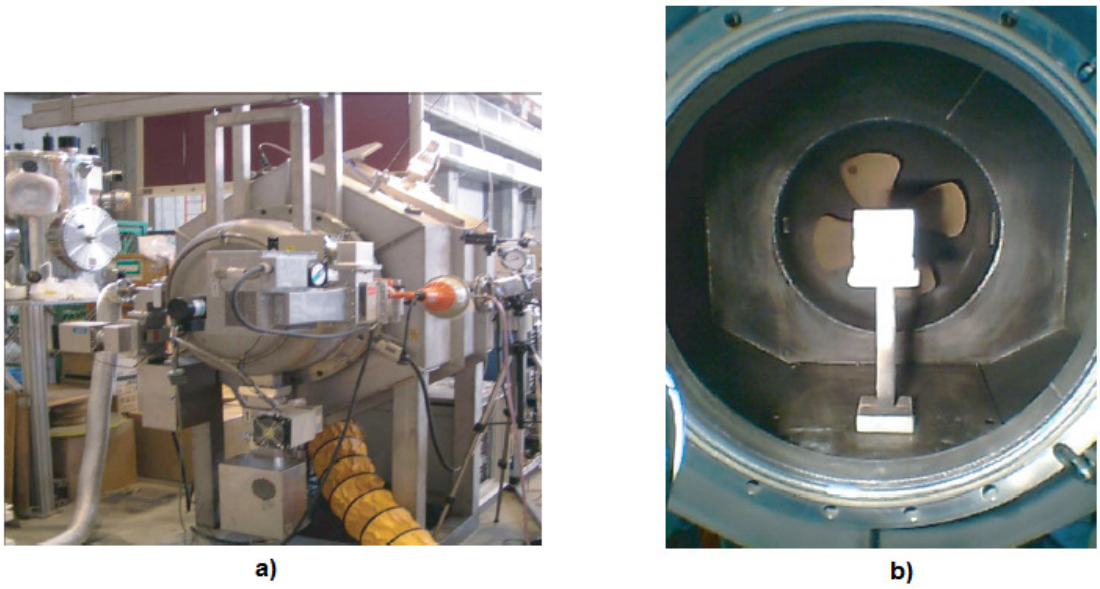
Figura 21 – a) Gyrotron 30 GHz; b) Aparato de reação no interior da cavidade hexagonal




Fonte: Takayama et al, 2008.

A amostra foi colocada em um aparato de reação constituído em um cadinho de alumina revestido por um isolante térmico como mostrado pela Figura 21b. Já para ondas em centímetros, ou seja 2,45 GHz, também foi utilizado uma cavidade hexagonal porém o forno está equipado com cinco geradores de micro-ondas com capacidade de gerar 2,5 kW cada além de dois misturadores de modo para dispersarem ondas estacionárias conforme Figura 22 a e b.

Figura 22 – a) Cavidade hexagonal, b) Aparato de reação no interior da cavidade

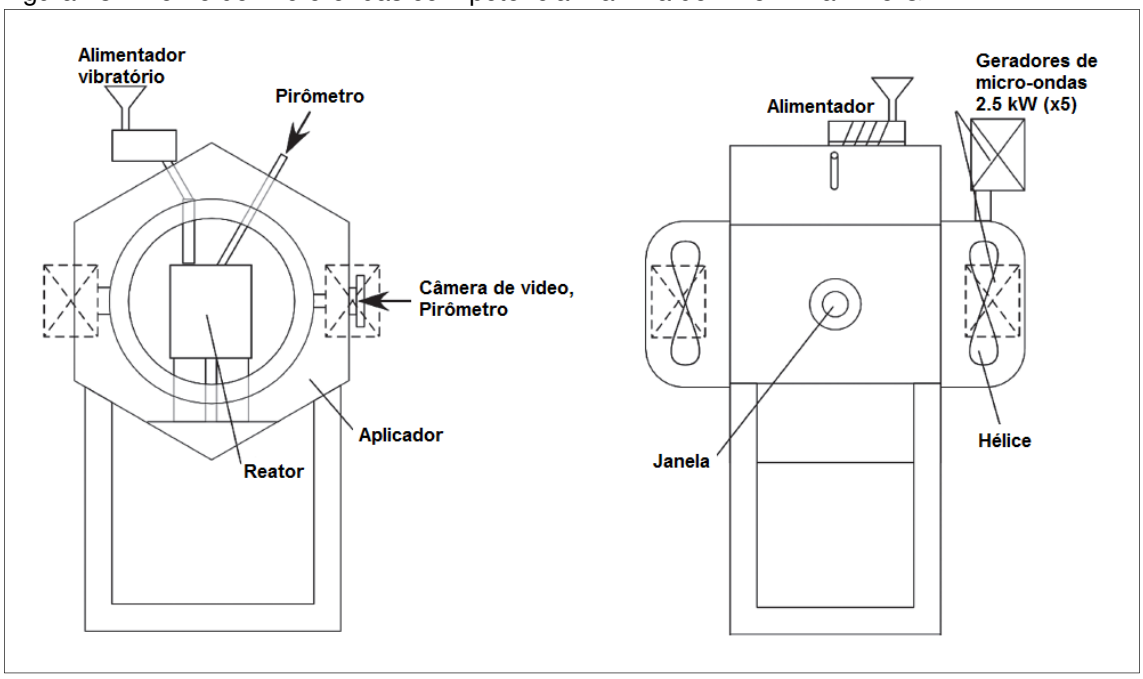



Fonte: Takayama et al, 2008.

Os resultados mostraram que ferro gusa de alta qualidade pode ser obtido na frequência de 30 GHz. No entanto, no caso do aquecimento em 2,45 GHz a redução atingiu a fase FeO o que sugere que o processo de redução não pode ser completado.

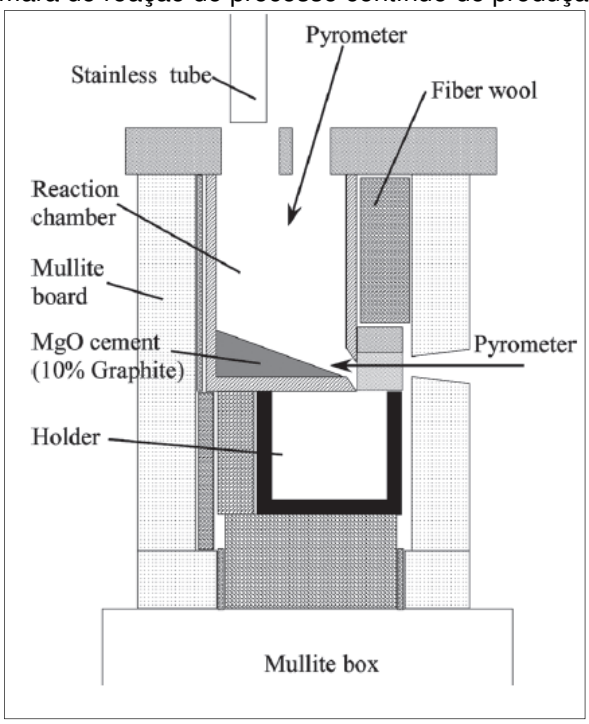
Hara et al.[35] (2011) estudaram a produção de ferro gusa através de processo contínuo com micro-ondas e nas discussões das condições necessárias para o aumento de escala do processo. A Figura 23 mostra que o forno utilizado é idêntico ao usado por Takayama (2008) diferenciando apenas o sistema de alimentação da matéria prima, feita por um alimentador vibratório instalado na parte superior e do aparato de reação. Este aparato, mostrado pela Figura 24, constitui em um cadinho de alumina ou magnésia revestido por isolantes térmicos com uma abertura lateral para vazar o ferro gusa fundido em um outro cadinho de apoio. As temperaturas eram registradas, ora por um pirômetro infravermelho ora por uma câmera de vídeo, tanto na saída lateral, através da janela de quartzo como superior através de um outro tubo de aço inox instalado na carcaça.

Figura 23 – Forno de micro-ondas com potência máxima de 12.5 kW a 2.45 GHz




Fonte: Hara et al, 2011.

Figura 24 – Câmara de reação do processo contínuo de produção de ferro-gusa



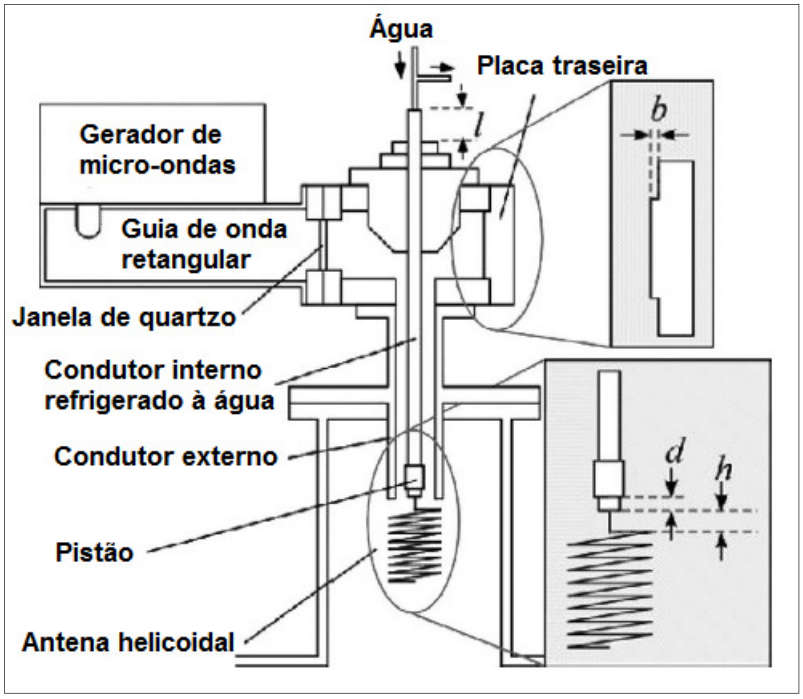

Fonte: Hara et al, 2011.

Como resultado deste estudo os autores afirmaram que é possível produzir ferro gusa continuamente porém relataram muitos obstáculos a serem vencidos sob aspecto de ampliação de escala, a saber: da diminuição da temperatura na câmara de reação devido a alimentação contínua da matéria prima; da corrosão do cadinho de alumina pelo FeO indicando que a pressão parcial do oxigênio na matéria prima seja elevada bem como a existência de um equilíbrio entre o FeO e o Fe; do entupimento do tubo de sangria devido o ferro gusa fundido não absorver micro-ondas; do entupimento do tubo de alimentação da matéria prima ocasionado pela sinterização do pó; da diminuição das perdas térmicas pelas paredes do forno; e do fato da porcentagem de ferro presente na magnetita não se transformar em ferro gusa devido ao pó flutuar dentro forno e haver perdas tanto para os gases de saída como deposito nas paredes do forno.

No ano seguinte Hara et al.[36] (2012) otimizaram o forno utilizado no trabalho anterior[36] para tentar produzir ferro gusa líquido com micro-ondas. O equipamento foi projetado para operar com até 20 kW de micro-ondas usando para irradiá-las 8 antenas helicoidais instaladas em guias de ondas retangulares. Estes dispositivos, também conhecidos como lançadores de micro-ondas e com capacidade de irradiar até 2,5 kW de micro-ondas cada na frequência de 2,45

GHz, foram conectados ao forno através de tubos cilíndricos como mostrado pela figura 25.

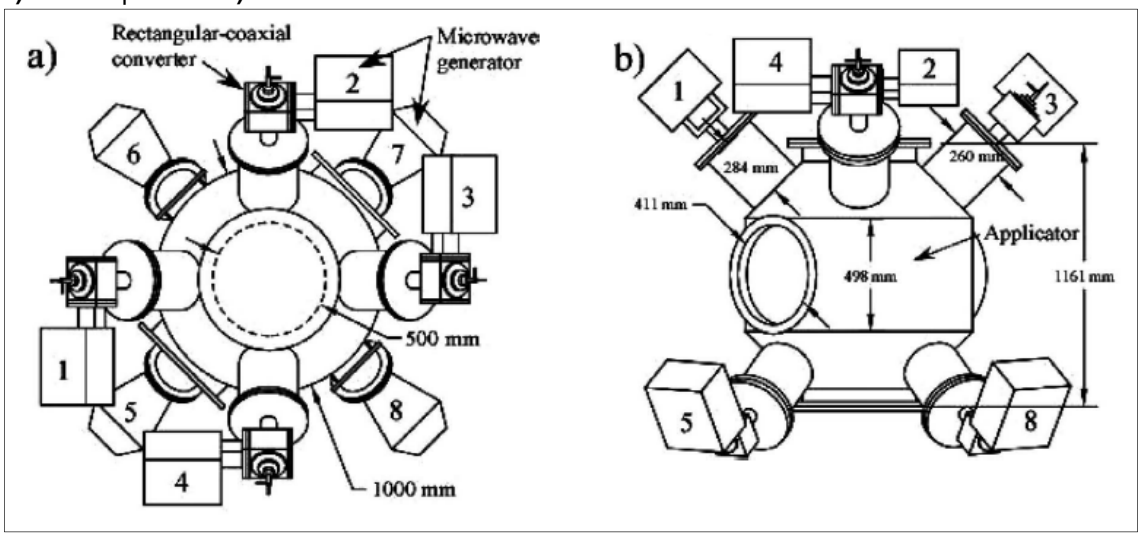
Figura 25 – Esquema do disposto conversor guia de onda retangular para cabo coaxial e da antena helicoidal




Fonte: Hara et al, 2012.

Quatro dos oito tubos cilíndricos estão instalados na parte superior do forno e quatro na parte inferior todos direcionados para o centro do aplicador. Tanto as antenas superiores e inferiores foram deslocadas em 45 graus entre si a fim de evitar que as micro-ondas se anulem propiciando assim um campo com alta densidade eletromagnética no interior da cavidade. O forno, construído em aço inoxidável, tem forma externa semelhante a uma esfera e interna a um hexagonal com 1 m de diâmetro e 1,2 m de altura como mostrado pela Figura 26 e possui registro de propriedade intelectual sob o número EP2023068A1.

Figura 26 – Forno com 8 geradores de micro-ondas a 2,45 GHz com 2,5 kW de potência cada. **a)** vista superior **e b)** vista lateral




Fonte: Hara et al, 2012.

O forno possui ainda 4 tampas com diâmetro de 50 cm cada, uma localizada no topo, outra no fundo e duas em ambos os lados da cavidade. Estas tampas possuem um dispositivo de segurança para garantir que a geração de micro-ondas seja interrompida ao abri-las. Para visualizar o interior do forno as tampas laterais possuem uma janela de quartzo com 10 cm de diâmetro revestida por uma tela de cobre de 25 mesh no interior delas para evitar vazamento de micro-ondas. A tampa instalada na parte superior possui dois tubos de aço inox com diâmetro interno de 2 cm, um para a entrada do gás $N_2$ e um para os fumos de saída. Os autores durante o desenvolvimento do trabalho realizaram alguns experimentos para testar a funcionalidade do equipamento. As potências de micro-ondas usadas foram de 20 kW e 17,5 kW enquanto que a massa foi de 1 kg da mistura em pó entre minério de ferro “Romeral” e grafite a 18% em massa por ensaio. Esta mistura foi inserida em um cadinho construído de tijolo de mulita porosa e colocada no centro do aplicador. Os resultados mostraram que em ambas as potências de micro-ondas irradiadas a carga rapidamente produziram ferro fundido com 100% do ganho de ferro por volta de 1400℃ durante 30 min. Nos ensaios a 20 kW a temperatura aumentou drasticamente a 950℃ durante os primeiros 6 minutos e a magnetita foi reduzida para wustita (FeO). Depois então a wustita foi gradualmente reduzida a ferro com emissão de luminescência. As concentrações de impurezas, tais como fósforo e silício no gusa foram muito menores do que aquelas presentes em ferro gusa de alto-forno devido a

vaporização durante a redução do minério de ferro sob rápido aquecimento. Em contrapartida o teor de enxofre foi superior ao encontrado em alto forno devido à pouca quantidade de escória.

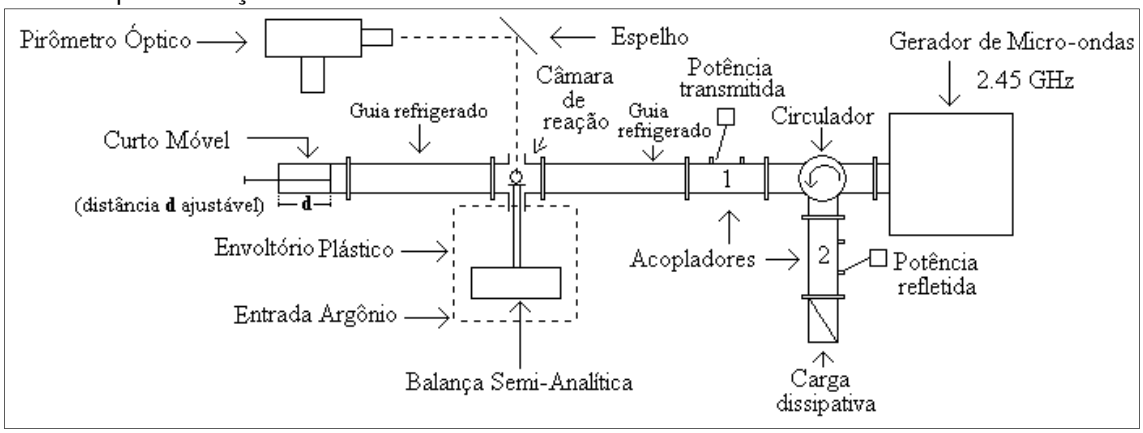
Castro et al[6,11,13] apresentaram um equipamento para o processamento de reduções carbotérmicas sob campo de micro-ondas, permitindo pleno controle da potência fornecida e da medida da energia de micro-ondas efetivamente aplicada à carga em processo de redução podendo assim realizar balanços de energia e determinar a taxa de reação com altos níveis de confiança. O equipamento permitiu, sobretudo, a medida simultânea de temperatura e de massa do material sob redução, e a fácil reprodutibilidade das condições de ensaio.

O protótipo desenvolvido tem duas importantes seções, ou seja, a das micro-ondas e a câmara de redução carbotérmica. As micro-ondas são geradas através de um gerador de 2,45 GHz de potência regulável até 3 kW como mostrado pelas Figuras 27 e 28. 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 a potência refletida para uma carga dissipativa (sem reflexão). Utilizam-se dois acopladores direcionais, um que permite medir a potência de micro-ondas irradiada (a que sai do gerador) e outro a potência refletida (a que retorna do forno). Estas medidas são realizadas com dois medidores de potência que registram as potências de micro-ondas irradiada e refletida. O curto-móvel posiciona o máximo campo elétrico ou o máximo campo magnético possível sobre a carga como mostrado na Figura 29. Em termos práticos, permite localizar em dado ponto do guia um determinado valor de campo elétrico e/ou magnético, variando a distância entre este ponto e o curto.

Figura 27 – Forno para redução carbotérmica e aquecimento de materiais por irradiação de micro-ondas

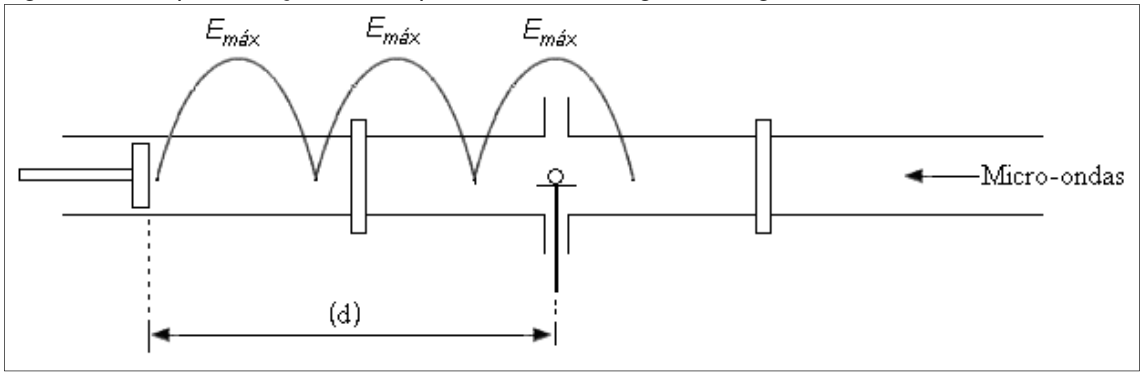
Fonte: O Autor, 2012.

Figura 28 – Diagrama esquemático do forno para redução carbotérmica e aquecimento de materiais por irradiação de micro-ondas




Fonte: O Autor, 2012.

Figura 29 – Representação do campo elétrico em um guia retangular em curto




Fonte: O Autor, 2012.

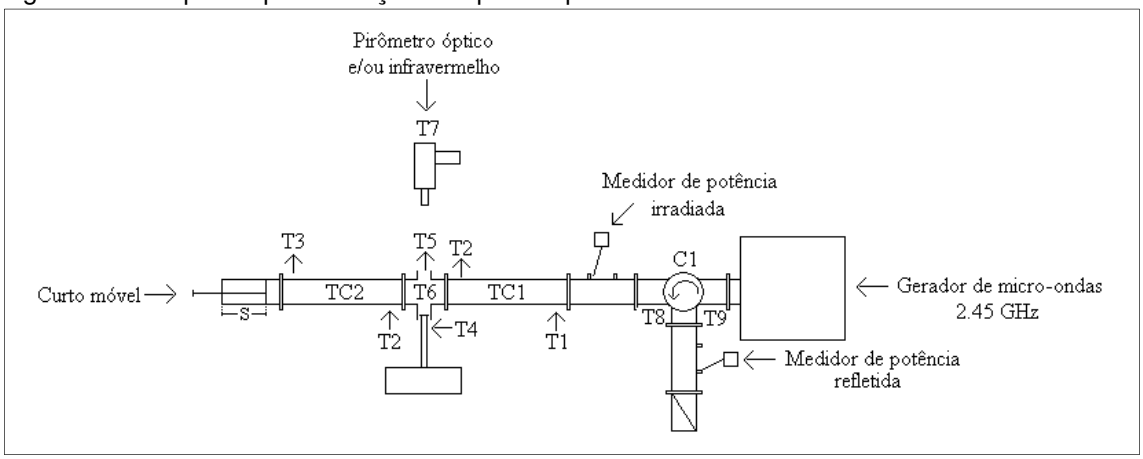
Os filtros de micro-ondas localizados na parte inferior e superior da câmara de reação asseguram a alimentação da pelota ao interior do reator e a saída do gás inerte e fumos. A temperatura destes gases de saída é medida através de um termômetro de fibra óptica localizado na boca do filtro superior. 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. A comunicação e a coleta de dados para um computador foram realizadas por um software. O envoltório plástico possui entrada para argônio e para o fio de alimentação de energia da balança semi-analítica e na parte frontal entrada para inserir um dos três tipos de cadinho que suportam a pelota durante os ensaios. Este sistema permite que tanto a balança semi-analítica como o reator estejam em ambiente inerte. A temperatura no interior da câmara de reação pode ser lida através de um pirômetro óptico, por meio de um espelho localizado logo acima do filtro superior ou por um termômetro infravermelho direcionado à amostra. A vazão de argônio adotada para todos os ensaios foi de 0,85 L/min e sua temperatura é medida através de um termômetro de fibra óptica inserido na tubulação de alimentação. Os guias de onda estão envolvidos em trocadores de calor para resfriá-los durante o processo de redução e também para quantificar por meio de termômetros na entrada e na saída do fluído refrigerante (água) a energia absorvida em forma de calor. A vazão do fluído refrigerante é de 0,50 L/min é medida por rotâmetros.

Em todos os testes operacionais do protótipo procedeu-se à redução carbotérmica de minério de ferro (Carajás), utilizando coque de petróleo (88,8% carbono fixo) como redutor em proporção estequiométrica através de pelotas

esféricas. Obtiveram-se curvas cinéticas de redução de minério de ferro e de consumo de energia durante o processo.

Para se obter balanços de energia com alta precisão, ou seja, realizar uma análise da energia de micro-ondas efetivamente consumida na redução do minério, antes dos ensaios de redução foi quantificada as perdas de energia para o equipamento vazio. Durante estes ensaios eram quantificadas a energia absorvida na forma de calor pelos trocadores de calor, pelos guias de ondas, câmara de reação, gás inerte, base e cadinho de fibra cerâmica, cadinho de carbeto de silício 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 ($P_{equipsa}$).

Figura 30 – Esquema para aferição das perdas para o sistema

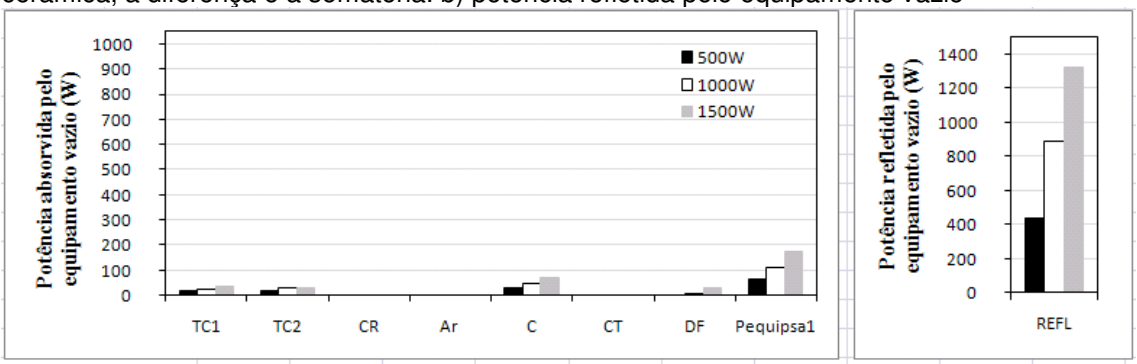



Fonte: O Autor, 2012.

A Figura 30 apresenta um esquema do equipamento para aferição das perdas de energia para o sistema. A cada 3 minutos as temperaturas dos trocadores de calor, do circulador e do gás argônio entrando e saindo do reator foram registrados por termômetros de fibra óptica. Já a temperatura da carcaça externa do reator, bem como a da superfície da base ou do cadinho de fibra cerâmica ou do cadinho de carbeto de silício foram monitoras por termômetro óptico e/ou infravermelho. T1 é a temperatura da água de refrigeração na entrada do trocador de calor TC1. T2 e a temperatura da água de refrigeração na saída e na entrada dos trocadores de calor TC1 e TC2, respectivamente. T3 é a temperatura da água de refrigeração na saída do trocador de calor TC2. T4 e T5

são as temperaturas do gás argônio na entrada e na saída da câmara de reação CR. T6 é a temperatura média das paredes externas da câmara de reação CR. T7 é a temperatura da superfície do tarugo ou do cadinho de fibra cerâmica CT ou ainda do cadinho de carbeto de silício CSiC. T8 e T9 são as temperaturas da água de refrigeração na entrada e saída do circulador C.

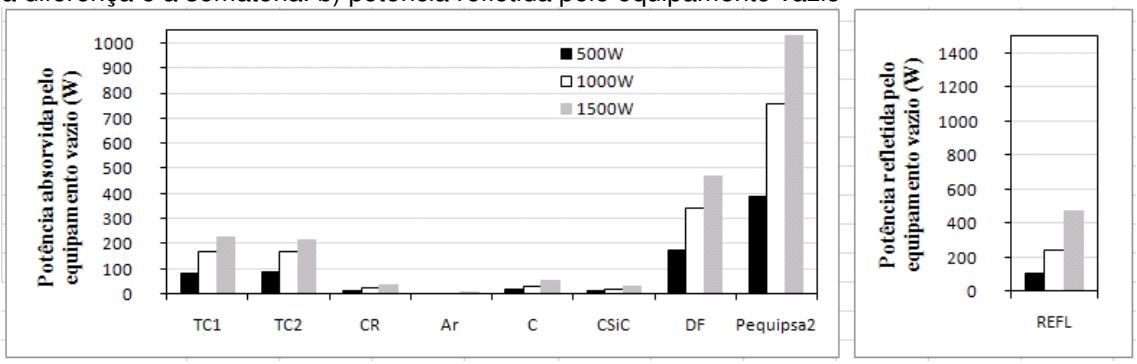
Figura 31 – a) potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento vazio na forma de calor pelos trocadores de calor, câmara de reação, gás inerte, circulador, base e cadinho de fibra cerâmica, a diferença e a somatória. b) potência refletida pelo equipamento vazio




Fonte: O Autor, 2012.

Houve perdas insignificantes tanto para o cadinho ou tarugo de fibra cerâmica como para o gás argônio e para a câmara de reação. Afirmou-se que as perdas para o material cerâmico na forma de tarugo como na forma de cadinho são as mesmas.

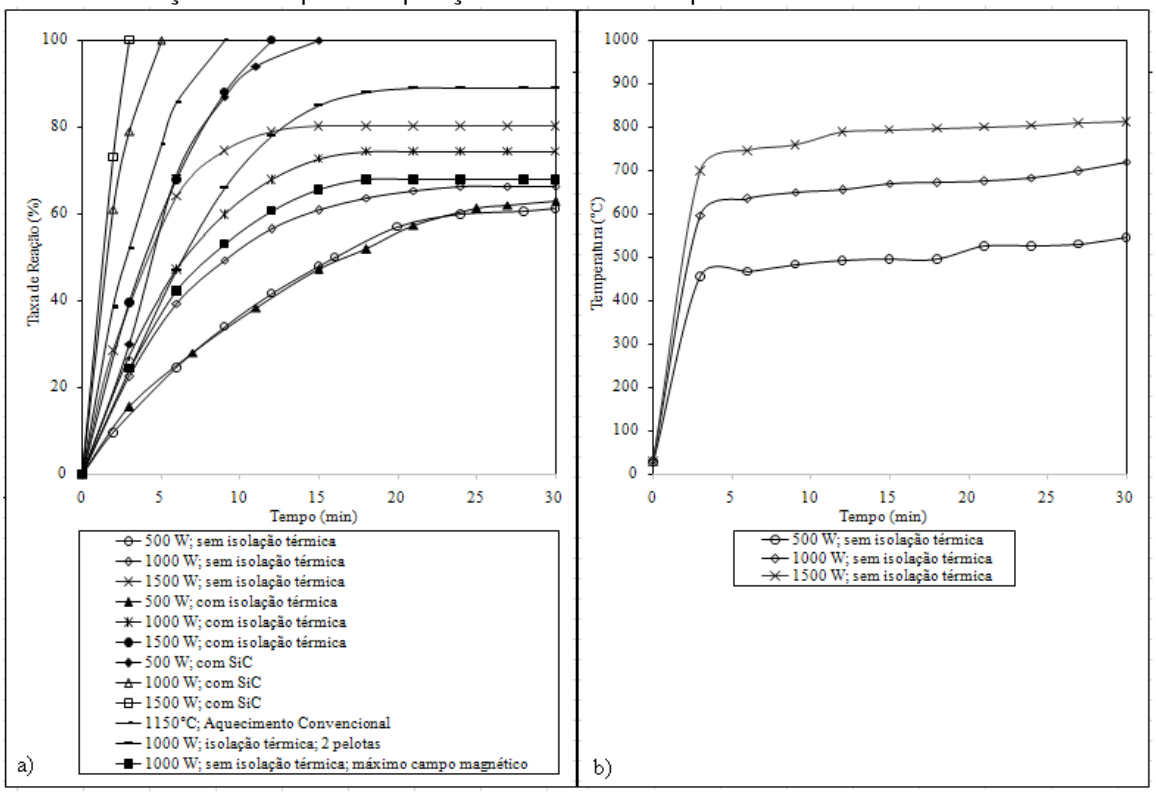
Figura 32 – a) potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento vazio na forma de calor pelos trocadores de calor, câmara de reação, gás inerte, circulador, cadinho de carbeto de silício, a diferença e a somatória. b) potência refletida pelo equipamento vazio




Fonte: O Autor, 2012.

A somatória, representada pelas colunas “Pequipsa1” na Figura 31 para ensaios com e sem isolante térmico e “Pequipsa2” na Figura 32 para ensaios com cadinho de carbeto de silício, corresponde à potência de micro-ondas absorvida pelo equipamento durante ensaio com o equipamento sem amostra.

Figura 33 – a) Taxa de reação; b) Temperatura da superfície da pelota sem isolação térmica ambos em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas

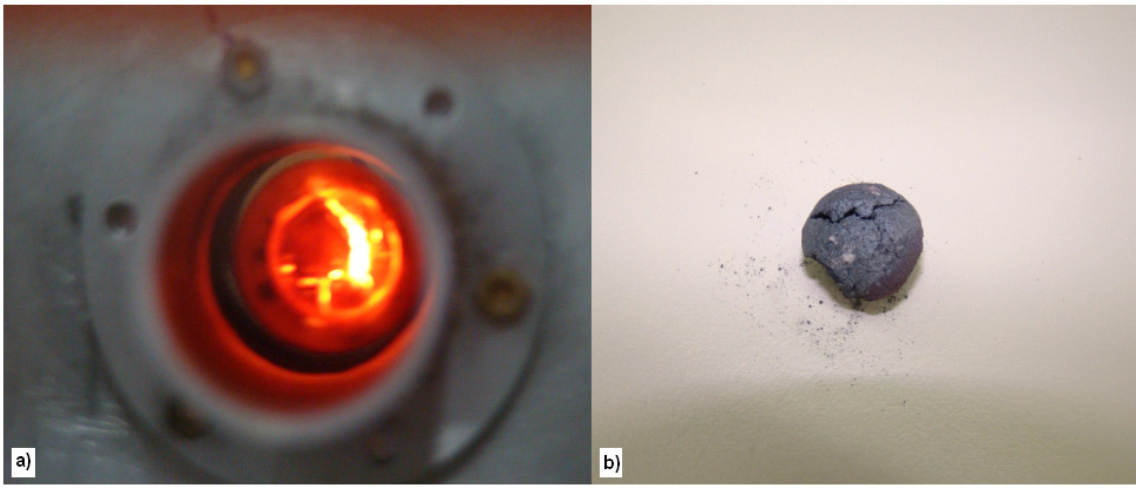



Fonte: O Autor, 2012.

Após os ensaios de perdas de energia foram obtidas as taxas de reação. Comparando as curvas da Figura 33a 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 à energia utilizada maior será a taxa de reação e menor o tempo de processamento, principalmente utilizando cadinho de carbeto de silício. As taxas de reação apresentadas 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. Percebe-se ainda, que não há completa redução carbotérmica em nenhum dos três níveis de potência tanto para amostras com isolação, como sem isolação térmica. 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 33b. 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 como

pode ser visto através da Figura 34. Nos ensaios com cadinho de fibra cerâmica e carbeto de silício a pelota estava no interior de um cadinho com tampa, portanto não foi possível medir a temperatura.

Figura 34 – Pelota sob irradiação a 1500 W de micro-ondas sem isolação térmica; a) durante o ensaio; b) após o ensaio




Fonte: O Autor, 2012.

Um problema comum encontrado nos ensaios de redução carbotérmica com micro-ondas sem isolação térmica era 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, principalmente a válvula do gerador de micro-ondas, pois não havia instalado nenhuma dispositivo de segurança.

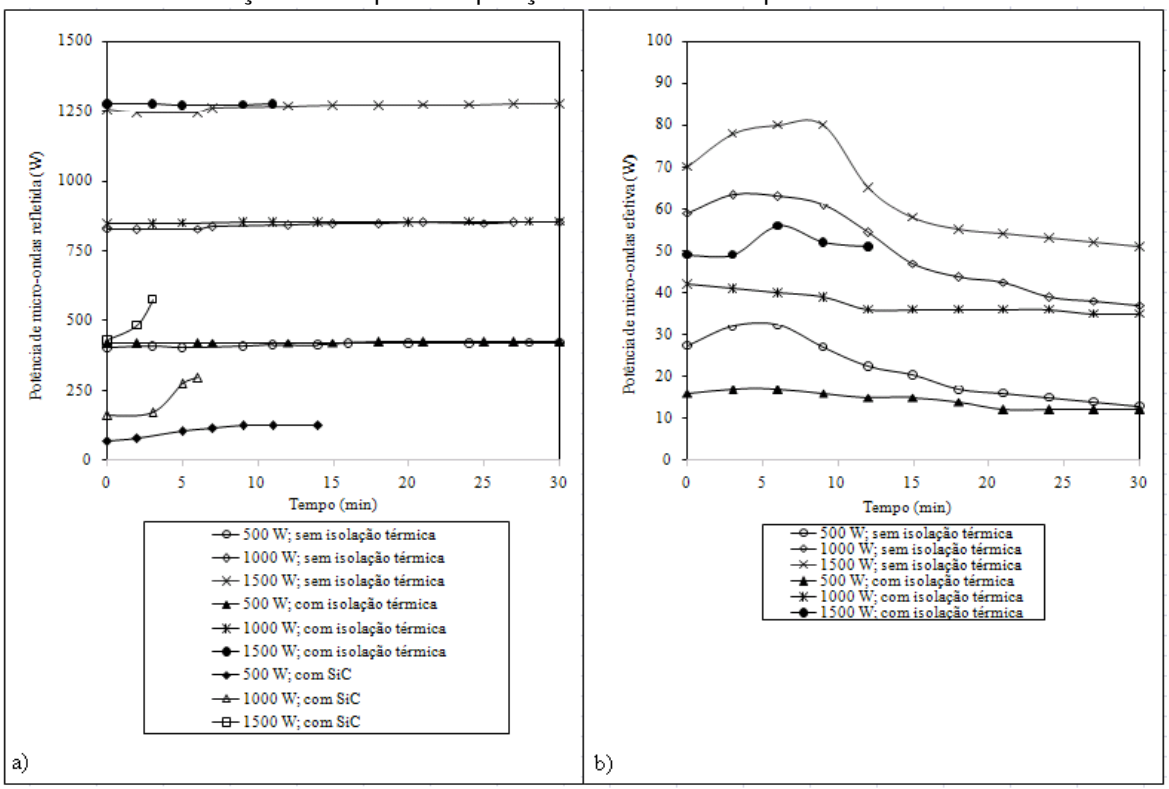
Os ensaios realizados com isolação térmica mostraram ser eficientes apenas na potência de 1500 W. Neste nível de energia a taxa de reação atingiu 100% em 12 minutos. Atribui-se esta melhora à eficiência da isolação térmica do sistema. Foi constatado que a 500 W e a 1000 W de potência de micro-ondas irradiada a taxa de reação não atingiu 100%. Isto se deve ao isolante térmico não estar corretamente dimensionado para não haver perdas térmicas para o meio ambiente. O tamanho da câmara de reação limitou o dimensionamento correto do isolante térmico. As baixas taxas de reação encontradas para amostras sem isolação térmica é devido principalmente às perdas térmicas por radiação para o meio ambiente.

As taxas de reação para pelotas isoladas e não isoladas termicamente são praticamente idênticas com 500 W de potência irradiada de micro-ondas. Percebe-se um comportamento linear e com valores de porcentagem de redução próximos a 60%. Tal fato pode ser explicado devido à densidade energética existente na câmara de reação não ser suficiente para se ter uma melhor interação entre o substrato e a energia fornecida, mesmo a amostra estando isolada termicamente, obtendo assim uma diminuição das perdas térmicas por radiação, e uma diminuição da energia efetiva.

Nas curvas de redução com cadinho de carbeto de silício observa-se que a 1500 W e 1000 W a taxas de reação atingem 100% em 3 e 5 minutos respectivamente. Com 500 W irradiado atingiu-se 100% de redução em 14 minutos. Estes resultados obtidos encontram sempre em valores superiores aos encontrados a 1150℃ com aquecimento convencional. A presença do carbeto de silício aumentou consideravelmente a velocidade de redução. Em ambas as situações houve completa redução e fusão do metal formado, pois a temperatura externa do cadinho atingiu aproximadamente 1200℃ e 1350℃, respectivamente. No caso de 500 W irradiados, percebe-se um comportamento da taxa de reação inferior ao encontrado a 1150℃, pois a temperatura do cadinho foi em torno de 820℃.

Observou-se ainda que, em se mantendo o fornecimento da potência de micro-ondas o período de aumento da energia refletida mostrado pela Figura 35a ou a queda da absorção da potência mostrado pela Figura 35b 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.

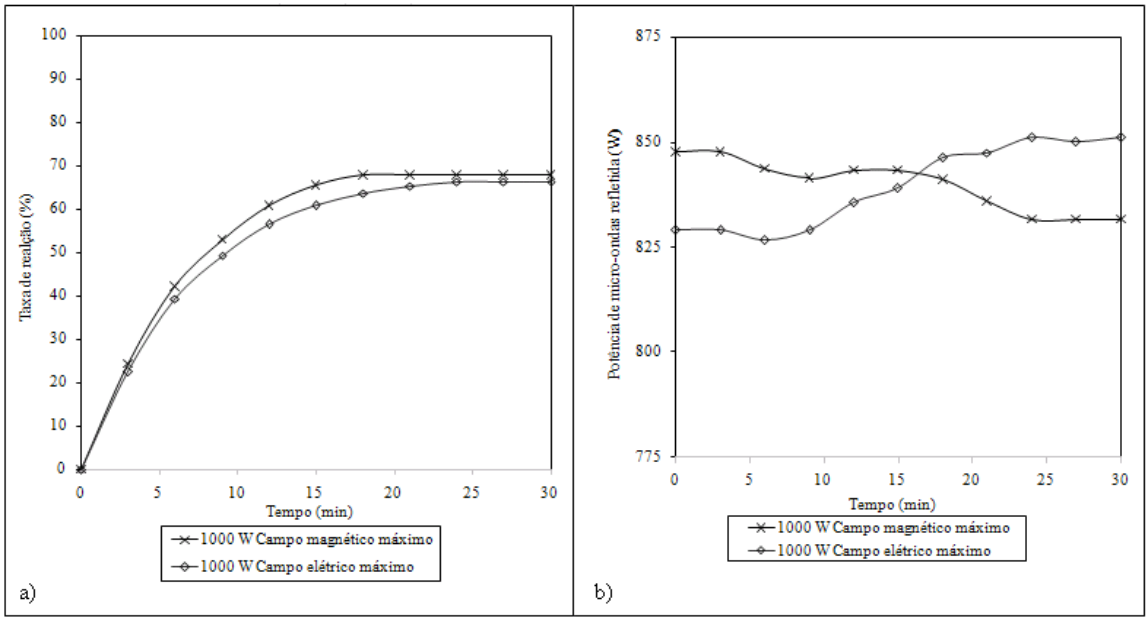
Figura 35 – a) Evolução da potência de micro-ondas refletida e b) efetiva durante a redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potências às micro-ondas




Fonte: O Autor, 2012.

Não foi possível determinar as energias efetivas na pelota no interior do cadinho de carbeto de silício nos três níveis de potência de micro-ondas irradiada, pois nos ensaios o equipamento não estava previamente estabilizado termicamente como realizado nas reduções carbotérmicas com e sem isolante térmico, ou seja, os ensaios iniciaram com o equipamento frio. A energia absorvida pelo equipamento sem amostra e com cadinho de carbeto de silício mostrados através da Figura 32 só é válida quando o equipamento atinge equilíbrio térmico. Para estabilizar o equipamento com o cadinho de carbeto de silício se faz necessário pelo menos 20 minutos de irradiação de micro-ondas até que todos os dispositivos do equipamento atinjam a faixa de equilíbrio térmico, procedimento utilizado nos ensaios com e sem isolação térmica. Este período de aquecimento inicial é muito instável gerando valores imprecisos impossibilitando a quantificação da energia efetivamente imposta à pelota. Este empecilho foi gerado devido a não possibilidade de manipular o cadinho de carbeto de silício em altas temperaturas.

Figura 36 – a) Taxa de reação e b) Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (W) em função do tempo de exposição a 1000 W de potência de micro-ondas no máximo campo elétrico e no máximo campo magnético na redução carbotérmica de uma pelota sem isolação térmica

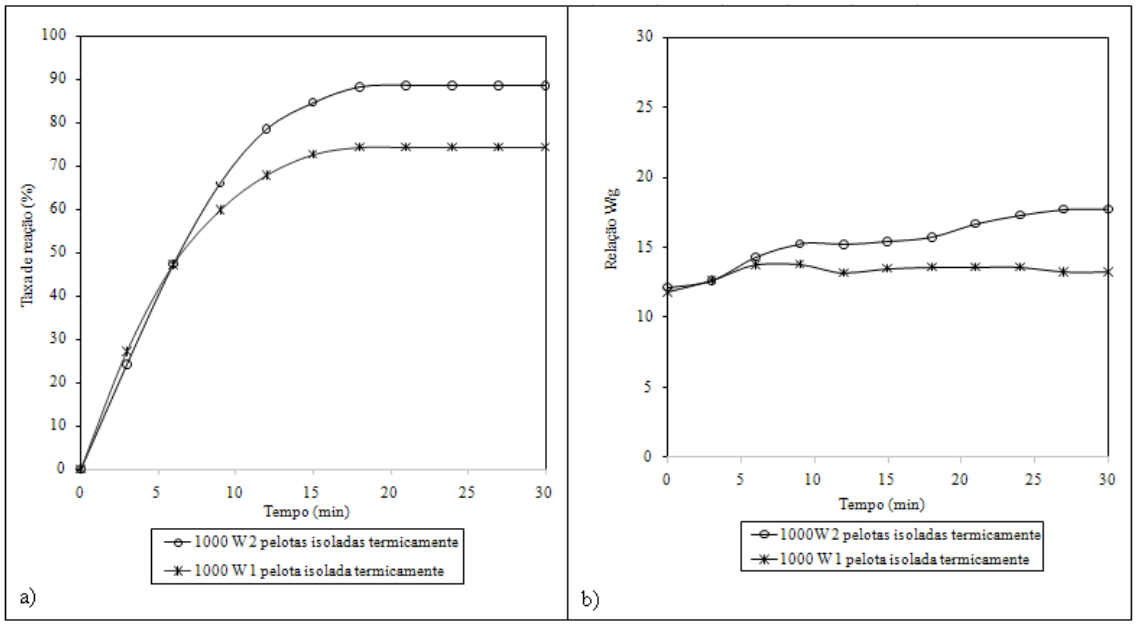



Fonte: O Autor, 2012.

O autor estudou também o comportamento da taxa de reação de uma pelota na proporção estequiométrica, sem isolação térmica, ora no máximo campo elétrico ora no máximo campo magnético com potência de micro-ondas irradiada de 1000 W. Os resultados estão apresentados pela Figura 36. Percebe-se, através da Figura 36a, que a pelota reduzida no máximo campo magnético apresentou uma pequena melhora no resultado referente à velocidade de reação e no nível final de redução, aproximadamente 68% contra 66%. A Figura 36b mostra que durante a redução carbotérmica, variando o campo de micro-ondas irradiado na pelota, o comportamento da potência refletida é alterado, pois depende do comportamento do corpo submetido à irradiação, ou seja, dependem do comportamento da mistura minério-redutor frente à micro-ondas. Observa-se que em até 6 minutos, a potência refletida para ambos os campos, se mantém praticamente constante, para, a seguir, crescer ligeiramente até 24 minutos, no caso do máximo campo elétrico, e diminuir ligeiramente em até 24 minutos, no caso do máximo campo magnético. Aos 16 minutos, ocorre a inversão das curvas de potências refletidas, período que coincide com o da admitida redução, ou seja, a taxa de reação praticamente encerrou-se visualizado através de um patamar mostrado pela Figura 36a. O decréscimo da potência refletida de micro-ondas no máximo campo magnético indica que o material passou a absorver

mais energia que nas fases iniciais deste experimento. Pode-se imaginar que corresponda a um período de formação de partículas metálicas na pelota e até a fusão do ferro recém reduzido.

Figura 37 – a) Taxa de reação e b) Relação watts/grama em função do tempo de exposição a 1000 W de potência irradiada de micro-ondas no máximo campo elétrico para uma e duas pelotas




Fonte: O Autor, 2012.

A Figura 37a mostra a taxa de reação para uma e duas pelotas isoladas termicamente. Percebe-se um comportamento semelhante na taxa de reação em até 6 minutos. Ambas as taxas de reação prosseguem até aproximadamente 18 minutos, quando atingem um patamar com valores de porcentagem de redução próximos a 88,5% para os ensaios com duas pelotas e 74% para ensaios com uma pelota. Tal fato pode ser explicado devido à relação watts-grama (W/g) mostrado pela Figura 37b. Quanto maior for esta relação, ou seja, quanto maior a interação entre a energia de micro-ondas com um grama da mistura entre o minério de ferro de Carajás e coque de petróleo na proporção estequiométrica, maior será a taxa de reação. A potência absorvida de micro-ondas por duas pelotas foi maior do que por uma pelota

Nota-se através da Figura 37b que até 3 minutos, a relação W/g para ambos os ensaios, se mantém constante e praticamente igual, para, a seguir, começar a existir diferenças na interação entre o material e a energia de micro-ondas. Esta pequena variação encontrada entre o período de 0 a 6 minutos no Gráfico 37b,

supostamente explica as taxas de reação praticamente iguais encontradas no mesmo período mostrado pela Figura 37a.

O equipamento ora apresentado demonstrou grande facilidade de controle da potência aplicada de micro-ondas e de aquisição de dados, viabilizando assim estudos mais profundos da interação de micro-ondas com o sistema minério-redutor, que não eram viáveis nas adaptações de fornos domésticos citadas na literatura especializada, como por exemplo, o registro continuo da variação da massa da pelota e o balanço energético para o sistema com e sem amostra. Este equipamento abre a oportunidade de uma série de experimentos que levarão a um melhor conhecimento da interação micro-ondas com o sistema minério-redutor por possibilitar a quantificação da energia de micro-ondas colocada em jogo no processo de redução carbotérmica empregando potência de micro-ondas e permitir a fácil reprodutibilidade das condições de ensaio. O processo de redução carbotérmica de minério de ferro promovida por micro-ondas é viável tecnicamente; é necessário estudos em maior escala para viabilização industrial.

# 4 MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E MÉTODOS

## 4.1 MATERIAIS

### *4.1.1 Minério de ferro*

Para a preparação das pelotas auto-redutoras em estudo, foi utilizado minério de ferro de Carajás para o qual a composição química e análise granulométrica são fornecidas nas Tabelas 1 e 2 respectivamente. A análise granulométrica foi realizada conforme a norma ABNT NBR NM 248.[37]

Tabela 1 – Composição química do minério de ferro de Carajás (% em peso)

| $Fe_{total}$ | FeO | $SiO_2$ | $Al_2O_3$ | P | Mn | CaO | MgO | $TiO_2$ | $K_2O$ | $Na_2O$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 65.39 | 0.22 | 3.01 | 0.77 | 0.027 | 0.274 | 0.017 | 0.046 | 0.077 | - | - |

Fonte: O Autor, 2016.

Tabela 2 – Análise granulométrica do minério de ferro de Carajás

| Abertura (mm) | % Retida simples | % Retida acumulada | % Passante |
|---|---|---|---|
| 0,2500 | 0,93 | 8,22 | 91,78 |
| 0,2100 | 1,44 | 9,66 | 90,34 |
| 0,1500 | 4,08 | 13,73 | 86,27 |
| 0,1060 | 7,17 | 20,90 | 79,10 |
| 0,0750 | 11,09 | 31,99 | 68,01 |
| 0,0620 | 8,59 | 40,58 | 59,42 |
| 0,0450 | 15,13 | 55,71 | 44,29 |
| 0,0370 | 6,67 | 62,39 | 37,61 |
| 0,0250 | 13,32 | 75,71 | 24,29 |
| 0,0150 | 10,36 | 86,07 | 13,93 |
| 0,0100 | 4,12 | 90,19 | 9,81 |
| 0,0060 | 2,42 | 92,61 | 7,39 |
| 0,0050 | 0,55 | 93,17 | 6,83 |
| 0,0040 | 0,66 | 93,83 | 6,17 |
| 0,0032 | 0,73 | 94,56 | 5,44 |
| 0,0026 | 0,72 | 95,28 | 4,72 |
| 0,0020 | 0,88 | 96,16 | 3,84 |
| 0,0014 | 0,98 | 97,13 | 2,87 |
| 0,0010 | 0,67 | 97,80 | 2,20 |
| 0,0007 | 0,51 | 98,31 | 1,69 |
| 0,0003 | 0,91 | 99,22 | 0,78 |
| -0,0003 | 0,78 | 100,00 | 0,00 |

Fonte: O Autor, 2016.

### *4.1.2 Carvão mineral desvolatilizado*

O carvão mineral usado como redutor é proveniente de Moçambique-Angola e chamado de Chipanga. A análise imediata do carvão foi determinada conforme a norma ASTM D3172 – 07a[38] e a análise granulométrica conforme a norma ABNT NBR NM 248[37] e são fornecidas nas Tabelas 3 e 4, respectivamente.

Tabela 3 – Análise imediata do carvão mineral Chipanga (% em peso)

| $C_{Fixo}$ | Cinzas | Matéria volátil |
|---|---|---|
| 65.58 | 10.56 | 23.76 |

Fonte: O Autor, 2016.

Tabela 4 -- Análise granulométrica do carvão mineral Chipanga

| Abertura (mm) | % Retida simples | % Retida acumulada | % Passante |
|---|---|---|---|
| 0,250 | 7,65 | 90,15 | 9,85 |
| 0,150 | 3,19 | 93,33 | 6,67 |
| -0,150 | 6,67 | 100,00 | 0,00 |

Fonte: O Autor, 2016.

### *4.1.3 Cimento Portland tipo ARI*

As propriedades típicas deste aglomerante são mostradas na Tabela 5.

Tabela 5 – Propriedades típicas do cimento Portland tipo ARI

| Componentes | % em massa |
|---|---|
| CaO | 64,3 |
| $SiO_2$ | 19,1 |
| $Al_2O_3$ | 4,9 |
| $Fe_2O_3$ | 2,8 |
| $SO_2$ | 2,6 |
| $K_2O$ | 0,7 |
| MgO | 0,6 |
| $Na_2O$ | 0,1 |
| CaO livre | 1,0 |
| Outros | 4,0 |

Fonte: O Autor, 2016.

### *4.1.4 Gás argônio*

O argônio utilizado foi o Coogar100 fornecido pela Air Products e possui alto grau de pureza.

### *4.1.5 Isolante térmico*

As placas de isolante térmico MBoard da marca Kaowool são produzidas pela Morganite Brasil a partir de sílica e alumina de alto grau de pureza. A análise química apresenta 42% de $Al_2O_3$, 56% de $SiO_2$ e 2% de outros. O isolante possui densidade de 320-406 kg/m$^3$, temperatura limite de uso de 1260℃ e ponto de fusão de 1760℃.

### *4.1.6 Cadinhos*

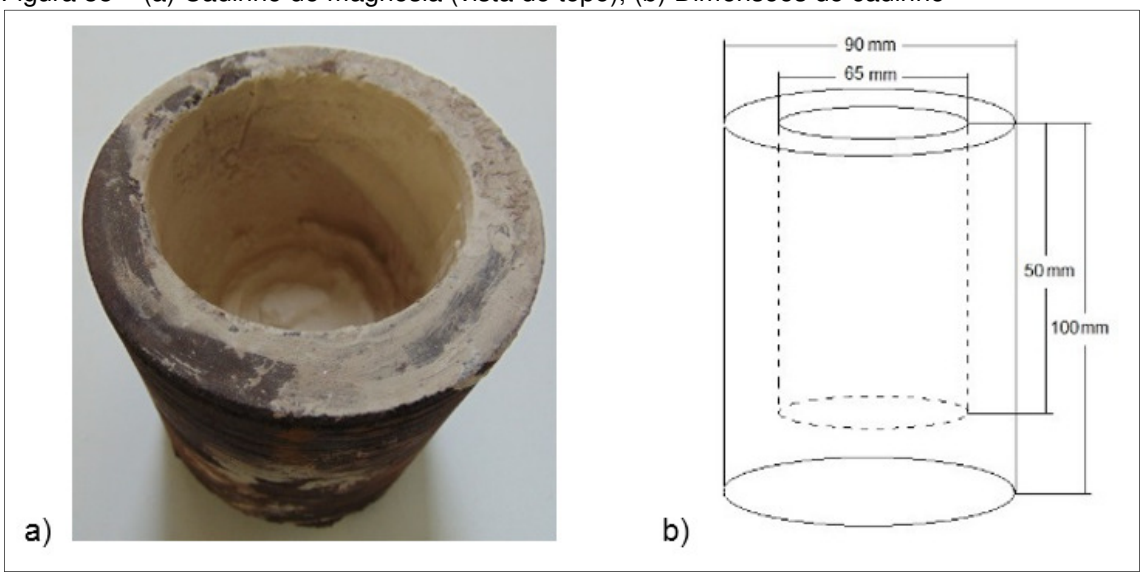
Quatro tipos de cadinhos foram utilizados neste trabalho e suas dimensões são mostradas pela Tabela 6, a saber: cadinho de magnésia (Figura 38); cadinho de grafite (Figura 39) e cadinho de carbeto de silício comercial Salamander (Figura 40) e cadinho de carbeto de silício produzido pelo Laboratório de Micro-ondas do Instituto Mauá de Tecnologia (Figura 41).

Tabela 6 – Dimensões dos cadinhos

| **Cadinhos** | **Volume (L)** | **Massa (kg)** | **Densidade (kg/m$^3$)** |
|---|---|---|---|
| Magnésia | 0,254 | 1,128 | 3,5 |
| Grafite | 0,226 | 0,453 | 1,6 |
| Carbeto de silício comercial Salamander | 0,178 | 0,605 | 2,0 |
| Carbeto de silício LMo | 0,212 | 0,399 | 1,9 |

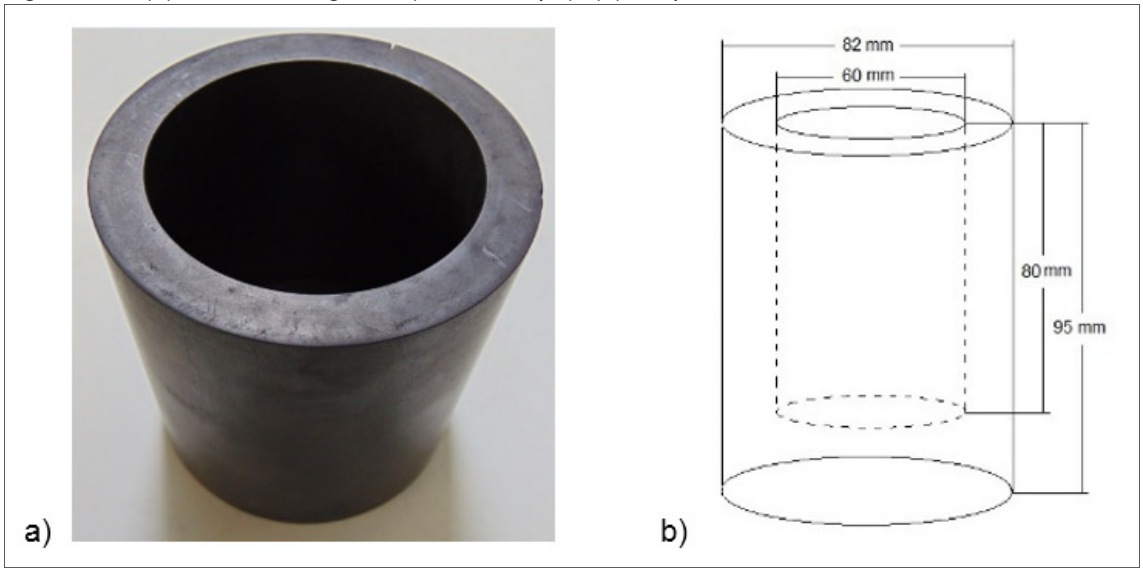
Fonte: O Autor, 2016.

Figura 38 – (a) Cadinho de magnésia (vista de topo), (b) Dimensões do cadinho



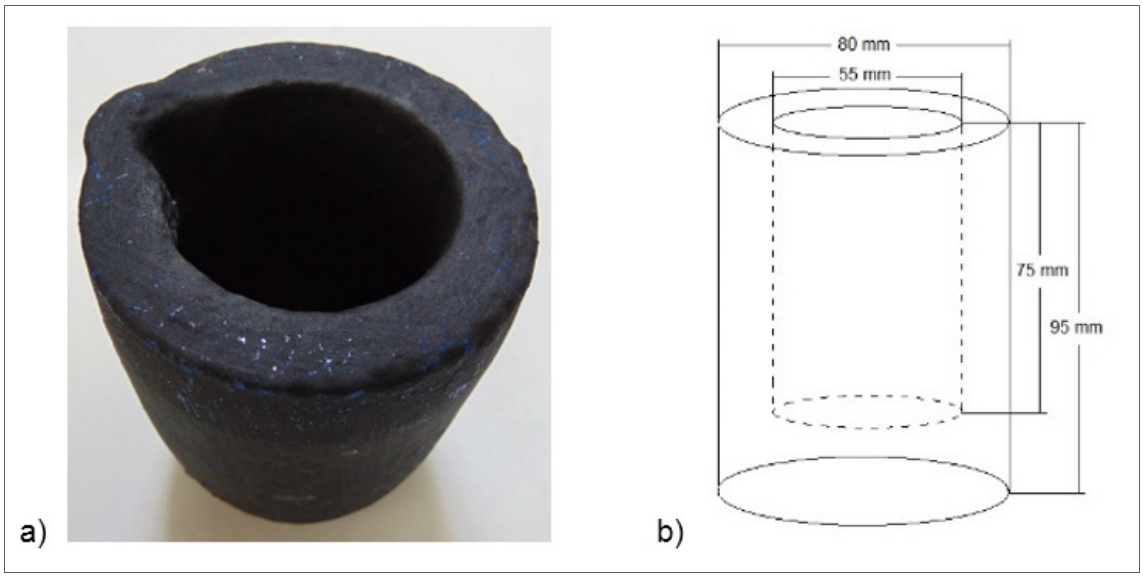

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 39 – (a) Cadinho de grafite (vista de topo), (b) Esquema do cadinho



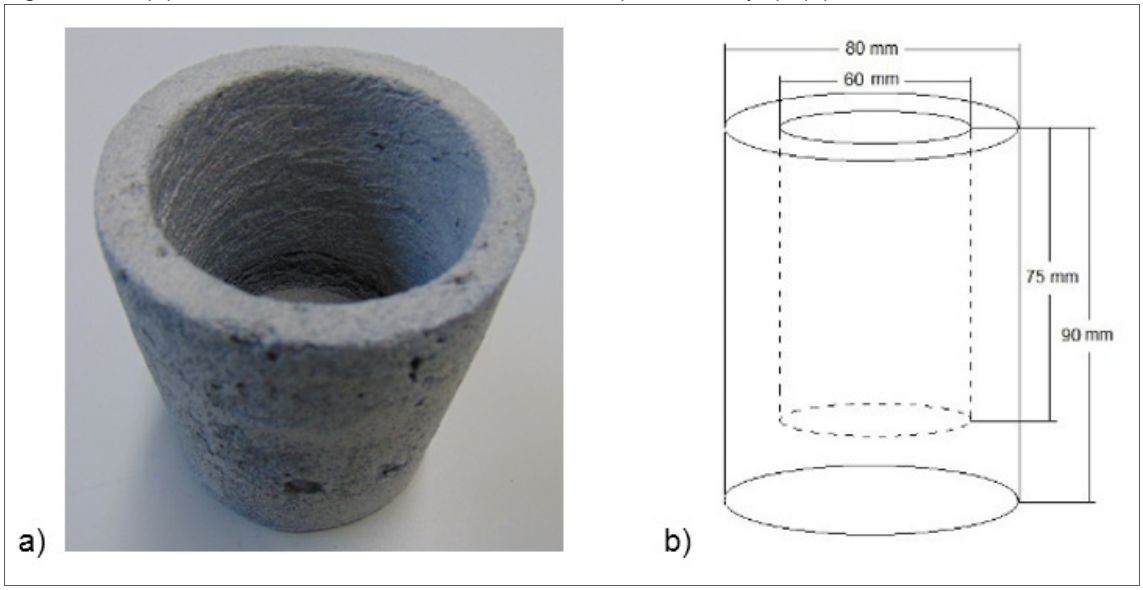

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 40 – (a) Cadinho de carbeto de silício comercial Salamander (vista de topo), (b) Esquema do cadinho




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 41 – (a) Cadinho de carbeto de silício LMo 1 (vista de topo), (b) Dimensões do cadinho




Fonte: O Autor, 2016.

## 4.2 EQUIPAMENTOS

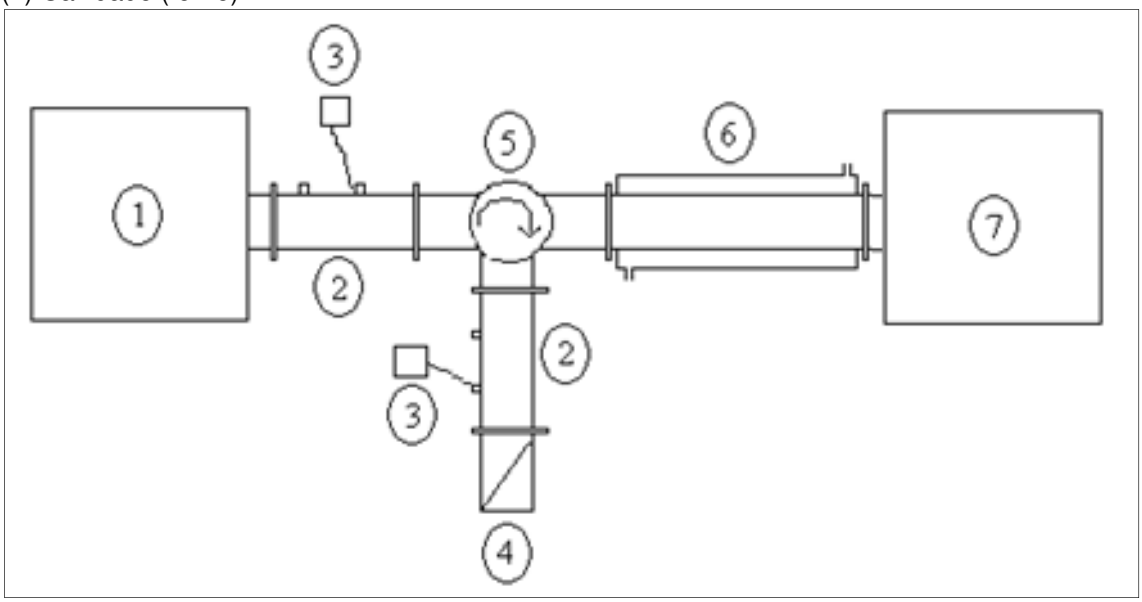
Os equipamentos utilizados para os ensaios de redução carbotérmica de minério de ferro com aquecimento por micro-ondas tiveram suas cavidades desenvolvidas e construídas em três formados: paralepipédica, hexagonal e cilíndrica. Tanto o sistema que gera e controla as micro-ondas como o sistema que registra a variação de massa da carga durante o processo de redução foram iguais para todos os fornos. Em ambos os sistemas a comunicação e a coleta de dados para um computador são realizadas por um software.

### *4.2.1 Sistema de geração e controle de micro-ondas*

A cavidade (forno) está conectada através de guias de ondas a um sistema de geração e controle de micro-ondas. Este sistema, conforme apresentado pela Figura 42, consiste em um gerador de micro-ondas de 2,45 GHz de potência regulável até 6 kW da marca Richardson Electronics modelo SM 1280 (1), de um guia de onda próximo ao forno que está envolvido por um trocador de calor (6) para resfriá-lo durante o processo de redução, de um circulador da marca National Electronics modelo 2722-162-11171 (5) que direciona para a seção de teste a potência de saída do gerador e desvia para a carga dissipativa (4), sem reflexão, a potência refletida e de dois acopladores bidirecionais da marca

Richardson Electronics modelo WR340-WDC0-6.0 (2) conectados a dois medidores de potência da marca Agilent modelo E4419B (3) que permitem quantificar 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.

Figura 42 – Diagrama esquemático do sistema de geração e controle de micro-ondas. Legenda: (1) Gerador de micro-ondas; (2) Acopladores bidirecionais; (3) Medidor de potência irradiada e refletida; (4) Carga dissipativa; (5) Circulador; (6) Guia de onda refrigerado (trocador de calor); (7) Cavidade (forno)

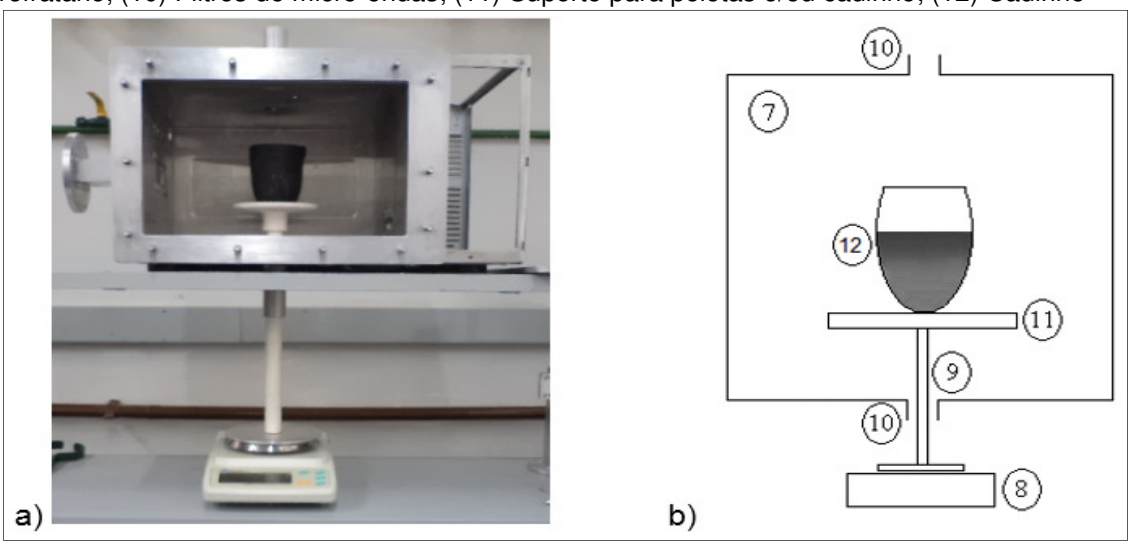



Fonte: O Autor, 2016.

### *4.2.2 Sistema para quantificar a perda de massa da carga*

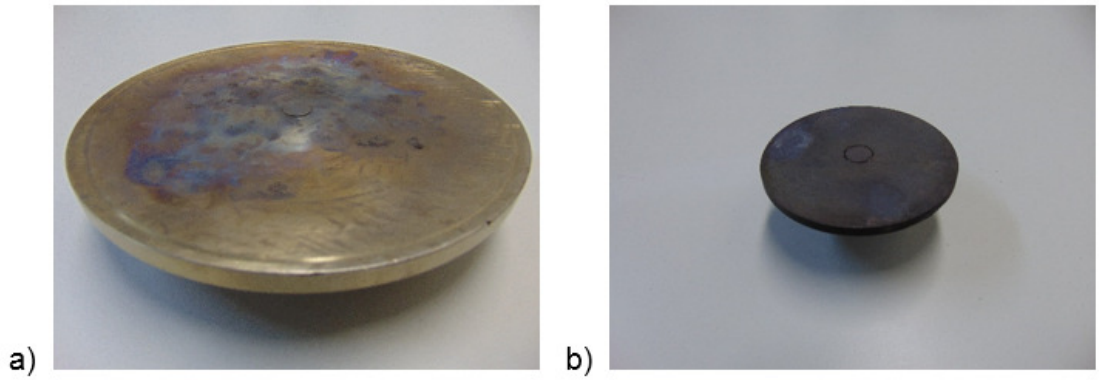
Este sistema, mostrado pela Figura 43, consiste em uma balança semi-analítica da marca Gehaka BK6000 para até 6 kg (8), cujo sobre o prato repousa um implemento de sustentação das pelotas ou do cadinho (12) composto por um tarugo cerâmico refratário (9), de diâmetro inferior ao do filtro (10), e em seu topo, inserido no interior da cavidade, um disco em aço inox (11). A Figura 44 mostra o disco para ensaios com apenas pelotas (diâmetro de 150 mm e espessura de 10 mm) e para ensaios com cadinho (diâmetro de 70 mm e espessura de 4 mm). Este sistema também é usado pelas cavidades hexagonal e cilíndrica.

Figura 43 – a) Foto do sistema de medição da variação da massa durante o processo de redução carbotérmica com micro-ondas em cavidade paralepipédica; b) Diagrama esquemático do sistema. Legenda: (7) Cavidade (forno); (8) Balança semi-analítica; (9) Tarugo cerâmico refratário; (10) Filtros de micro-ondas; (11) Suporte para pelotas e/ou cadinho; (12) Cadinho




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 44 – Suportes em aço inox (a) Para pelotas, (b) Para cadinhos




Fonte: O Autor, 2016.

### *4.2.3 Fornos (cavidades)*

As três versões construídas possuem filtros de micro-ondas, um tubo localizado tanto na parte superior como na inferior da câmara de reação. Estes tubos impossibilitam o vazamento da energia eletromagnética para fora do forno. O filtro superior assegura o monitoramento da temperatura na superfície do material lida através ou de um pirômetro óptico marca Cibrapam, modelo IS-3D (faixa de 880 a 2000ºC) ou de um termômetro infravermelho marca Fluke, modelo 568 (faixa de – 40 a 820 ℃) e também a saída do gás inerte e fumos. O filtro inferior possibilita a alimentação do gás inerte argônio no interior do forno

com sua vazão medida por um rotâmetro além do sistema para quantificar a perda de massa da carga descrito no item 4.2.2.

#### 4.2.3.1 Forno paralepipédico

O forno de redução no formato paralepipédico consiste em uma cavidade retangular em aço inoxidável de 27 L em volume, com as seguintes dimensões: largura de 34,5 cm, altura de 22,6 cm e profundidade de 35 cm. A Figura 45 mostra o equipamento completo.

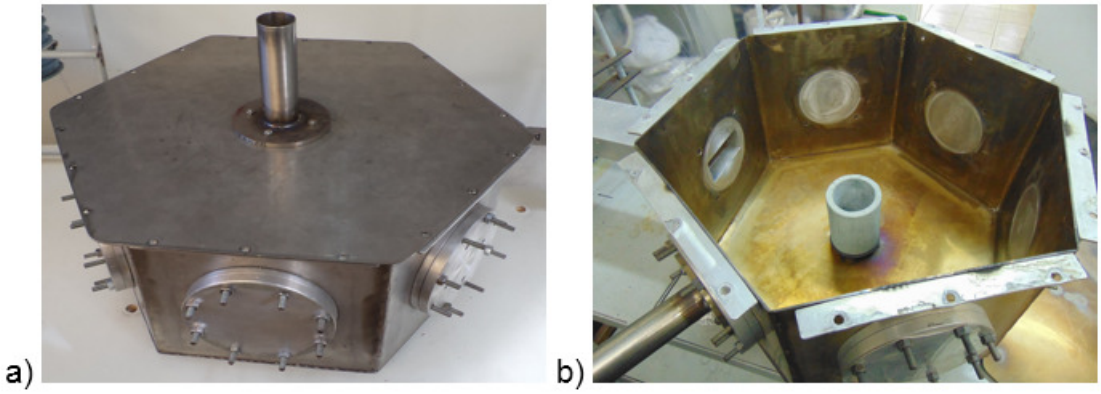
Figura 45 – Vista geral do forno paralepipédico (termogravimétrico) para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas

Fonte: O Autor, 2016.

#### 4.2.3.2 Forno hexagonal

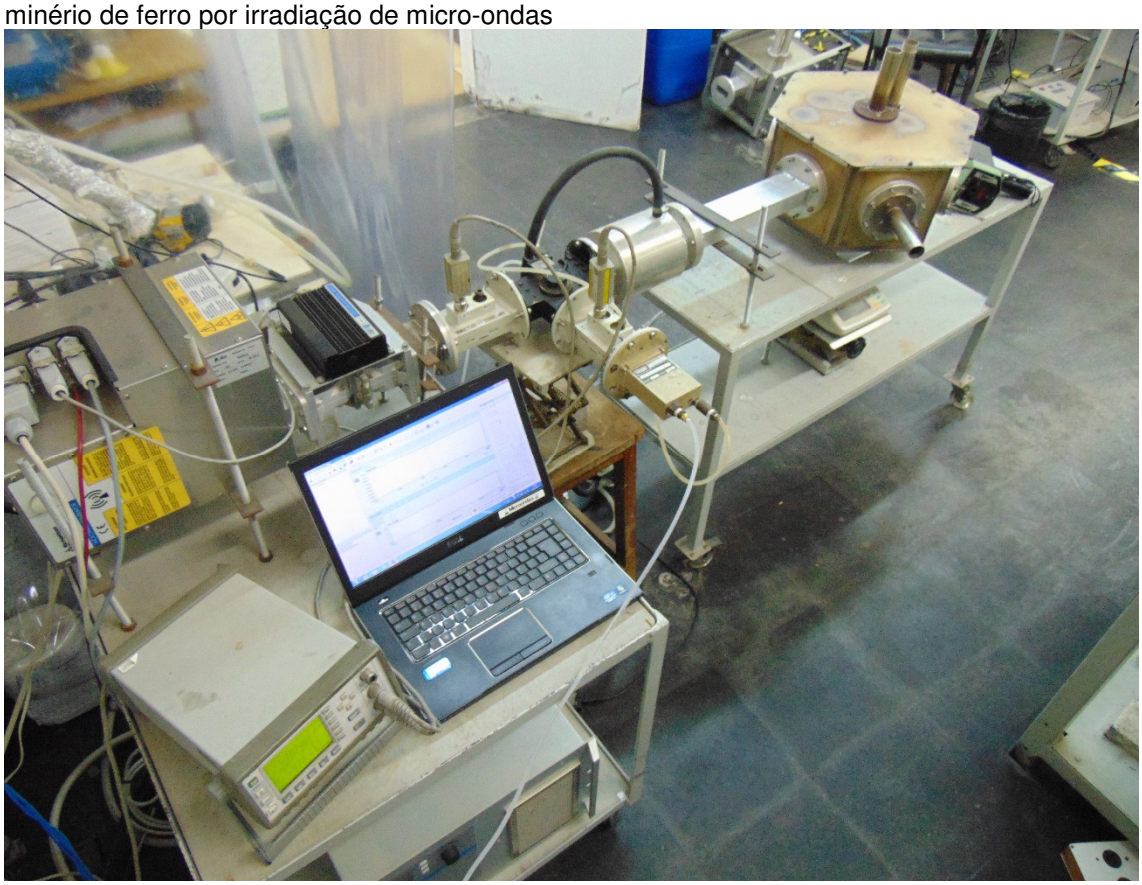
O forno hexagonal também possui volume de 27 L e apresenta as seguintes dimensões: altura de 21,8 cm e aresta de 21,8 cm como mostram as Figuras 46 e 47.

Figura 46 – (a) Vista da cavidade hexagonal desmontada, (b) e aberta com o cadinho




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 47 – Vista geral do forno hexagonal (termogravimétrico) para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas



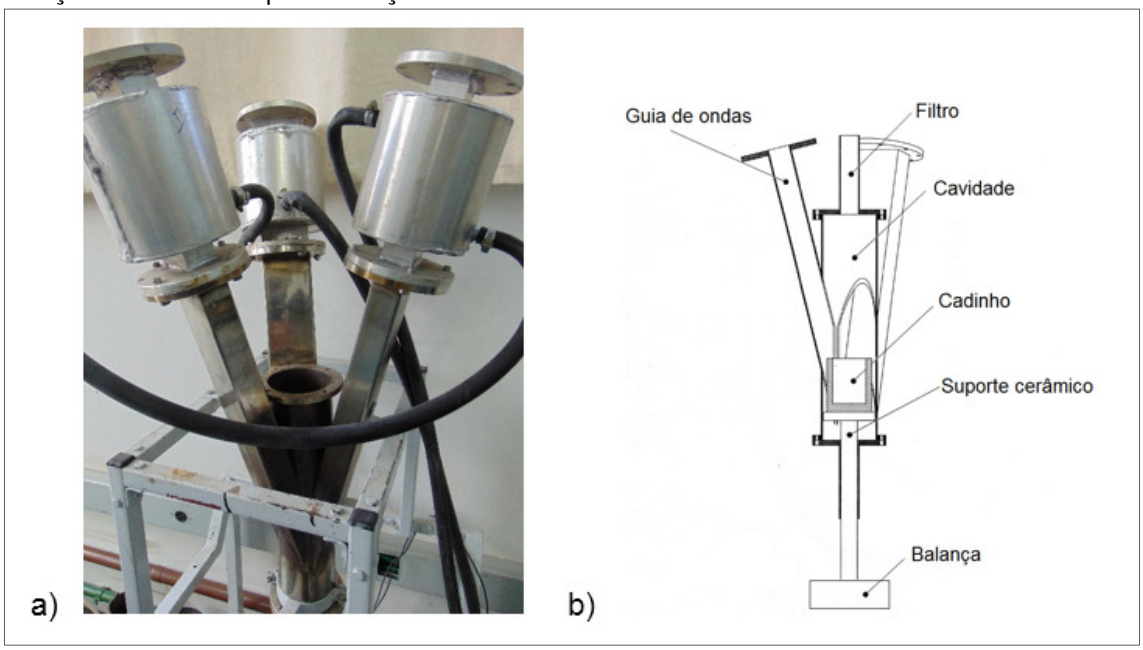
Fonte: O Autor, 2016.

### 4.2.3.3 Forno cilíndrico

O forno é constituído por uma cavidade cilíndrica em aço inoxidável de 3 L de volume, com as seguintes dimensões: diâmetro interno de 9,5 cm e altura de 40,0 cm como mostra a Figura 48. Este forno, diferentemente dos anteriores, utiliza três geradores e controladores de micro-ondas, um de 3 kW (modelo SM

1050) e dois de 6 kW (modelo SM 1280), todos focados através de guias de ondas inclinados, para o centro do aplicador podendo totalizar em até 15 kW de energia de micro-ondas disponível no interior da cavidade. A Figura 49 mostra uma vista geral do forno cilíndrico completo.

Figura 48 – (a) Cavidade cilíndrica (desmontada), (b) Representação (em corte) do forno para redução carbotérmica por irradiação de micro-ondas




Fonte: O Autor, 2016.

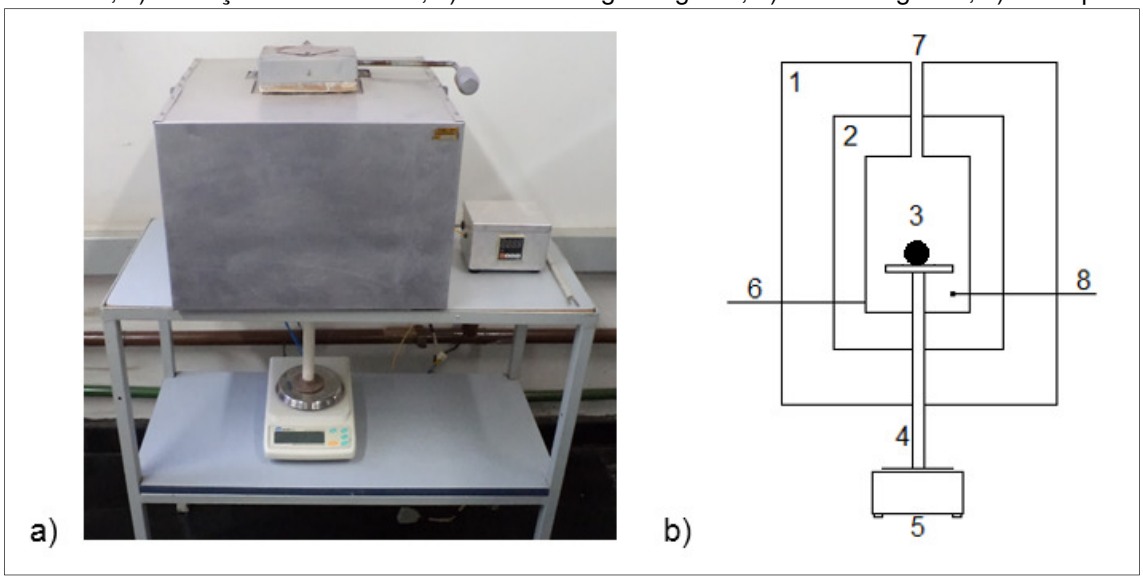
Figura 49 – Forno cilíndrico para redução carbotérmica de minério de ferro por irradiação de micro-ondas

Fonte: O Autor, 2016.

### *4.2.4 Forno de redução carbotérmica com aquecimento por resistência elétrica*

As experiências que utilizaram como fonte de calor proveniente de resistência elétrica foram processadas em um forno convencional tipo mufla (1-2). Este forno foi adaptado para poder determinar taxas de reação durante o processo de aquecimento. O forno possui um sistema cerâmico (eixo e prato) (4) que pode sustentar um cadinho ou apenas a carga (3), interligado com uma balança semi-analítica da marca Gehaka BK3000 para até 3 kg (5), localizada na parte inferior de sua plataforma de sustentação. Este conjunto permite a quantificação da perda de massa da carga em redução. A carga é posicionada no centro da cavidade inerte devido a circulação de gás argônio (6). A temperatura é medida através de um termopar tipo K (8). O forno atinge uma máxima temperatura de 1200℃ através de 1,7 kW de potência. O esquema deste equipamento está mostrado pela Figura 50.

Figura 50 – (a) Forno tipo mufla, (b) Esquema do forno de resistência elétrica utilizado nos ensaios termogravimétricos. 1) Isolação térmica; 2) forno de resistência; 3) pelota; 4) suporte cerâmico; 5) balança semi-analítica; 6) entrada de gás argônio; 7) saída de gases; 8) termopar



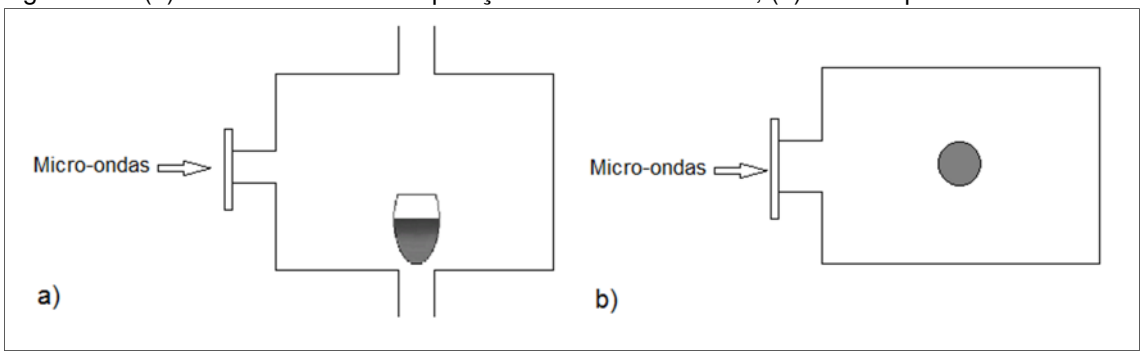

Fonte: O Autor, 2016.

## 4.3 MÉTODOS

### *4.3.1 Procedimento para determinar a taxa de aquecimento de cadinhos metalúrgicos com micro-ondas*

Os cadinhos apresentados no item 4.1.6, foram posicionados um por vez no interior do forno paralepipédico (item 4.2.3.1) na posição inferior central (CPIC), de acordo com o esquema apresentado pela Figura 51. O cadinho foi irradiado com micro-ondas a 2,45 GHz a 1 kW por 30 minutos. Durante o aquecimento do cadinho foram monitorados os valores da temperatura e das potências irradiadas e refletidas a intervalos de 1 minuto. Para o cadinho com melhor resultado em termos de interação entre a energia eletromagnética e o material presente no cadinho, aferiu-se a taxa de aquecimento elevando a potência de micro-ondas, em 1 kW, até 6 kW.

Figura 51 – (a) Cadinho no forno na posição CPIC - vista frontal, (b) Vista superior

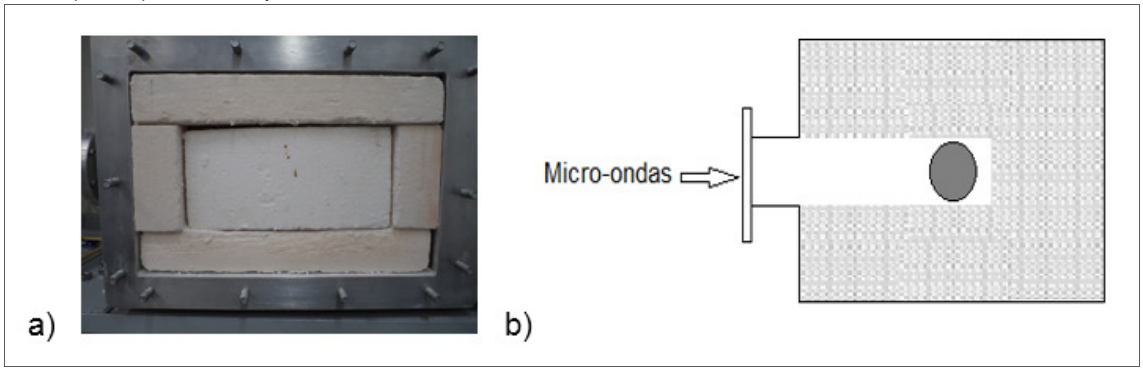



Fonte: O Autor, 2016.

### *4.3.2 Procedimento para testar a isolação térmica frente às micro-ondas*

O forno paralepipédico foi preenchido pelo isolante térmico (item 4.1.5) conforme a Figura 52 e irradiado com micro-ondas a 2,45 GHz a 3 kW por 60 minutos. Foi usado o cadinho que obteve o melhor resultado em termos de taxa de aquecimento determinada pelo item 4.3.1.

Figura 52 – (a) Forno preenchido com isolante térmico - vista frontal, (b) Posição do cadinho no forno (CPIC) - vista superior




Fonte: O Autor, 2016.

*4.3.3 Procedimento para preparar as pelotas*

As pelotas foram produzidas na seguinte proporção: 68,6% de minério de ferro Carajás; 22,3% de redutor carvão mineral Chipanga e 9,1% de aglomerante cimento Portland. O processo de pelotização consiste em uma pesagem precisa dos materiais secos em uma balança analítica. A homogeneização foi realizada através de um misturador tipo “V” por 1 hora e a esta mistura efetuava-se uma pelotização manual onde se adicionava água aproximadamente em 20% em massa para proporcionar a ligação intergranular dos componentes. Após esta etapa, as pelotas permaneciam por 24 horas secando ao ar e depois armazenadas em um dessecador com sílica gel como dessecante por um tempo de cura de 28 dias, garantindo a resistência necessária para a manipulação.

*4.3.4 Procedimento para determinar a taxa de reação de pelotas auto-redutoras com micro-ondas*

A taxa de reação das pelotas é definida como sendo a porcentagem do material reagido e determinada pela perda de peso através do dispositivo descrito no item 4.2.2. O cálculo da quantidade de material que reagiu durante cada experimento realizado foi efetuado empregando-se a seguinte equação:

$$TR = \left( \frac{M_i - M_t}{M_i \times M} \right) \times 100 \qquad (14)$$

No qual:

$TR =$ 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%)

*4.3.5 Procedimento para determinar a potência de micro-ondas durante processo de redução carbotérmica de minério de ferro empregando micro-ondas*

As potências irradiadas e refletidas foram automaticamente registradas pelo sistema de geração e controle de micro-ondas (item 4.2.1) a cada 1 minuto. A energia refletida foi calculada conforme a eq. **(15)**.

$$P_{refl} = P_{irr} - P_{abs} \tag{15}$$

No qual:

$P_{refl}$ = potência de micro-ondas refletida pelo equipamento durante a taxa de aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica (kW);

$P_{irr}$ = potência de micro-ondas irradiada durante o aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica (kW);

$P_{abs}$ = potência de micro-ondas efetivamente utilizada na taxa de aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica, ou em ambos e a energia absorvida pelo equipamento (kW);

A transformação da potência refletida para porcentagem é calculada através da eq. **(16)**.

$$\% P_{refl} = (P_{refl(t)} \times 100) / P_{irr(t0)} \tag{16}$$

No qual:

$\%P_{refl}$ = porcentagem de potência de micro-ondas refletida pelo equipamento durante a taxa de aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica (kW);

$\%P_{refl(t)}$ = porcentagem de potência de micro-ondas refletida pelo equipamento durante a taxa de aquecimento do cadinho ou no processo de redução carbotérmica no instante t (kW);

$P_{irr(t0)}$ = potência de micro-ondas inicial (kW);

*4.3.6 Métodos estatísticos*

Foram utilizados três métodos estatísticos, a saber: comparação de médias[39], método de Yates[40] e regressão multilinear.[41] A comparação de médias, aplicável a qualquer número de populações, é um caso especial da chamada "análise de variância" e recorre a um teste utilizando uma função estatística especial chamada "distribuição F ou de Snedecor" que se encontra tabelada em manuais e na maioria dos livros de estatística. Este método foi utilizado para comparar a eficiência do tipo de cavidade (*A*), através da variação da potência de micro-ondas (*B*) e da massa de pelotas (*C*), cada um com dois níveis e oito corridas. A Tabela 7, também chamada de matriz de planejamento, lista os oito ensaios com cada linha representando uma das corridas e os sinais – e + indicando os níveis baixo e alto para cada um dos três fatores.

Tabela 7 – Matriz de planejamento para a comparação de médias

| Ensaio | *A* | *B* | *C* |
|---|---|---|---|
| 1 | - | - | - |
| 2 | + | - | - |
| 3 | - | + | - |
| 4 | + | + | - |
| 5 | - | - | + |
| 6 | + | - | + |
| 7 | - | + | + |
| 8 | + | + | + |

Fonte: O Autor, 2016.

Neste delineamento usou-se 3 réplicas e os níveis dos fatores usados no planejamento são mostrados na Tabela 8.

Tabela 8 – Fator do planejamento para a comparação de médias

| Nível | Cavidade (*A*) | Micro-ondas (*B*) | Massa de pelotas (*C*) |
|---|---|---|---|
| Baixo (-) | Paralepipédica | 3 kW | 50 g |
| Alto (+) | Hexagonal | 6 kW | 100 g |

Fonte: O Autor, 2016.

O método de Yates é um procedimento sistemático que permite obter estimativas dos principais efeitos e interações para fatoriais com dois níveis. Este método estatístico é aplicado na melhor resposta obtida pela comparação de médias.

A regressão linear múltipla é usada para descrever a relação existente entre dois regressores através de uma equação e de um plano no espaço tridimensional. Este planejamento consiste em um fatorial com dois níveis e um ou mais pontos centrais. Este tipo de metodologia modela e analisa aplicações em que a resposta de interesse seja influenciada por muitas variáveis e o objetivo seja otimizar a resposta. A Tabela 9 mostra a matriz de planejamento experimental usada nesta regressão.

Tabela 9 – Matriz de planejamento para a regressão linear múltipla.

| Corrida | Variáveis codificadas | | Variáveis naturais | |
|---|---|---|---|---|
| | $x_1$ | $x_2$ | *a* | *b* |
| 1 | -1 | -1 | 50 g | 3,425 kW |
| 2 | -1 | 1 | 50 g | 5,475 kW |
| 3 | 1 | -1 | 100 g | 3,425 kW |
| 4 | 1 | 1 | 100 g | 5,475 kW |
| 5 | 0 | 0 | 75 g | 4,450 kW |
| 6 | 0 | 0 | 75 g | 4,450 kW |
| 7 | 0 | 0 | 75 g | 4,450 kW |
| 8 | 0 | 0 | 75 g | 4,450 kW |
| 9 | 0 | 0 | 75 g | 4,450 kW |

Fonte: O Autor, 2016.

### *4.3.7 Procedimento operacional para redução carbotérmica de minério de ferro empregando energia de micro-ondas*

Antes das pelotas serem submetidas aos ensaios de redução, foram levadas a uma estufa a 120ºC e mantidas por um tempo de 3 horas. Após esta etapa, foram resfriadas até temperatura ambiente em um dessecador com sílica gel como dessecante. A posição do cadinho ou do prato com as pelotas previamente pesadas, no interior do forno foi sempre a inferior central (CPIC) para os fornos

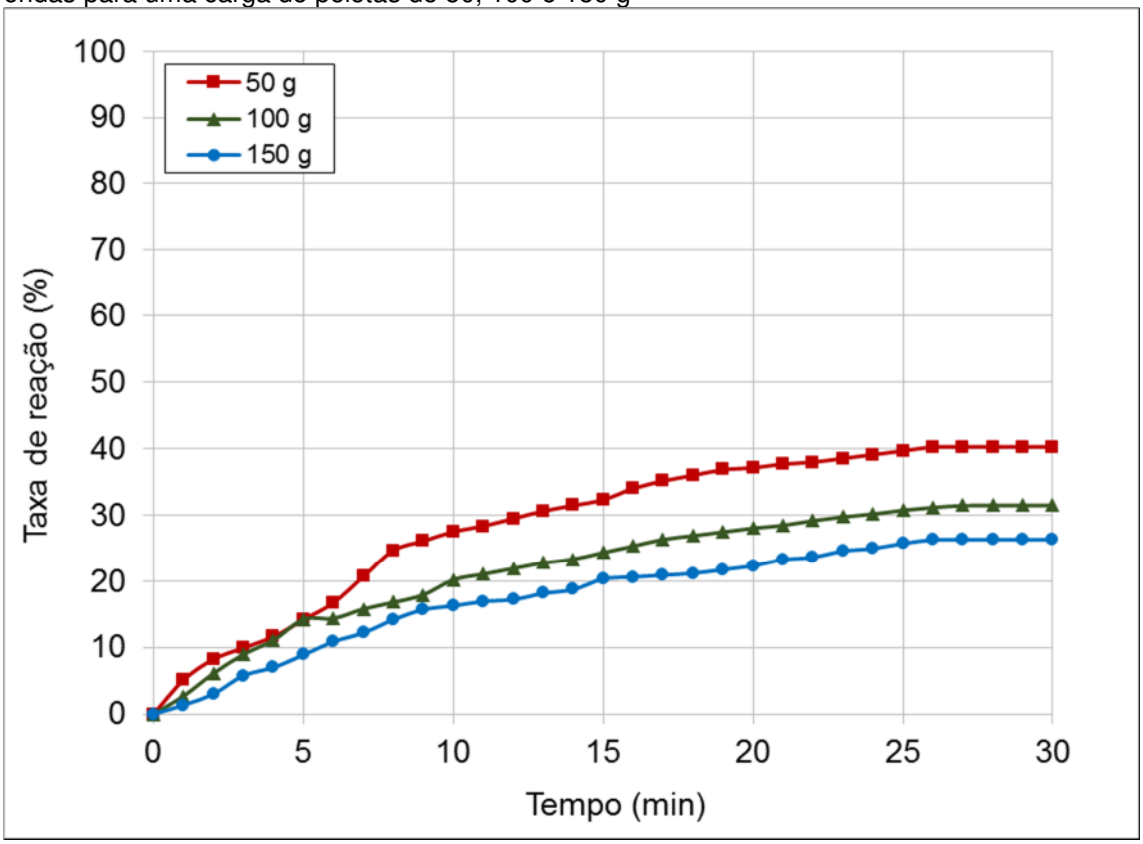
paralepipédico e hexagonal. Para o forno cilíndrico a posição do cadinho no interior da cavidade foi otimizada por meio de simulação multifísica empregando o programa COMSOL Multiphysics. As pelotas foram irradiadas com micro-ondas de 2,45 GHz a vários níveis de potência de acordo com o método estatístico aplicado (item 4.3.6). A câmara de reação foi preenchida com gás argônio seco com uma vazão de 0,85 L/min. A cada 1 minuto, registrou-se a perda de massa das pelotas para monitorar a taxa de reação (Equação 1) e as temperaturas. 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 carga tornava-se constante, ou quando a carga reduzida ganhava peso através de sua oxidação ou ainda quando se alcançava 30 minutos de ensaio. A carga reduzida foi resfriada até a temperatura ambiente mantendo o fluxo de gás argônio no reator para evitar a reoxidação. Os fumos gerados no processo foram descartados, após controle analítico.

# 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

## 5.1 ENSAIOS PRELIMINARES DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA EMPREGANDO ENERGIA DE MICRO-ONDAS EM FORNO PARALEPIPÉDICO

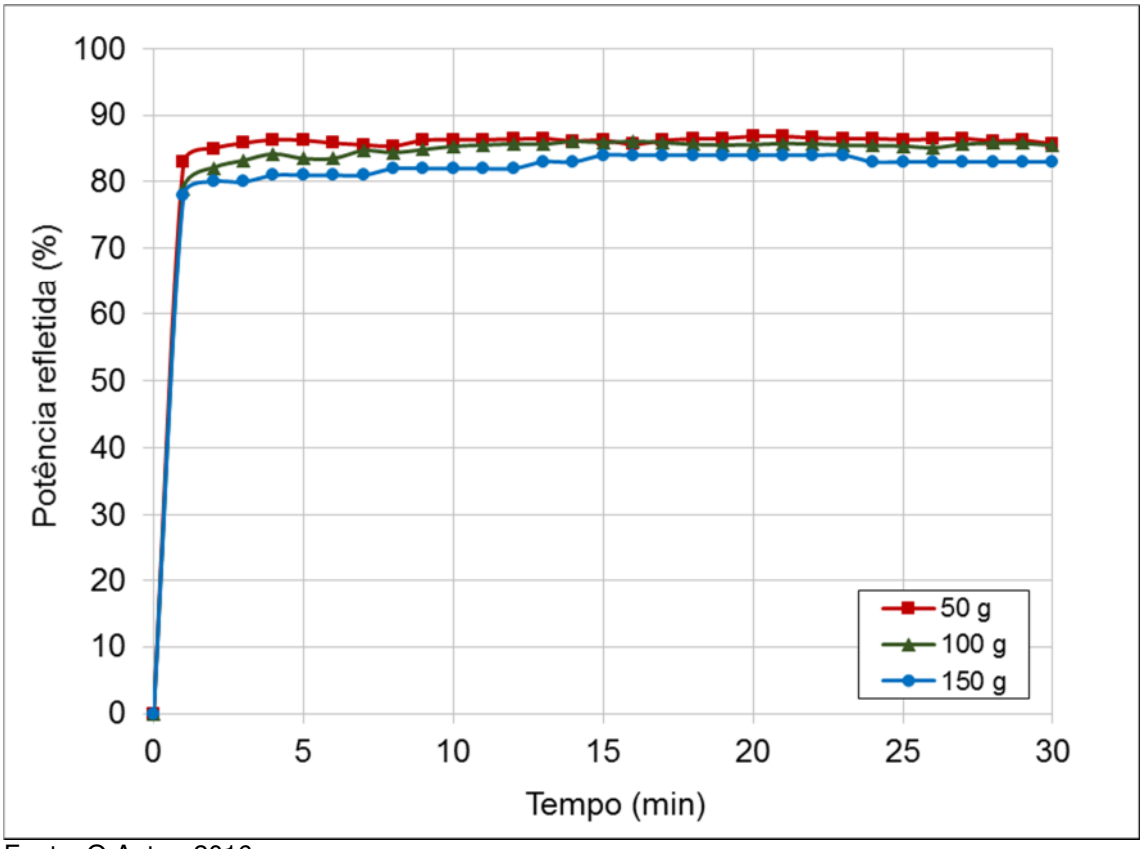
Nestes ensaios estudou-se a influência de utilizar um prato em aço inox (item 4.2.2) como suporte para a carga em redução. A Figura 53 apresenta a taxa de reação de pelotas auto redutoras em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas realizada em forno paralepipédico e calculada através da eq. **(14)**. A Figura 54 mostra a evolução da potência de micro-ondas refletida durante o processo de redução calculada através da eq. **(15)**.

Figura 53 - Taxa de reação em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas para uma carga de pelotas de 50, 100 e 150 g




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 54 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (%) na redução carbotérmica de 50, 100 e 150 g de pelotas em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas



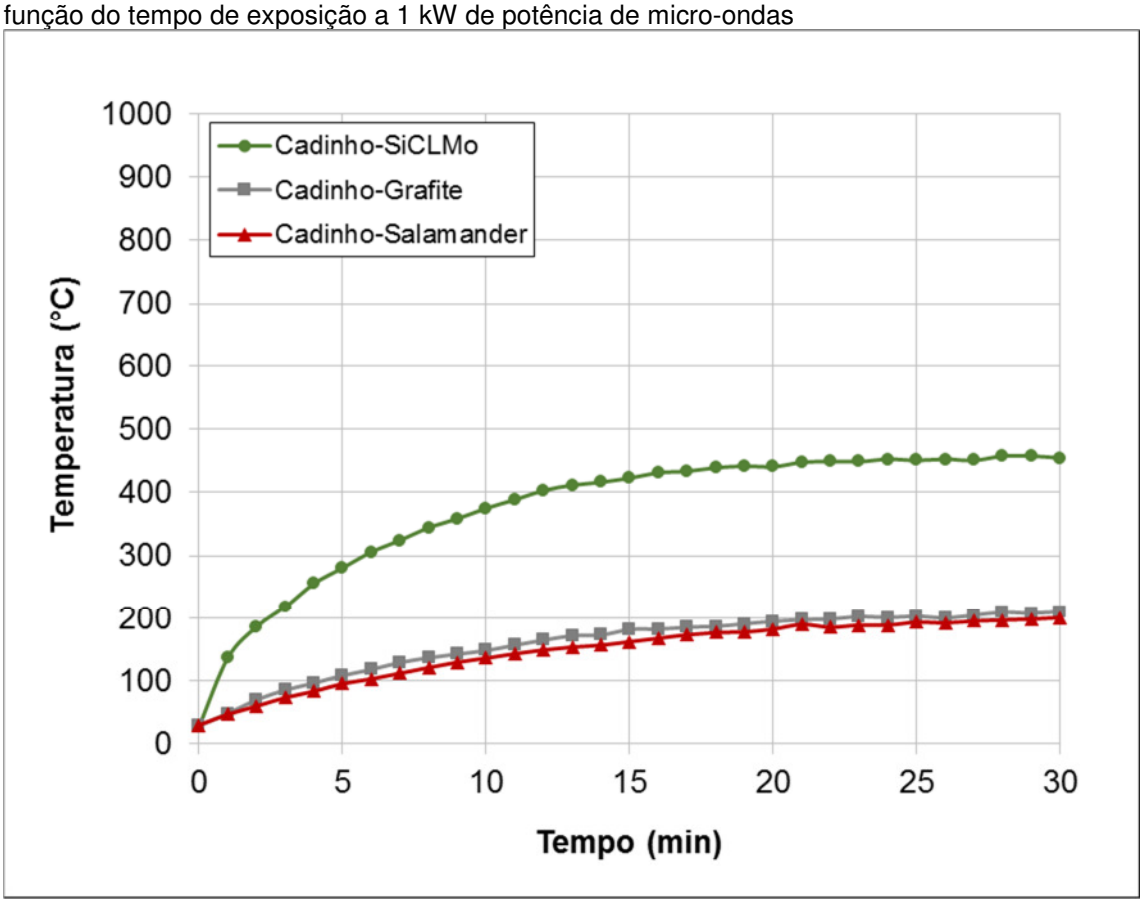

Fonte: O Autor, 2016.

Estes ensaios preliminares foram realizados com a intenção de estudar o efeito proporcionado pelas micro-ondas na taxa de reação das pelotas sem a interferência de materiais que auxiliam na geração de calor conhecidos como susceptores, ou seja, materiais com altas perdas dielétricas frente a energia eletromagnética. Os resultados apresentados pela Figura 53 mostram dois fenômenos: todas as curvas atingiram um patamar ao final dos 30 minutos indicando o término da reação e quanto maior a massa da carga menor a porcentagem de redução. Estes fatores se devem a baixa absorção da energia de micro-ondas pela carga durante o processo como mostrado pela Figura 54. Durante os ensaios observou-se apenas alguns pontos quentes entre as pelotas em diferentes posições na superfície do prato de aço gerando medidas imprecisas da temperatura sendo assim descartadas. Devido a estes resultados decidiu-se utilizar cadinhos metalúrgicos.

## 5.2 TAXA DE AQUECIMENTO POR MICRO-ONDAS DE CADINHOS METALÚRGICOS

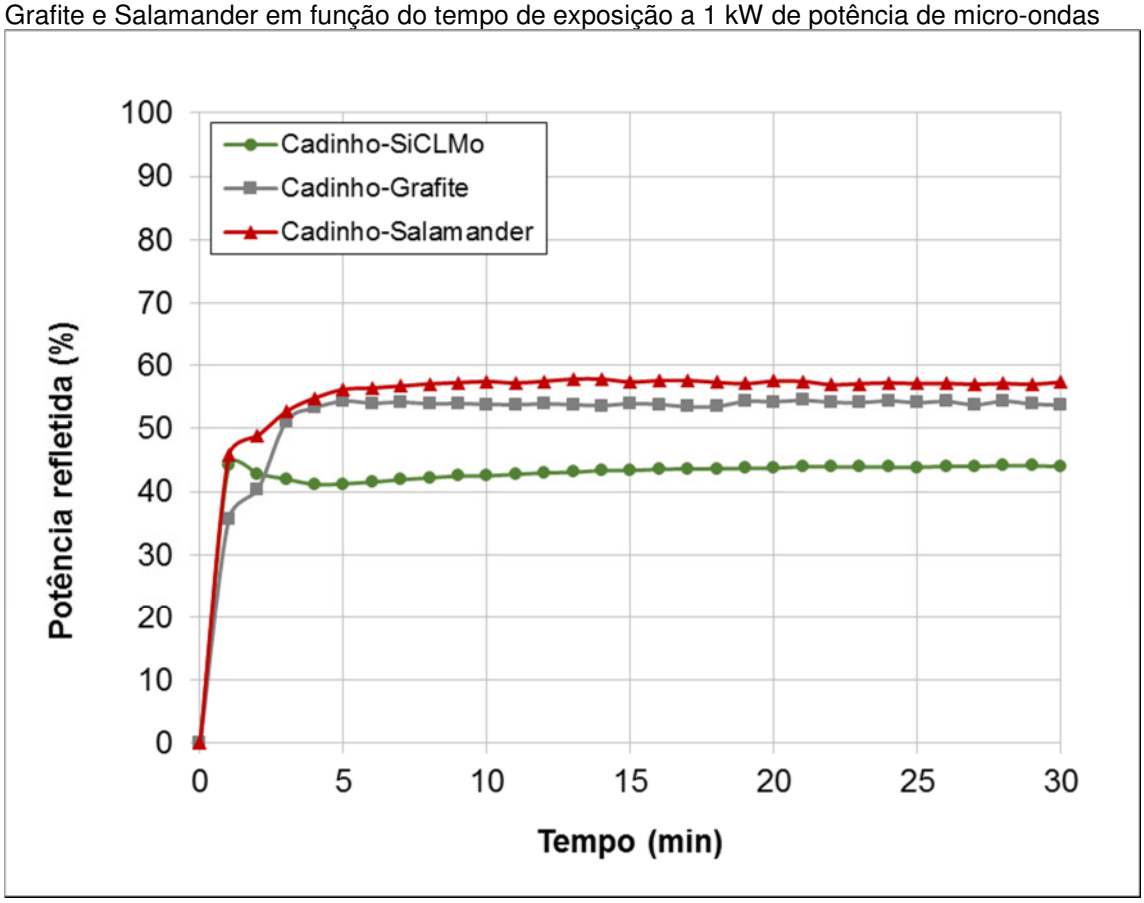
As Figuras 55 e 56 apresentam a evolução do perfil de temperatura e da potência de micro-ondas refletida, respectivamente, encontrados durante ensaios para determinar a taxa de aquecimento dos cadinhos metalúrgicos descritos no item 4.1.6 através de 1 kW de potência de micro-ondas irradiada em forno paralepipédico. A potência refletida foi calculada através da eq. **(16)**.

Figura 55 - Perfil da evolução da temperatura dos cadinhos SiCLMo, Grafite e Salamander em função do tempo de exposição a 1 kW de potência de micro-ondas




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 56 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (%) dos cadinhos SiCLMo, Grafite e Salamander em função do tempo de exposição a 1 kW de potência de micro-ondas




Fonte: O Autor, 2016.

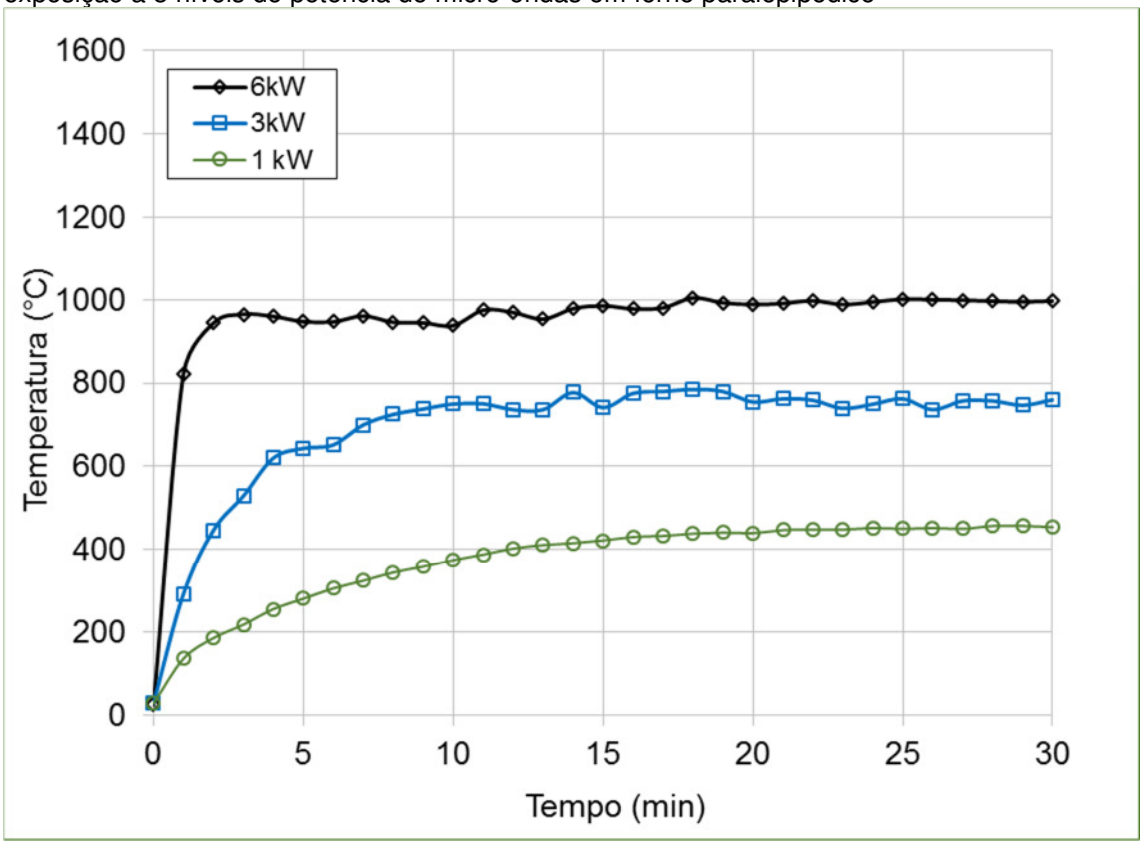
Os ensaios com o cadinho de magnésia não foram concluídos devido a formação de arcos voltaicos em sua superfície externa durante os ensaios ocasionando sua ruptura. Desde modo o cadinho foi descartado.

As Figuras 55 e 56 mostraram que o cadinho SiCLMo obteve o melhor resultado em termos de absorção da energia de micro-ondas. Isto é facilmente observado pois o cadinho atingiu uma maior temperatura e uma menor energia refletida comparada com os outros cadinhos devido o carbeto de silício possuir altas perdas dielétricas frente as ondas eletromagnéticas. Apesar do grafite possuir uma constante dielétrica que favoreça a absorção das micro-ondas, o cadinho utilizado nestes ensaios refletiu a potência irradiada devido o grafite estar altamente compactado, gerando uma superfície espelhada e dura, fatores estes que impediram uma melhor interação entre o material e a energia de micro-ondas. Entre os cadinhos SiCLMo e Salamander uma maior quantidade de carbeto de silício presente na composição do SiCLMo, além de uma menor compactação foram os fatores determinantes para obtenção de melhores

resultados. Deste modo, adotou-se o cadinho SiCLMo para realizar os ensaios de redução carbotérmica de pelotas com micro-ondas.

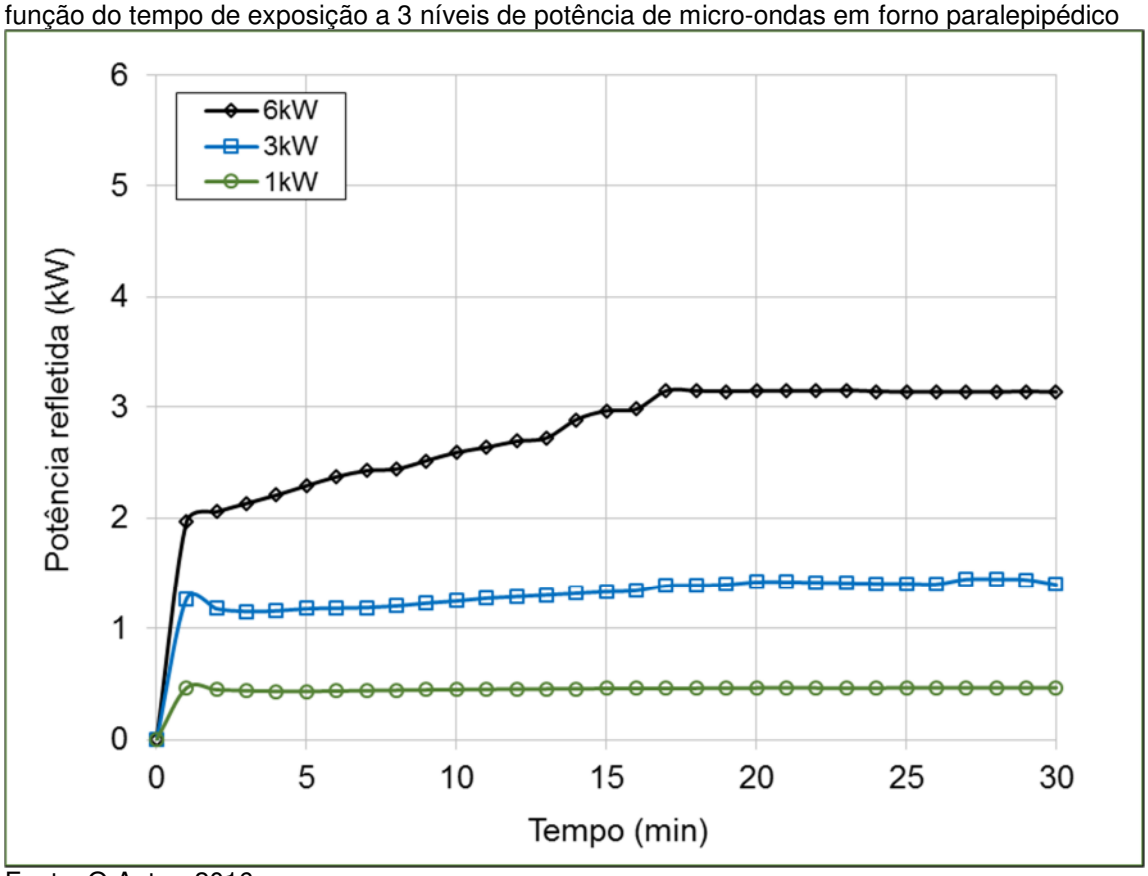
As Figuras 57 e 58 apresentam os perfis de aquecimento e a energia de micro-ondas refletida pelo cadinho SiCLMo, respectivamente, em função do tempo de exposição a 3 níveis de potências às micro-ondas em cavidade paralepipédica. A potência refletida foi calculada através da eq. **(15)**.

Figura 57 - Perfil da evolução da temperatura do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 58 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico

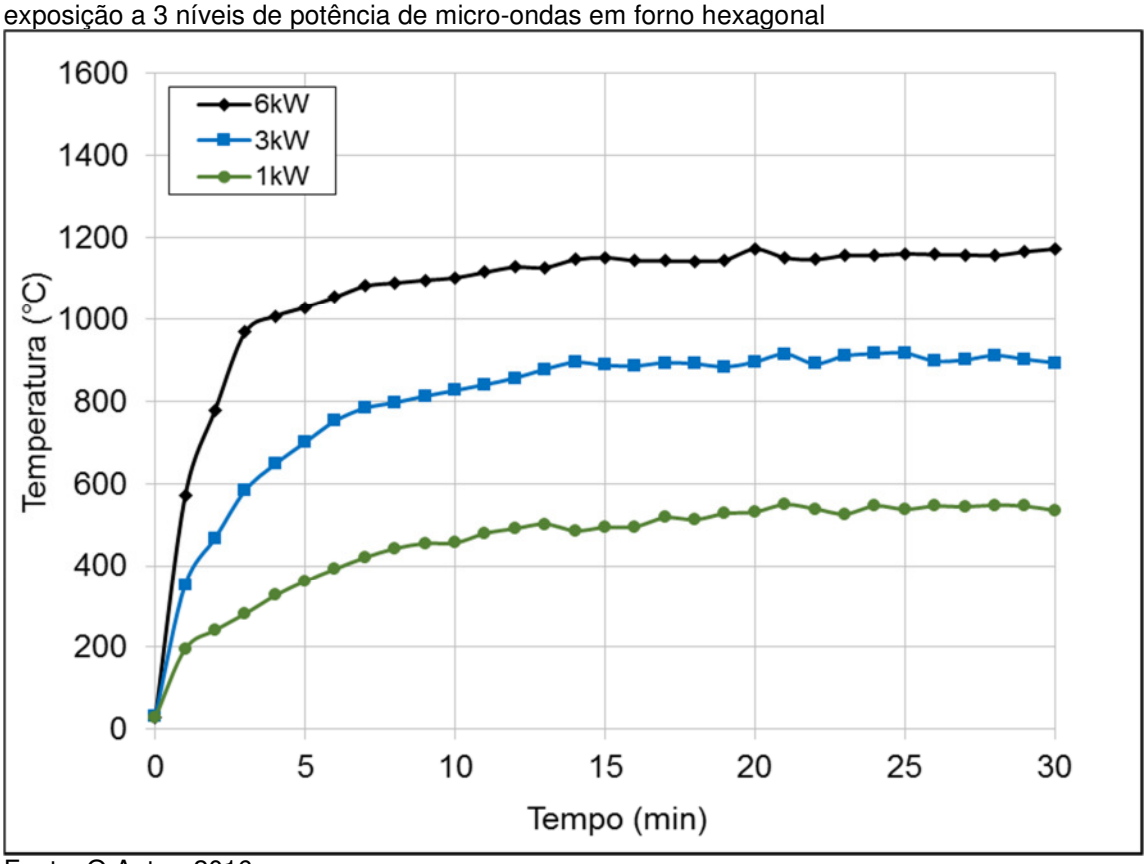



Fonte: O Autor, 2016.

As Figuras 59 e 60 apresentam os perfis de aquecimento e a energia de micro-ondas refletida pelo cadinho SiCLMo, respectivamente, em função do tempo de exposição a 3 níveis de potências às micro-ondas em cavidade hexagonal. A potência refletida foi calculada através da eq. **(15)**.

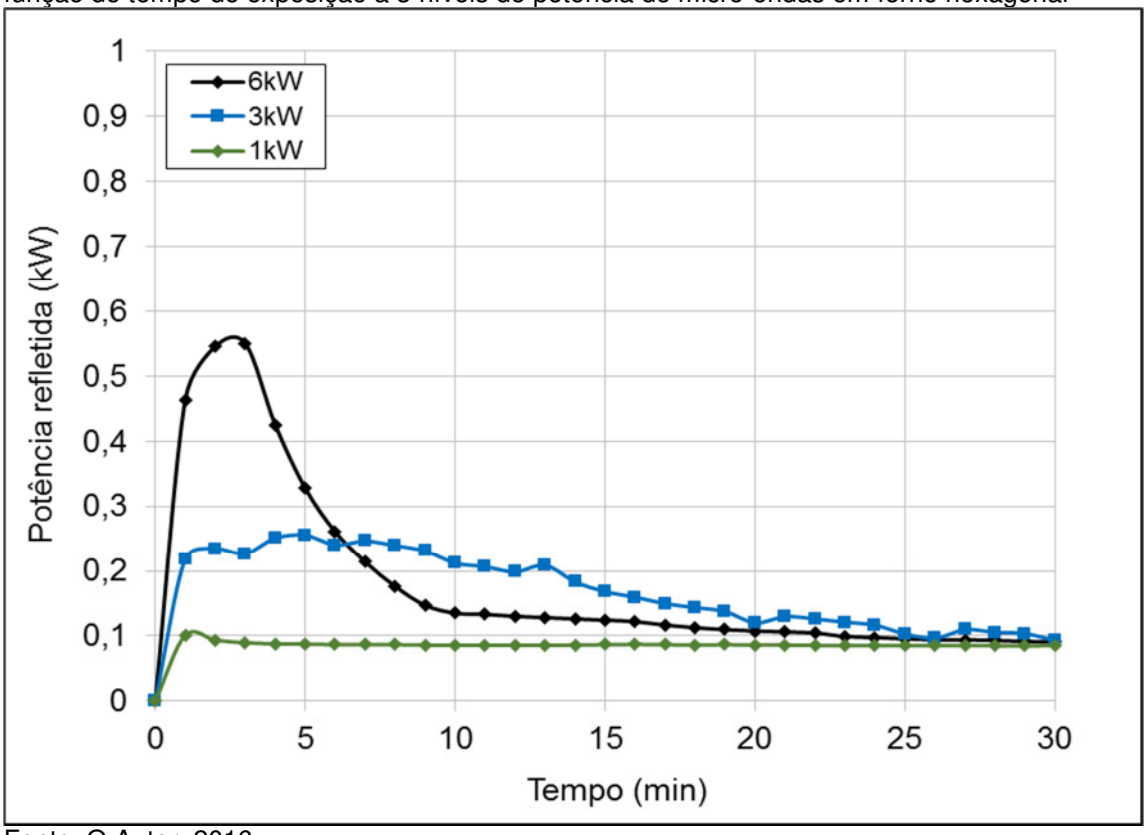
Comparando as Figuras 57 e 59 percebe-se que as taxas de aquecimento do cadinho SiCLMo obtidas no forno no hexagonal é melhor nos três níveis de potência de micro-ondas em relação as obtidas pelo forno paralepipédico. Quanto maior é a energia de micro-ondas disponível no interior da cavidade maior é a temperatura obtida pelo cadinho e isto pode ser comprovado pelas potências de micro-ondas refletidas mostradas pelas Figuras 58 e 60. Em ambos os fornos e nas condições propostas, as temperaturas atingiram um patamar indicando a capacidade máxima do cadinho em transformar energia eletromagnética em calor.

Figura 59 - Perfil da evolução da temperatura do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 60 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) do cadinho SiCLMo em função do tempo de exposição a 3 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal

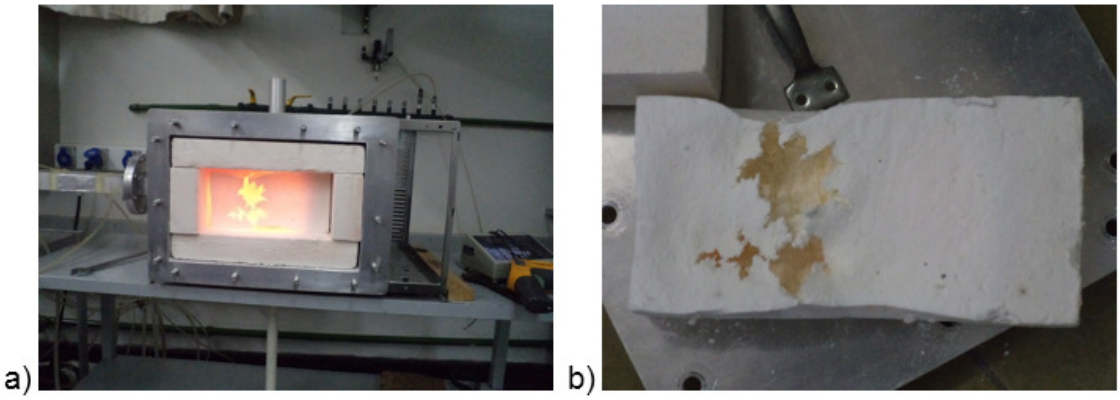



Fonte: O Autor, 2016.

## 5.3 ISOLAÇÃO TÉRMICA DO FORNO

Em todos os testes realizados, o isolante térmico fundiu parcialmente como pode ser visto pela Figura 61. Isto se deve, provavelmente, a alteração da composição química em algumas partes do isolante durante o processo de aquecimento. Mesmo estes isolantes térmicos absorvendo menos energia de micro-ondas devido suas propriedades dielétricas, subitamente geram calor em seu interior e derretem parcialmente, fenômeno muito comum em materiais aquecidos por micro-ondas, chamado de “thermal run away”. Este imprevisto impossibilitou o uso de isolante térmico nos ensaios de redução carbotérmica.

Figura 61 – Fibra cerâmica parcialmente fundida, a) logo após do ensaio e b) vista aproximada

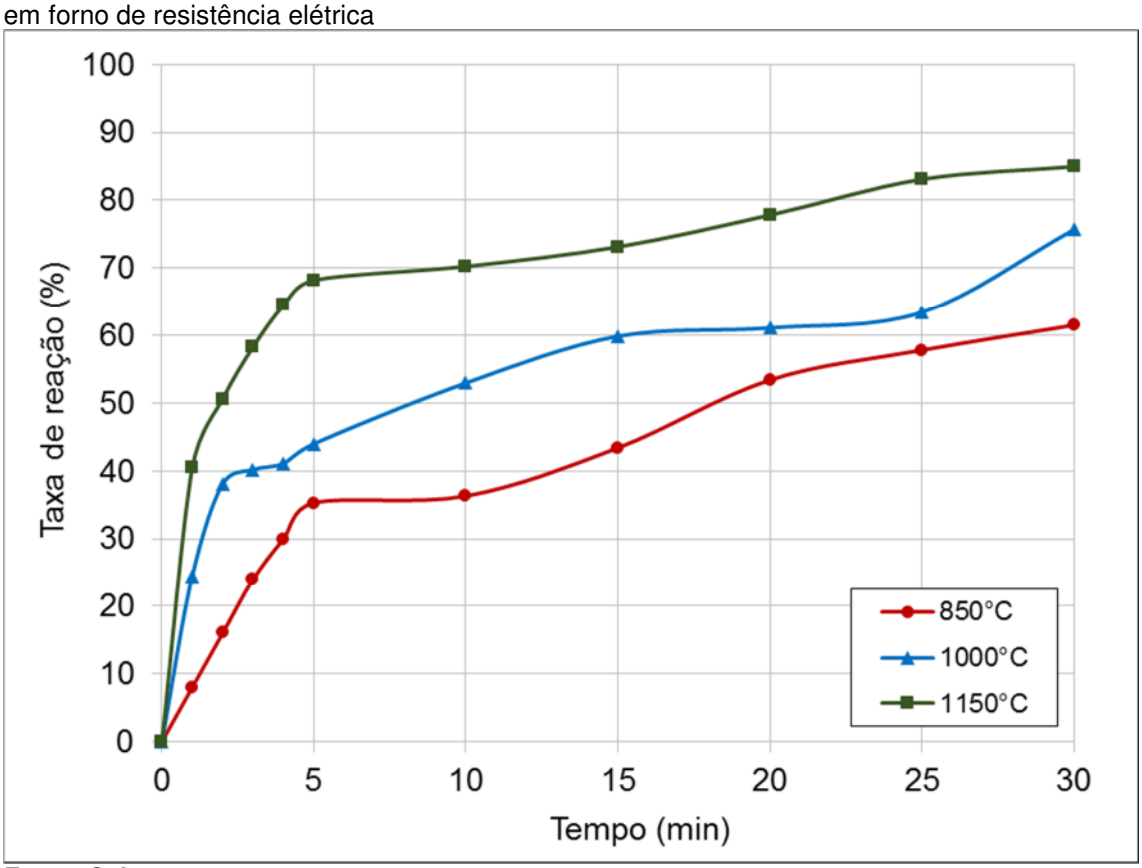



Fonte: O Autor, 2016.

## 5.4 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA EM FORNO DE RESISTÊNCIA ELÉTRICA

A Figura 62 apresenta a porcentagem de reação em função do tempo, calculada através da eq. **(14)**, de uma pelota em redução em forno com aquecimento através de resistências elétricas a 850℃, 1000℃ e 1150℃. A amostra era levada diretamente na temperatura previamente estabelecida e os ensaios foram realizados em triplicata.

Figura 62 – Taxa de reação em função do tempo para uma pelota, a 850°C, 1000°C e 1150°C em forno de resistência elétrica




Fonte: O Autor, 2016.

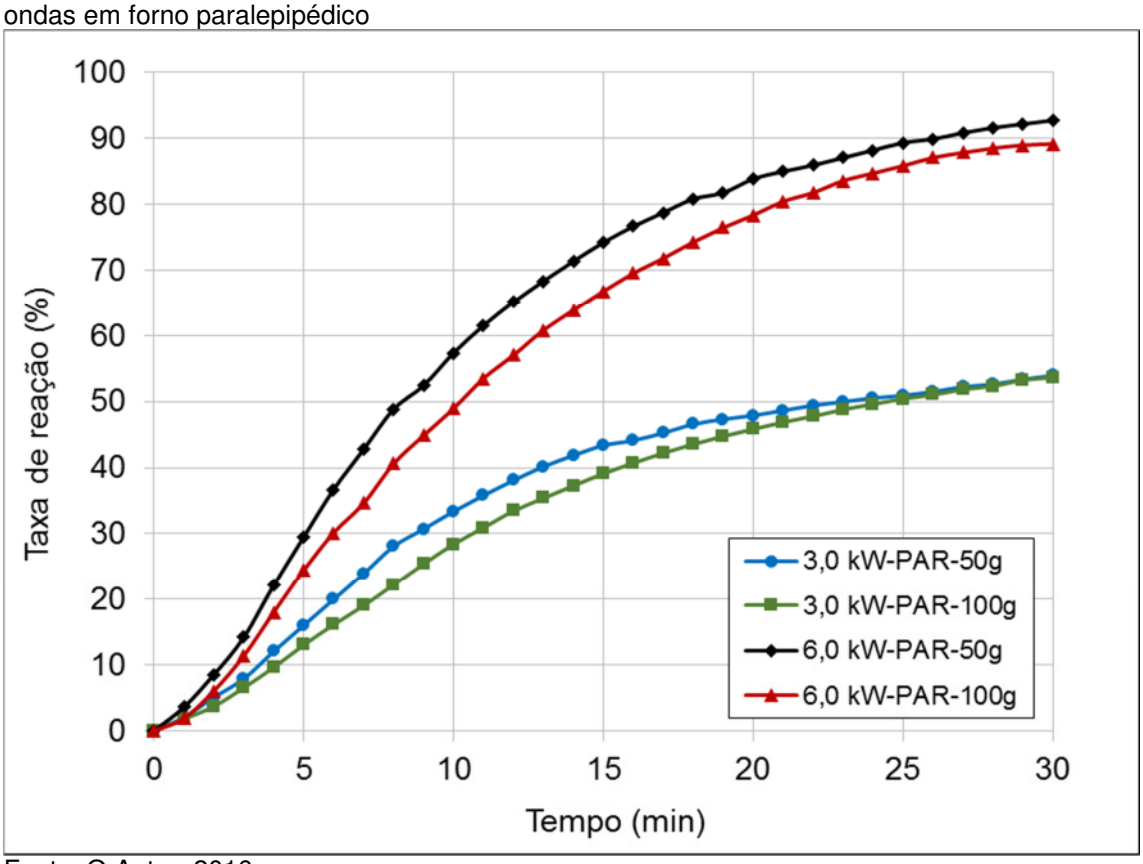
## 5.5 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA COM MICRO-ONDAS NOS FORNOS PARALEPIPÉDICO E HEXAGONAL

Neste item são apresentados e discutidos os principais resultados encontrados nos ensaios de redução carbotérmica com micro-ondas e pela simulação multifísica realizada pelo software Comsol, realizados nos fornos paralepipédico e hexagonal.

### *5.5.1 Em forno paralepipédico*

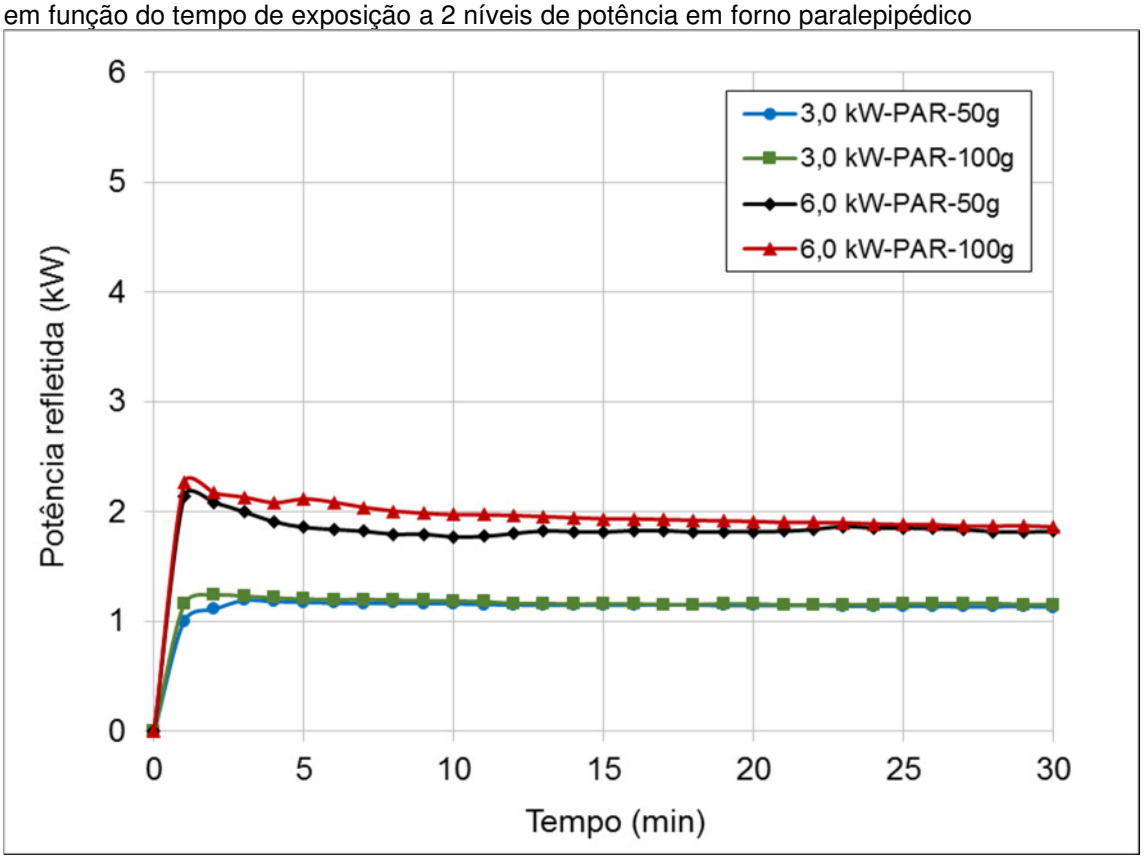
A Figura 63 apresenta as porcentagens de reação em função do tempo de exposição à irradiação por micro-ondas calculada através da eq. **(14)**. A Figura 64 mostra a evolução da potência de micro-ondas refletida durante a redução carbotérmica calculada através da eq. **(15)**. E a Figura 65 apresenta o perfil de temperatura encontrado na superfície da carga em redução. As curvas obtidas são médias simples de três ensaios encontrados no Apêndice A.

Figura 63 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência de micro-ondas em forno paralepipédico



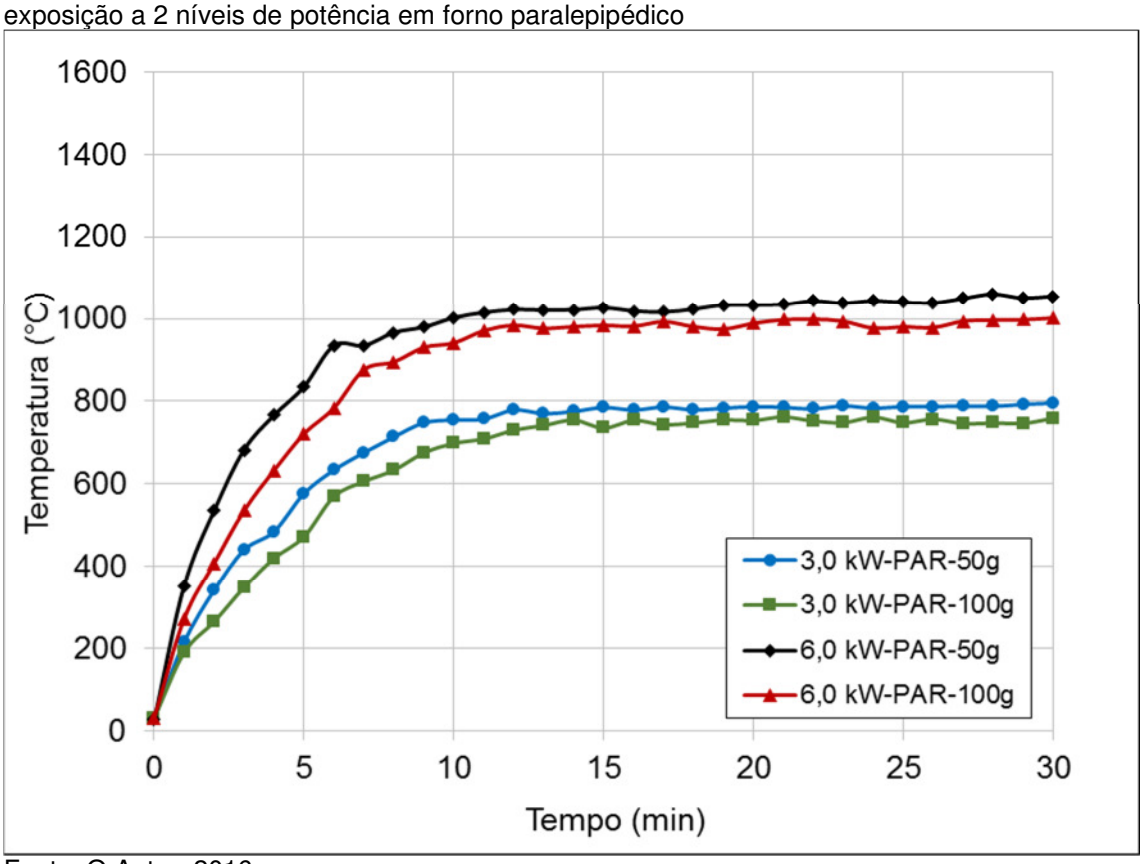

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 64 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno paralepipédico




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 65 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno paralepipédico

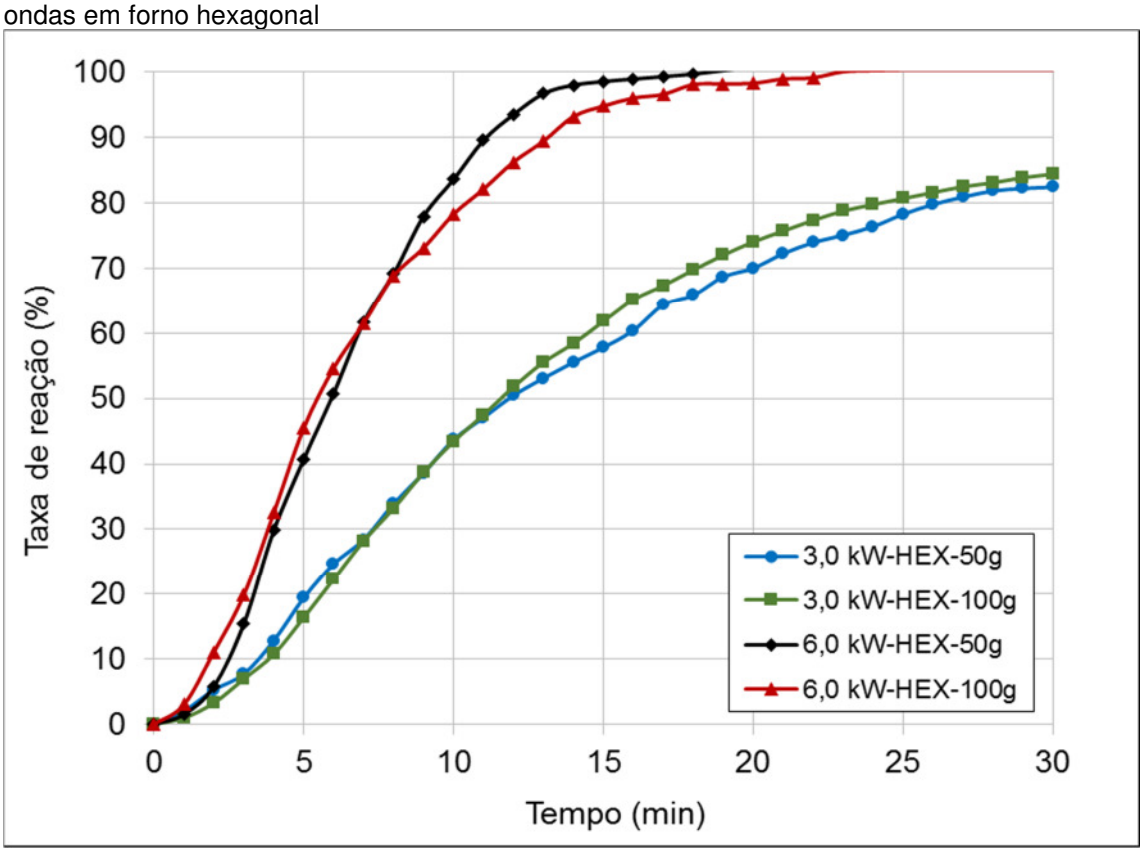



Fonte: O Autor, 2016.

### *5.5.2 Em forno hexagonal*

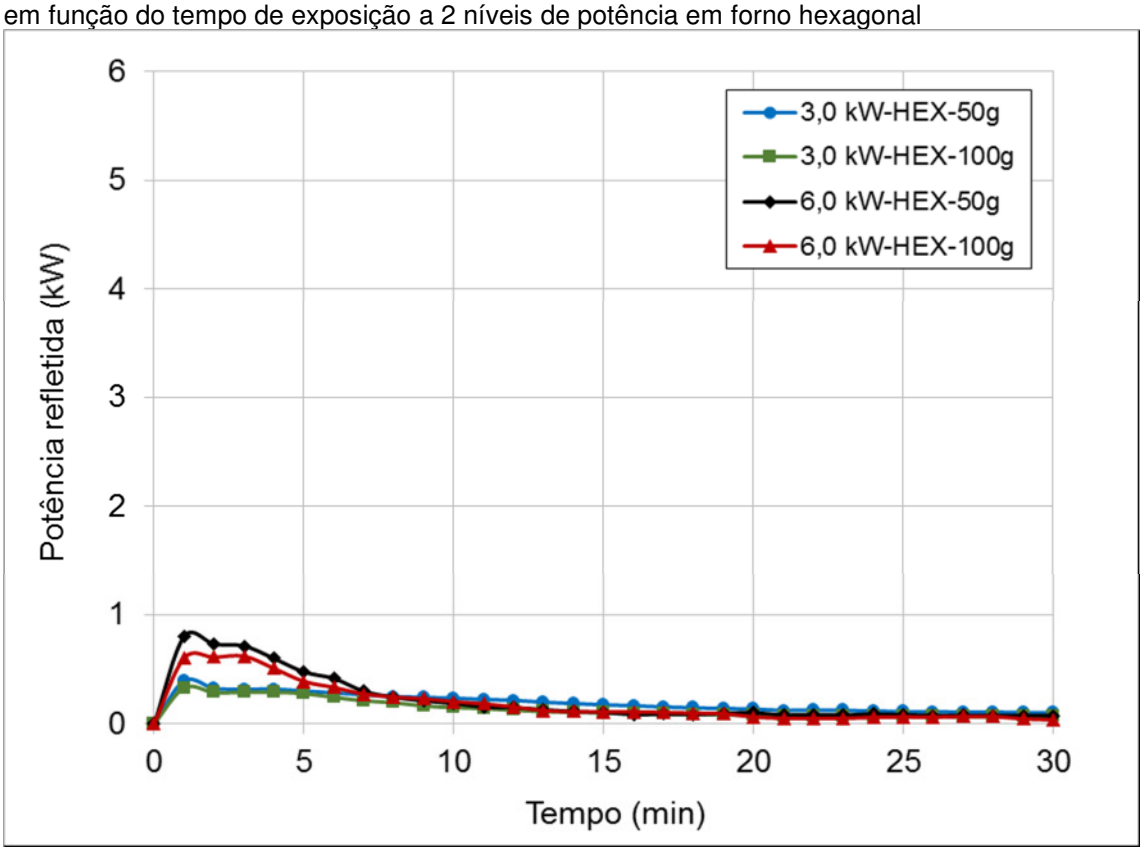
A Figura 66 apresenta as porcentagens de reação em função do tempo de exposição à irradiação por micro-ondas calculada através da eq. **(14)**. A Figura 67 mostra a evolução da potência de micro-ondas refletida durante a redução carbotérmica calculada através da eq. **(15)**. E a Figura 68 apresenta o perfil de temperatura encontrado na superfície da carga em redução. As curvas obtidas são médias simples de três ensaios encontrados no Apêndice A.

Figura 66 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência de micro-ondas em forno hexagonal



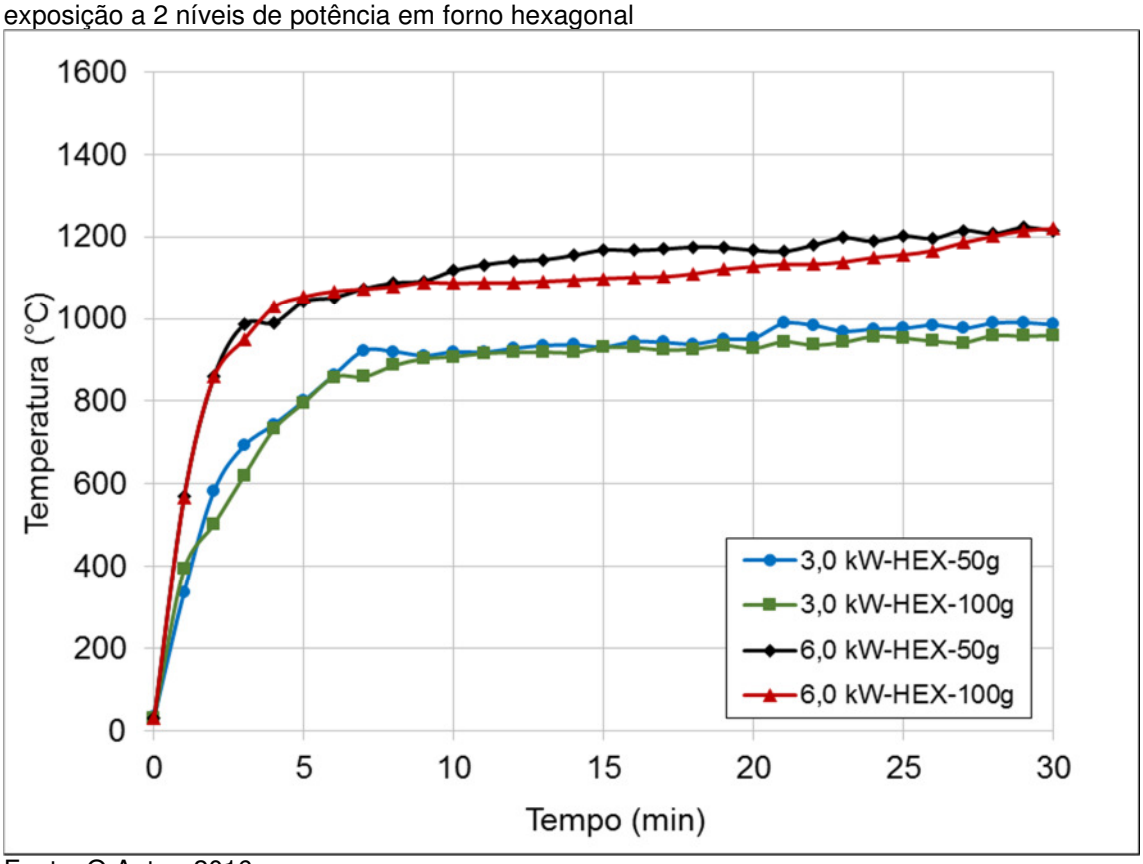

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 67 - Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida (kW) na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 68 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a 2 níveis de potência em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

### *5.5.3 Análise dos resultados obtidos pelos fornos paralepipédico e hexagonal*

A Tabela 10 apresenta os resultados das taxas de reação médias apresentadas pelas Figuras 63 e 66 após 30 minutos de ensaio.

Tabela 10 – Taxas de reação médias obtidas pelos ensaios realizados nos fornos paralepipédico e hexagonal

| | **Micro-ondas** | | | |
|---|---|---|---|---|
| | *3,0 kW* | | *6,0 kW* | |
| | **Massa de pelotas** | | **Massa de pelotas** | |
| | *50 g* | *100 g* | *50 g* | *100 g* |
| Paralepipédica | 53,9 % | 53,6 % | 92,7 % | 89,1 % |
| Hexagonal | 82,4 % | 84,4 % | 100 % (19') | 100 % (23') |

Fonte: O Autor, 2016.

Analisando os resultados obtidos verifica-se que os testes realizados no forno hexagonal foram muito superiores comparados ao forno paralepipédico inclusive atingindo 100 % de redução em tempos inferiores, como 19 minutos para 50 g e 23 minutos para 100 g de carga, ambos com 6 kW de micro-ondas irradiadas.

Isto se deve a diferentes potências de micro-ondas refletidas, como mostrado pelas Figuras 64 e 67 em diferentes temperaturas, como mostrado pelas Figuras 65 e 68. Após esta análise decidiu-se comparar a eficiência dos fornos, paralepipédico e hexagonal, através do método estatístico comparação de médias discutido anteriormente no item 4.3.6 com base na Tabela 11. Os resultados e1, e2 e e3, compilados nesta tabela são provenientes das taxas de reação, em triplicata, encontrados no Apêndice A. Os ensaios 1, 3, 5 e 7 correspondem as curvas apresentadas pelas Figuras 91, 97, 94 e 100, respectivamente e os ensaios 2, 4, 6 e 8 as curvas apresentadas pelas Figuras 79, 85, 82 e 88, respectivamente.

Tabela 11 – Matriz de planejamento para a comparação de médias e os resultados obtidos através de 3 repetições

| **Ensaio** | **(*A*)** | **(*B*)** | **(*C*)** | **e1** | **e2** | **e3** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | PAR (-) | 3,0 kW (-) | 50 g (-) | 56,8 % | 54,3 % | 50,6 % |
| 2 | HEX (+) | 3,0 kW (-) | 50 g (-) | 81,6 % | 81,0 % | 84,6 % |
| 3 | PAR (-) | 6,0 kW (+) | 50 g (-) | 94,5 % | 91,3 % | 92,4 % |
| 4 | HEX (+) | 6,0 kW (+) | 50 g (-) | 100 % (14') | 100 % (12') | 100 % (20') |
| 5 | PAR (-) | 3,0 kW (-) | 100 g (+) | 48,9% | 49,6% | 62,4% |
| 6 | HEX (+) | 3,0 kW (-) | 100 g (+) | 82,5% | 85,9% | 84,7% |
| 7 | PAR (-) | 6,0 kW (+) | 100 g (+) | 88,6% | 86,0% | 92,8% |
| 8 | HEX (+) | 6,0 kW (+) | 100 g (+) | 100% (24') | 100% (18') | 100% (16') |

Fonte: O Autor, 2016.
Legenda: PAR: paralepipédica; HEX: hexagonal; (*A*): tipo de forno; (*B*): Potência de micro-ondas; (*C*): Massa de pelotas; e: ensaio.

O Apêndice B apresenta a planilha com os resultados após a aplicação do método estatístico comparação de médias. O valor encontrado para $F_{cal}$ foi de 9,54 e adotando um nível $\alpha$ = 1%, encontramos em tabelas estatísticas o valor crítico (F) igual a 7,94 (com $\Phi_1 = 1$ e $\Phi_2 = 22$). Como $F_{cal}$ é maior que o tabelado (9,54 > 7,94), segue-se que foi comprovado com $P = 1 - \alpha = 1 - 0{,}01\% = 0{,}99$ ou seja com 99% de grau de confiança que uma cavidade difere da outra. Na prática, se a análise de variância já mostrou que existem diferenças entre as médias, ainda pode-se recorrer a um método simplificado que consiste em se

calcular um valor de “t”, teste t de “Student”, para as médias cuja diferença se deseja comprovar. Obteve-se $t_{cal}$ = 37,1 e confrontando com o valor tabelado de 3,7 ($\alpha$ = 0,01 e $\Phi$ = 22), foi comprovada que a diferença de médias é muito significativa entre as cavidades.

### *5.5.4 Análise dos resultados obtidos pelo método estatístico Yates aplicado ao forno hexagonal*

Os resultados obtidos com a aplicação deste método estão apresentados pela Tabela 12.

Tabela 12 – Resultados obtidos aplicando o método de Yates na cavidade hexagonal

| (*A*) | (*B*) | (*C*) | Efeito | |
|---|---|---|---|---|
| HEX (+) | 3,0 kW (-) | 50 g (-) | I | 188,4 |
| HEX (+) | 6,0 kW (+) | 50 g (-) | B | 16,6 |
| HEX (+) | 3,0 kW (-) | 100 g (+) | C | 0,98 |
| HEX (+) | 6,0 kW (+) | 100 g (+) | BC | -0,98 |

Fonte: O Autor, 2016.
Legenda: HEX: hexagonal; (*A*): tipo de forno; (*B*): Potência de micro-ondas; (*C*): Massa de pelotas.

O aumento da potência de micro-ondas (B) de 3 kW para 6 kW aumenta a taxa de reação em 16,6 unidades de porcentagem enquanto que o aumento da taxa de conversão devido a massa (C) é irrisório, em torno de 1%. Já a interação potência/massa (BC) é negativa tendendo assim a diminuir o rendimento. Provavelmente, o uso do cadinho de carbeto de silício influenciou para que tanto a variação da massa como a interação entre a massa e a potência fossem insignificantes.

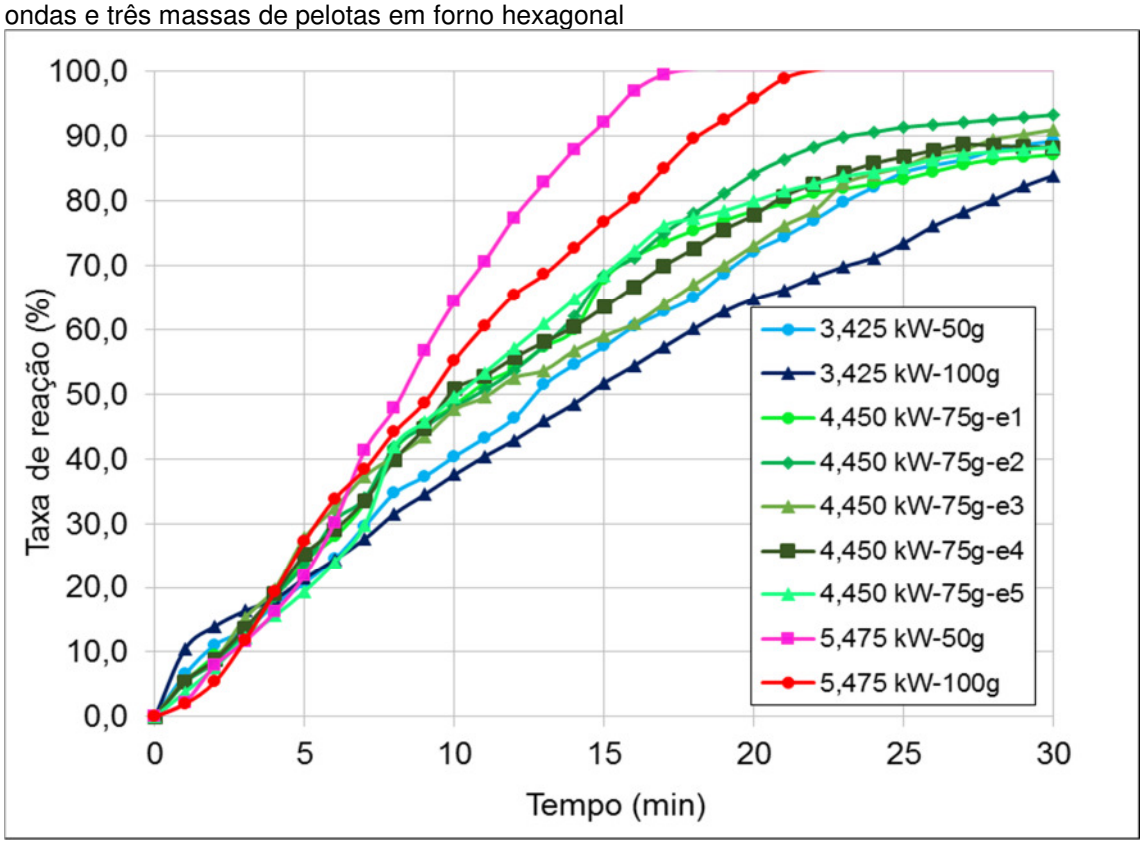
A análise de variância ANOVA mostrou, através do fator calculado de 495,0, que a potência de micro-ondas (B) é altamente significativa com 99,9 % de certeza estatística. A massa (C) e a interação entre a massa e a potência (BC) ambas obtiveram um $F_{cal}$ de 1,73 e adotando um nível de $\alpha$ = 20%, encontramos em tabelas estatísticas o valor crítico (F) igual a 1,95 (com $\Phi_1$ = 3 e $\Phi_2$ = 8). Como $F_{cal}$ é menor que o tabelado (1,73 < 1,95), segue-se que a massa e a interação

entre a massa e a potência não tem influência alguma nestas condições experimentadas.

*5.5.5 Análise dos resultados obtidos pelo método estatístico regressão multilinear aplicado ao forno hexagonal*

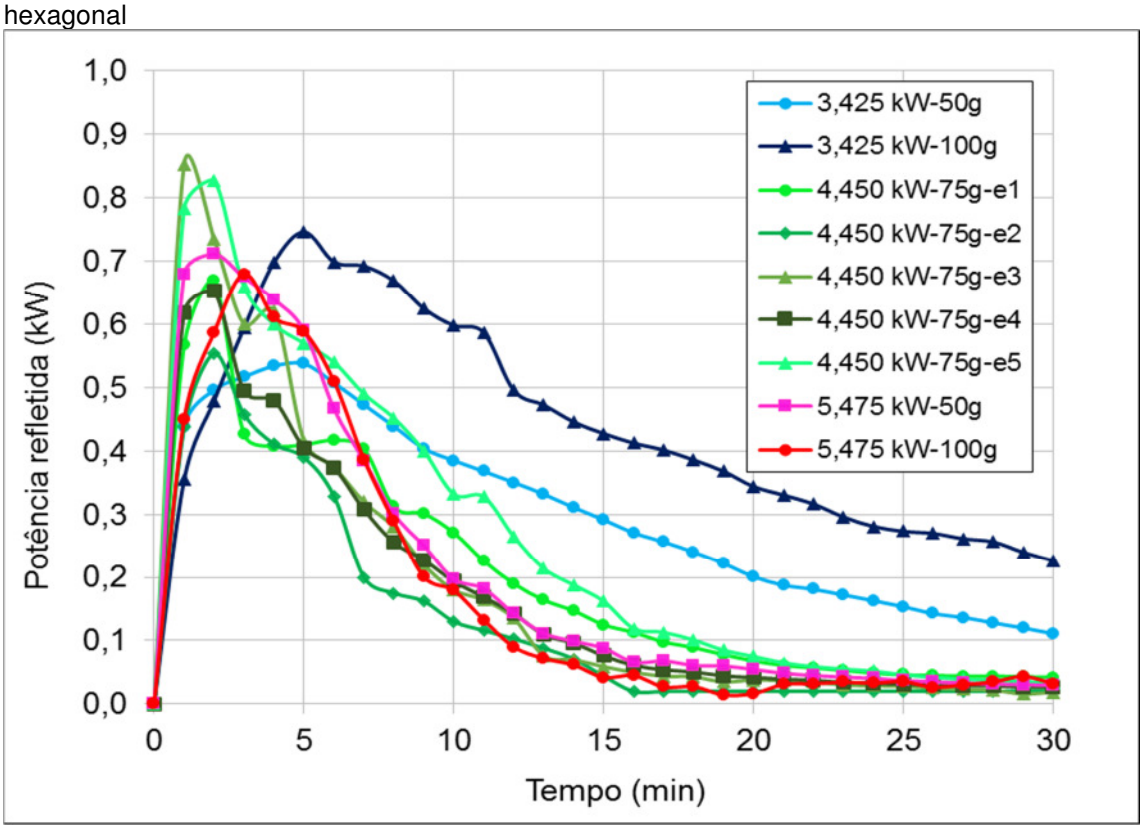
A Figura 69 apresenta as porcentagens de reação em função do tempo de exposição à irradiação por micro-ondas calculada através da eq. **(1)**. A Figura 70 mostra a evolução da potência de micro-ondas refletida durante a redução carbotérmica calculada através da eq. **(2)**. E a Figura 71 apresenta o perfil de temperatura encontrado na superfície da carga em redução. As curvas obtidas são médias de ensaios apresentados no Apêndice C.

Figura 69 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três massas de pelotas em forno hexagonal



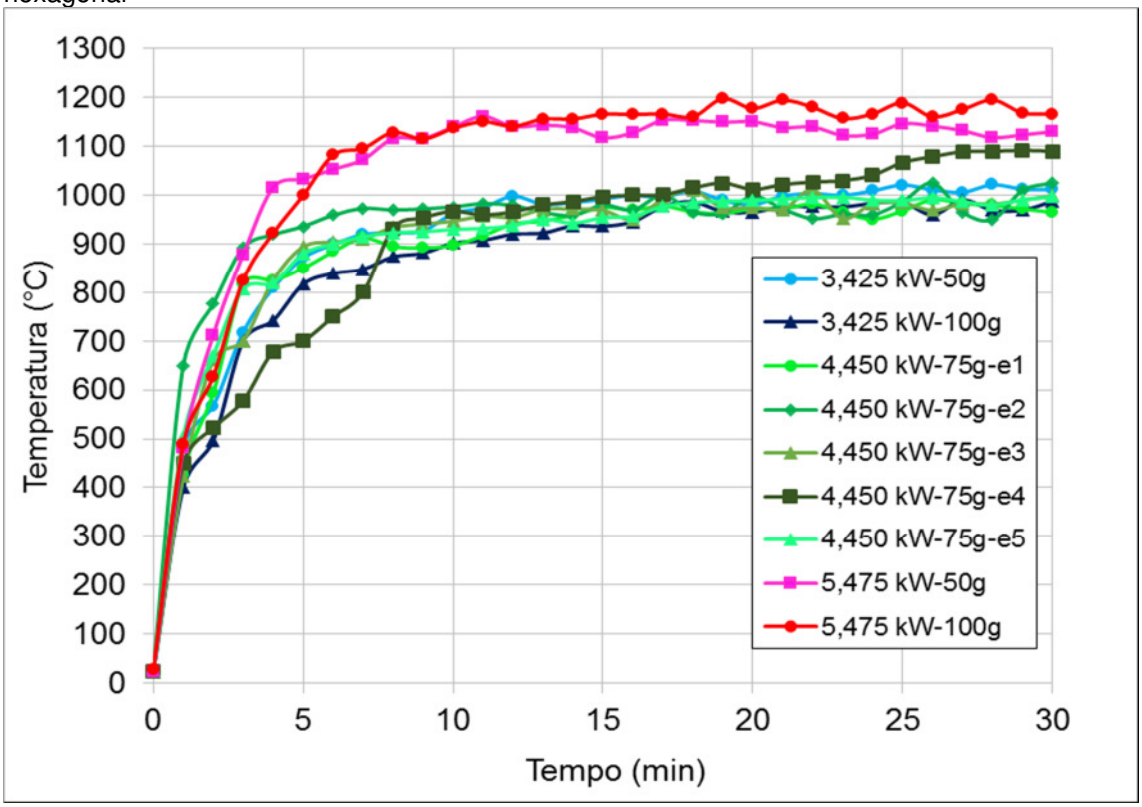

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 70 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três de massa de pelotas em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 71 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica em função do tempo de exposição a três níveis de potência de micro-ondas e três de massa de pelotas em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

A equação que pode descrever a relação entre as variáveis estudadas neste trabalho e que inclua efeitos de interação é a seguinte:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_{12} x_1 x_2 + \epsilon \quad (16)$$

Nesta equação, y representa a porcentagem da taxa de reação, $x_1$ representa a potência de micro-ondas, $x_2$ é a massa de pelotas e $\epsilon$ é um termo de erro aleatório. Este é um modelo de regressão com dois regressores. Os parâmetros desconhecidos $\beta_0$, $\beta_1$ e $\beta_2$ foram calculados usando os parâmetros estimados e são apresentados pela Tabela 13.

Tabela 13 – Resultados obtidos aplicando o método da regressão linear múltipla

| $\beta_0$ | $\beta_1$ | $\beta_2$ | $\beta_{12}$ |
|---|---|---|---|
| 91,42 | -1,90 | 6,82 | 1,33 |

Fonte: O Autor, 2016.

A ANOVA determinou que a massa e a interação entre a massa e a potência são insignificantes nas condições experimentais propostas, e considerando que o valor esperado do termo do erro é zero, a eq. **(16)** foi reduzida a:

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 \quad (17)$$

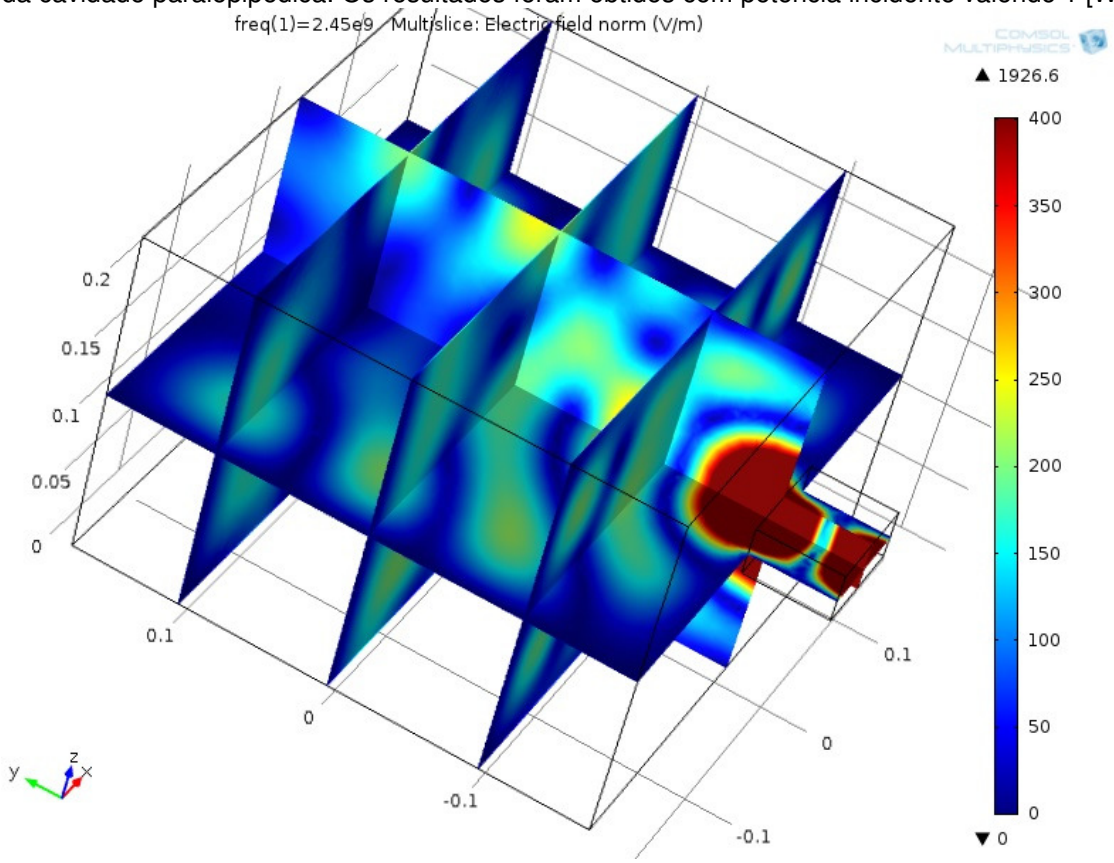
Lembrando que $x_1$ é um valor reduzido, isto é a relação entre o valor máximo ou minimo da potência de micro-ondas menos o valor central dividida pela variação entre o ponto central até o valor máximo ou mínimo. Além disso, o $F_{cal}$ igual a 1,53 mostra que a diferença entre o universo real e simulado é muito pequeno permitindo que esta equação represente o fenonemo estudado.

### *5.5.6 Estudo da distribuição de energia eletromagnética nas cavidades paralepipédica, hexagonal* e cilíndrica

As Figuras 72 e 73 apresentam resultados de simulação computacional referentes à distribuição da intensidade de campo elétrico |E|, medido em V/m, em função das coordenadas espaciais (x, y, z). Considerando que os resultados

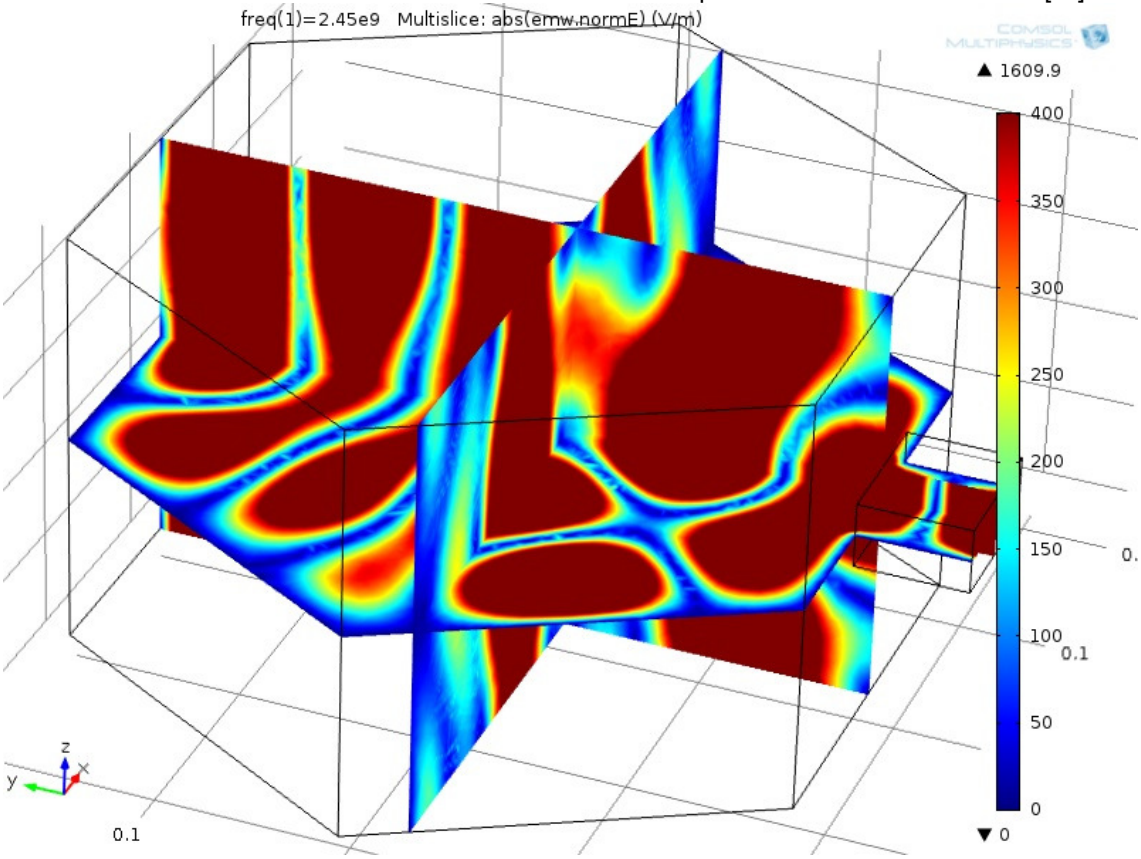
da intensidade de campo elétrico foram obtidos a partir de potências iguais estimulando as duas estruturas e que as escalas de visualização também são iguais, observa-se claramente que a estrutura hexaédrica resulta numa distribuição mais homogênea e também mais intensa se comparada à estrutura paralepipédica, ambas com volumes semelhantes. Mesmo considerando que estas simulações não contemplaram a presença de materiais absorvedores de energia, pode-se inferir a superioridade da cavidade hexaédrica sobre a paralepipédica convencional.

Figura 72 – Visualização 3D da intensidade de campo elétrico [V/m], com escala linear, no interior da cavidade paralepipédica. Os resultados foram obtidos com potência incidente valendo 1 [W]




Fonte: Comsol Multiphysics, 2016.

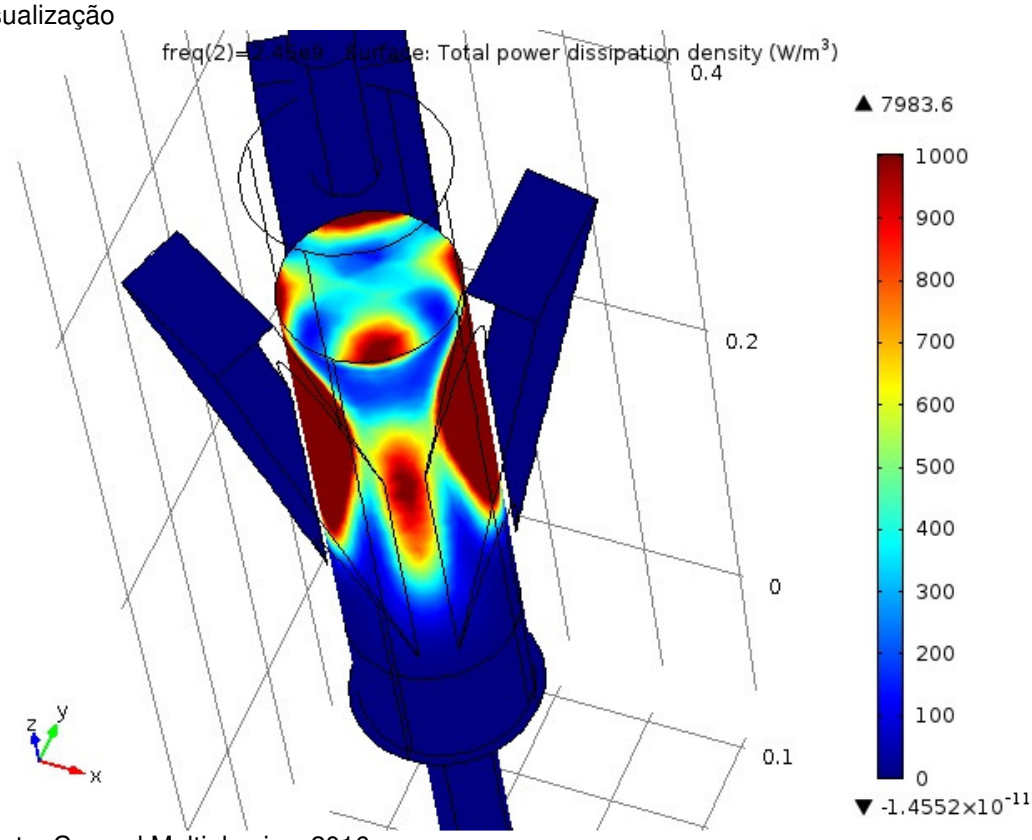
Figura 73 – Visualização 3D da intensidade de campo elétrico [V/m], com escala linear, no interior da cavidade hexaédrica. Os resultados foram obtidos com potência incidente valendo 1 [W]




Fonte: Comsol Multiphysics, 2016.

A Figura 74 apresenta uma distribuição da densidade volumétrica de potência dissipada, medida em W/m$^3$. Trata-se de um aplicador de três acessos em uma cavidade cilíndrica. Diferentemente das figuras anteriores, os resultados computacionais foram obtidos com a “colocação” de material absorvedor de energia de micro-ondas no interior da cavidade; daí a utilização do parâmetro densidade de potência (W/m$^3$), que, integrado no volume da cavidade, resultará no valor da potência dissipada pelo material que representa a “carga” da cavidade. Também é claramente visível a influência dos três geradores aplicando energia à região da carga e a interação eletromagnética com a estrutura na qual se observa quatro regiões mais quentes devidas, provavelmente, a modos de propagação de ordem superior.

Figura 74 – Visualização 3D da densidade volumétrica de potência [W/m³] dissipada na carga no interior do reator cilíndrico. Algumas paredes do aplicador foram “removidas” para facilitar visualização




Fonte: Comsol Multiphysics, 2016.

Com esta configuração pretende-se produzir um campo eletromagnético de alta intensidade no interior do forno. A cor vermelha está associada a uma maior temperatura e a azul uma menor, pois o efeito de aumento de temperatura é proporcional à potência dissipada. Há, no entanto, aspectos a se considerar no projeto – e que não estão representados na figura. O primeiro trata do acoplamento entre os três geradores de micro-ondas. Eles são independentes, porém o aplicador e a cavidade não os desacoplam totalmente; isto significa que, além da reflexão de onda que cada gerador sofre, há também atuação de um gerador nos outros dois como consequência do uso de uma estrutura passiva de três acessos. O segundo aspecto diz respeito à influência de parâmetros de natureza elétrica no efeito térmico. A geometria do aplicador tem simetria caracterizada por periodicidade espacial de 120° (= 360°/3); de fato, considerando a densidade volumétrica de potência, esta simetria só existirá se os três geradores apresentarem sincronismo de fase nos sinais de estímulo da cavidade. Esta não é uma hipótese plausível, pois os geradores são independentes. Na prática não se pode nem afirmar que suas frequências de

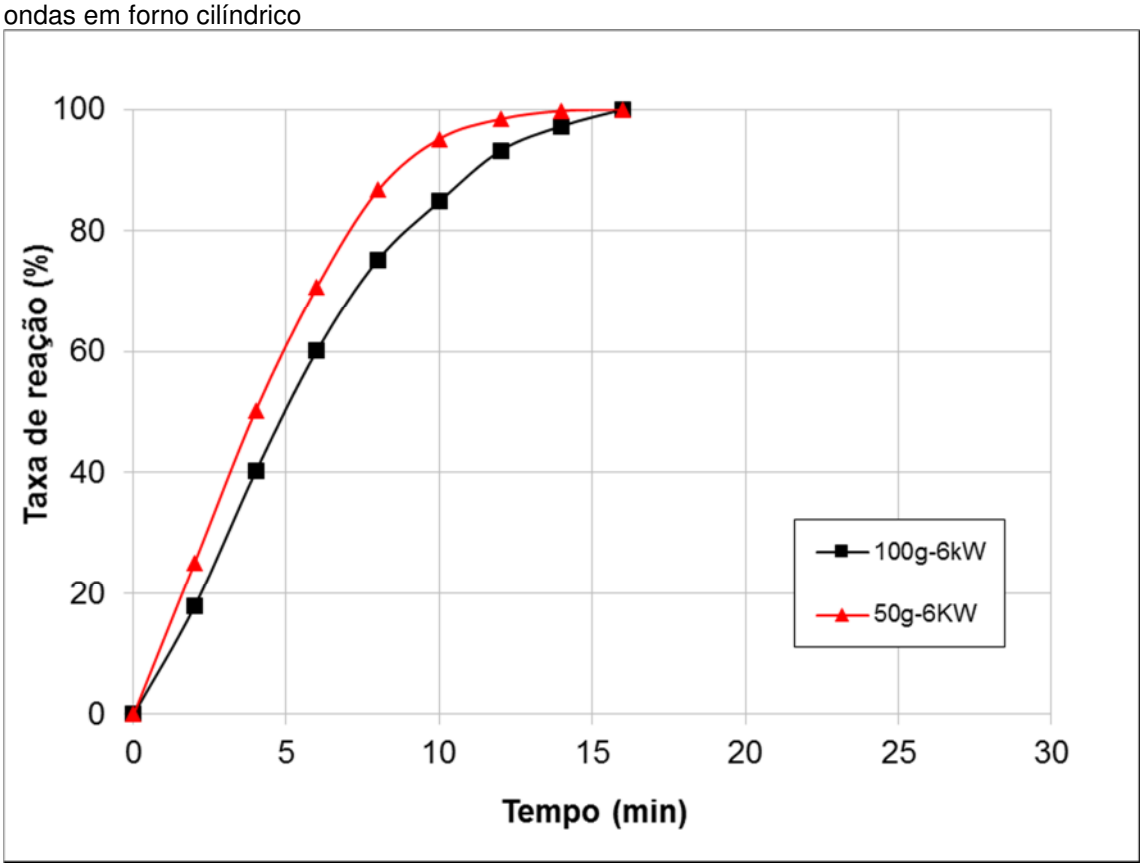
operação sejam exatamente as mesmas, apesar de terem valores próximos e ocuparem semelhantes larguras de faixa em frequência. No entanto, como as constantes de tempo dos fenômenos eletromagnéticos são muitíssimo menores que as constantes de tempo de natureza térmica, parece razoável esperar por resultados térmicos simétricos em períodos de tempo curto e alguma homogeneização térmica espacial em situação de regime permanente.

## 5.6 ENSAIOS DE REDUÇÃO CARBOTÉRMICA COM MICRO-ONDAS NO FORNO CILINDRICO

### *5.6.1 Análise dos resultados obtidos pelo forno cilíndrico*

Neste item são apresentados e discutidos os principais resultados encontrados para a redução carbotérmica de 50 e 100 g de pelotas auto-redutoras com irradiação por micro-ondas a 6 kW de potência em cadinho de carbeto de silício em forno cilíndrico.

Figura 75 – Taxa de reação em função do tempo de exposição a 6 kW de potência de micro-ondas em forno cilíndrico

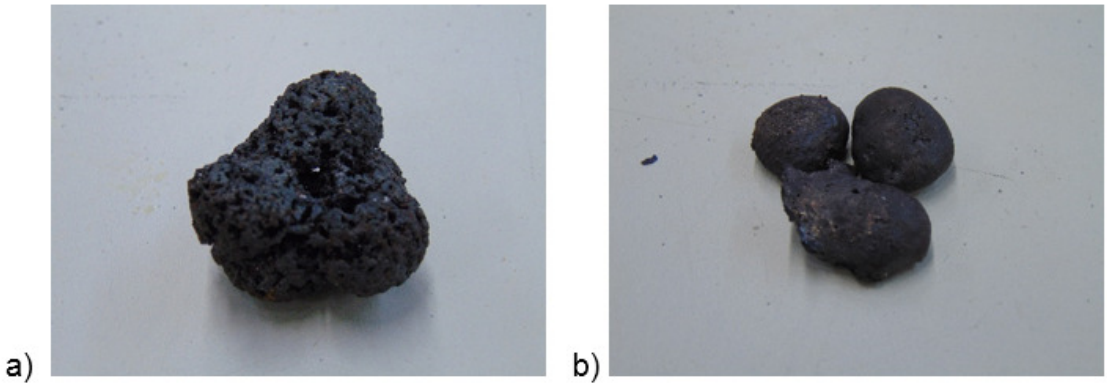



Fonte: O Autor, 2016.

O gráfico da Figura 75 apresenta a porcentagem de reação em função do tempo de exposição à irradiação por micro-ondas calculada através da eq. **(2)**. Após 16 minutos de reação, 100% da taxa de reação foi obtida para ambas as massas de pelotas. Isto se deve provavelmente a alta absorção de energia de micro-ondas pelo cadinho e pela alta densidade energética no interior da cavidade propiciada pela irradiação de micro-ondas através de três guias simultaneamente. A diferença na velocidade de reação se deve a maior quantidade de energia térmica disponível por grama de amostra.

Ao analisar as cargas após os ensaios, ambas as massas de pelotas estavam totalmente reduzidas contendo pontos metálicos em sua superfície como mostra a Figura 76 a. Em um dos ensaios realizados com a carga de 50 g foi encontrado a massa totalmente fundida como pode ser visto pela Figura 76 b.

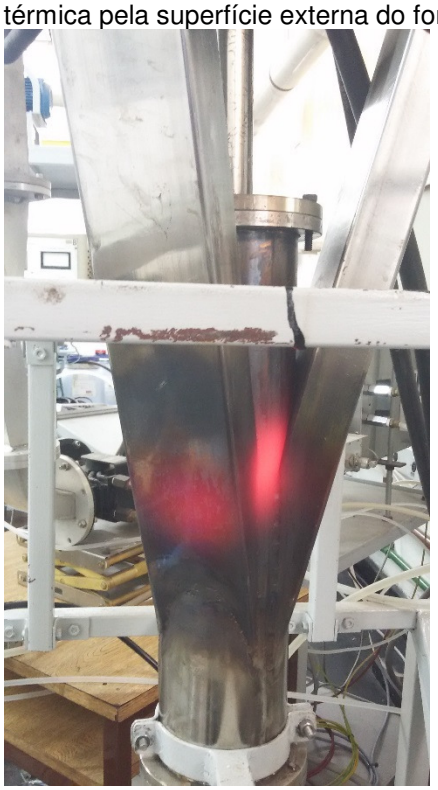
Figura 76 – (a) pelotas 100 % reduzidas, (b) nódulos de ferro gusa.




Fonte: O Autor, 2016.

Um problema encontrado foi a perda de calor pelas paredes do forno através do superaquecimento da cavidade, chegando ficar ao rubro como mostrado pela Figura 77. Isto foi devido à geração de correntes elétricas na parede da cavidade além da transferência de calor pelo cadinho.

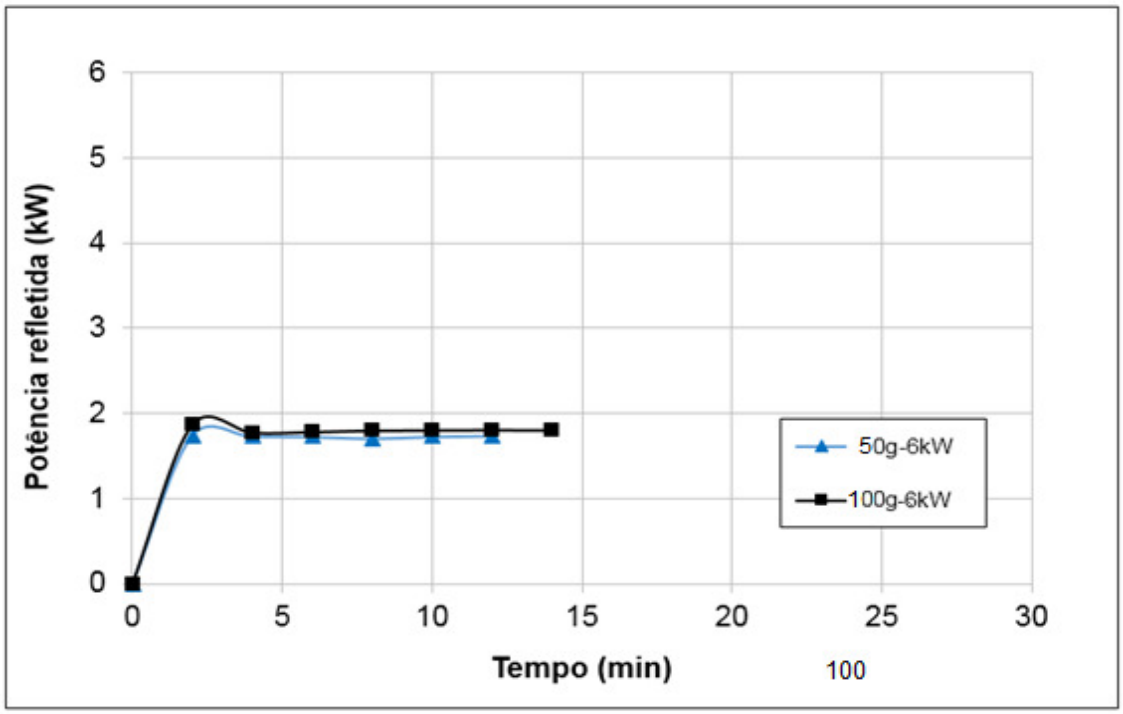
Figura 77 – Perda de energia térmica pela superfície externa do forno



Fonte: O Autor, 2016.

A Figura 78 mostra o perfil da evolução da potência refletida de micro-ondas, utilizadas nestes ensaios. Neste equipamento não foi medida a temperatura.

Figura 78 – Perfil da evolução da potência de micro-ondas refletida na redução carbotérmica em função do tempo em forno cilíndrico




Fonte: O Autor, 2016.

As taxas de reação muito próximas apresentadas pela Figura 74 são explicadas por praticamente a mesma quantidade de energia de micro-ondas refletida durante os ensaios, como mostrado pela Figura 77.

# 6. CONCLUSÕES

1 - Na otimização das condições operacionais realizadas através do forno paralepipédico determinou-se que não se deve utilizar isolação térmica no interior da cavidade com ponto de fusão inferior à temperatura máxima atingida pelo sistema cadinho/pelotas e que absorvam, mesmo parcialmente, energia de micro-ondas.

2 - Os equipamentos ora apresentados demonstraram grande facilidade de controle da potência aplicada de micro-ondas e de aquisição de dados abrindo a oportunidade de uma série de experimentos que levarão a um melhor conhecimento da interação de micro-ondas com o sistema minério-redutor por possibilitar a quantificação da energia de micro-ondas colocada em jogo no processo de redução carbotérmica empregando potência de micro-ondas e permitir a fácil reprodutibilidade das condições de ensaio.

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

4 - A simulação multifísica ajudou a especificar as dimensões em busca de mínima reflexão de micro-ondas dentro das dimensões físicas razoáveis para o projeto. A simulação computacional de cavidades de micro-ondas forma uma parte integrante dos estudos em aquecimento por micro-ondas. É usado como um adjuvante para experimentação e derivação analítica. Se não existirem expressões analíticas, a simulação é uma ferramenta valiosa na compreensão e concepção da cavidade.

5 – Uma importante característica apresentada pela cavidade hexagonal desenvolvida, nas condições experimentais propostas neste estudo, é de possuir uma baixa potência refletida e consequentemente alta potência efetiva no interior

da cavidade. A vantagem auferida, desta forma, é de possibilitar melhores resultados em termos de taxas de reação.

6 - A cavidade cilíndrica apresentou taxas de reação similares a hexagonal, nas condições propostas, mas com uma potência refletida alta. Estudos de otimização deste protótipo ainda se fazem necessários.

7 – Em suma, considerando que a escala de operação dos protótipos é muito pequena e os equipamentos (hexagonal e cilíndrico) necessitam de uma otimização de suas dimensões físicas; considerando que o carbono usado para manter a temperatura de reação em um alto forno seja substituído por energia de micro-ondas; considerando que, apesar de todas as restrições operacionais de escala, o rendimento foi superior ao dos processos convencionais; podemos admitir que o processo de redução carbotérmica de minério de ferro promovida por micro-ondas é viável tecnicamente; são necessários estudos em maior escala para viabilização industrial.

# 7 REFERÊNCIAS

1 - STANDISH, N.; WORNER, H. Microwave application in the reduction of metal oxides with carbon. **Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy.** v. 25, n. 3, p. 177-180, 1990.

2 – XIA, D.K.; PICKLES, C.A. Applications of microwave energy in extractive metallurgy, a review. **CIM Bulletin.** v.90, n.1011, p. 96-107, 1997.

3 - HAQUE, K. E. Microwave energy for mineral treatment processes – a brief review. **International Journal of Mineral Processing.** v. 57, p. 1-24, 1999.

4 – KASHIMURA K.; NAGATA, K.; SATO, M. Concept of furnace for metal refining by microwave heating – a design of microwave smelting furnace with low $CO_2$ emission. **Material Transactions.** v. 51, n. 10, p. 1847-1853, 2010

5 – ANUÁRIO ESTATÍSTICO [do] Setor Metalúrgico. Brasília, 2014. Anual.

6 – CASTRO, E. R.; MOURÃO, M. B.; JERMOLOVICIUS, L. A.; TAKANO, C SENISE, J. T. Carbothermic reduction of Iron Ore Applying Microwave Energy. **Steel Research International.** v. 83, n. 2, p. 131-138, 2012.

7 – CASTRO, E. R.; MOURÃO, M. B.; JERMOLOVICIUS, L. A.; SENISE, J. T.; TAKANO, C. Implementação de controles em processos de redução carbotérmica de minério de ferro incentivada por micro-ondas. **In:** XXXVII Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-Primas, Salvador. **Anais...**Salvador:ABM, 2007, p. 25-33.

8 - JERMOLOVICIUS, L. A.; CASTRO, E. R.; SENISE, J. T.; MOURÃO, M. B.; TAKANO, C. Energy balance of the carbothermic reduction of iron ore enhanced by microwave energy. **In:** 7th Japan-Brazil Symposium on Dust Processing-Energy-Environment in Metallurgical Industries & 1st International Seminar on Self-reducing and Cold Bonded Agglomeration, 2008, São Paulo. **Anais...** São Paulo : ABM, 2008. p. 245-253.

9 – JERMOLOVICIUS, L. A.; CASTRO, E. R.; SENISE, J. T.; TAKANO, C. Equipment for microwave assisted carbothermic reduction of metallic oxides. **In.** AMPERE 2009 - International Conference on Microwave and High Frequency Heating. Karlsruhe. **Anais...** Karlsruhe: AMPERE, 2009.

10 – JERMOLOVICIUS, L. A.; CASTRO, E. R.; SENISE, J. T. Equipament for microwave enhanced carbothermic reductions. **In:** IMOC 2009 – 2009 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference. **Anais.**.. Belém: SBMO, 2009. p. 167-171.

11 – CASTRO, E. R.; MOURÃO, M. B.; JERMOLOVICIUS, L. A.; SENISE, J. T.; TAKANO, C. Forno aprimorado para estudo de processos de redução carbotérmica de minérios incentivada por micro-ondas. Tecnologia em Metalurgia e Materiais. v. 5, n. 3, p. 156-161, 2009.

12 – MOURÃO, M. B.; CASTRO, E. R.; JERMOLOVICIUS, L. A.; TAKANO, C SENISE, J. T. Redução carbotérmica de minério de ferro empregando energia de micro-ondas. **In:** 40º Seminário de Redução de Minério de Ferro e 11º de Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro, 2010, **Anais...** São Paulo: ABM, 2010. v. 1. p. 386-395.

13 – De Castro, E.R. **Contribuição ao desenvolvimento da redução carbotérmica de óxidos metálicos empregando energia de microondas.** Universidade de São Paulo. São Paulo, SP, 136 p. 2009. Dissertação de mestrado.

14 – ROSENQVIST, T. **Principles of Extractive Metallurgy.** United States of America, 1974.

15 – BALDWIN, B. G. The mechanism of the reduction of iron oxides by solid coke. **Journal of the Iron and Steel Institute.** v. 179, p. 30-36, 1955.

16 – GHOSH, R.S., DE, N.G., LAHIRI, A. A study of ore-char briquetes and their reduction kinetics. **Iron and Steel International.** 1975, p. 459-471.

17 - SRINIVASAN, N.S.; LAHIRI, A.K. Studies on the reduction of hematite by carbon. **Metallurgical Transactions.** 1977, p. 175-178.

18 – ERGUN, S. Kinetics of the reaction of carbon dioxide with carbon. *Anal. Chem.*, 24, 1952, p. 388.

19 - MOURÃO, M. B.; TAKANO, C. Pelotas auto-redutoras para obtenção de ferro metálico: cinética e processamento. In: 58º CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, 58, São Paulo. **Anais...** São Paulo: ABM, 2003. p. 15-29.

20 – SOBOL, H.; TOMIYASU, K. Milestones of Microwaves. **IEEE.** T. Microwaves Theory, 50, 2002, 594-611.

21 – SKOLNIK, M. Role of Radar in Microwaves. **IEEE.** T. Microwaves Theory, 50, 2002, 625-632.

22 – Spencer, P.L. **Method of Treating Foodstuffs.** PI 2495429, 08 out. 1945.

23 – History of the microwave oven. Disponível em:<http://www.microwaves101.com>. Acesso em: 16 jul. 2014.

24 - SUTTON W. H. Microwave processing of ceramic materials. **Ceramic Bulletin.** v. 68, n. 2, 1989, p. 376-386.

25 – METAXAS, A.C.; MEREDITH, R.J. **Industrial Microwave Heating.** Peter Peregrinus, 1992.

26 - DECAREAU, R. V.; PETERSON, R. A. **Microwave processing and engineering.** 1986, 42p.

27 – Microwave Technology. Disponível em: http:// <http://www.pueschner.com/en/microwave-technology/physical-basics>. Acesso em: 31 maio 2016.

28 - ERICKSON, C. J. **Handbook of electrical heating for industry.** New York: IEE, 1995. 629p.

29 – COMMITTEE ON MICROWAVE PROCESSING OF MATERIALS. **Microwave processing of materials.** Publication NMAB-473. Washington, D.C.: National Academy Press, 1994.

30 – General Guidelines for the Configuration and Selection of Microwave Generators and Waveguide Components. Disponível em: <http://www.relltubes.com/filebase/en/src/Literature/Configuration-and-Selection-of-MicrowaveGenerators-and-Waveguide-Components.pdf> .Acesso em: 28 maio 2016

31 – STANDISH, N.; PRAMUSANTO. Reduction of microwave irradiated iron particles in CO. **ISIJ International.** v. 31, n. 1, p. 11-16, 1991.

32 – AGUILAR, J.A.; GOMEZ, I. Microwaves applied to carbothermic reduction of iron ore pellets. **International Microwave Power Institute.** p. 67-73, 1997.

33 – ISHIZAKI, K.; NAGATA, K.; HAYASHI, T. Production of pig iron from magnetite ore-coal composite pellets by microwave heating. **ISIJ International.** v. 46, n. 10, p. 1403-1409, 2006.

34 – TAKAYAMA, S. et al. Microwave frequency effect for reduction of magnetite. **The Japan Society of Plasma Science and Nuclear Fusion Research.** v. 03, n. S1036, p. 1-4, 2008.

35 – HARA, K.; HAYASHI, M.; SATO, M.; NAGATA, K. Continuous pig iron making by microwave heating with 12,5 KW at 2,45 GHz. **Journal of Microwave Power and Eletromagnetic Energy.** v. 45, n. 3, pp. 137-147, 2011.

36 – HARA, K.; HAYASHI, M.; MOTOYASU, S.; NAGATA, K. Pig iron making by focused microwave beams with 20kW at 2,45 GHz. **ISIJ International.** v. 52, n. 12, pp. 2149-2157, 2012.

37 – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NM248:** Agregados – Determinação da composição granulométrica. Rio de Janeiro, 2003. 6p.

38 – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **D 3172-07a:** Standard Practice for Proximate Analysis of Coal and Coke. 1990. 1p.

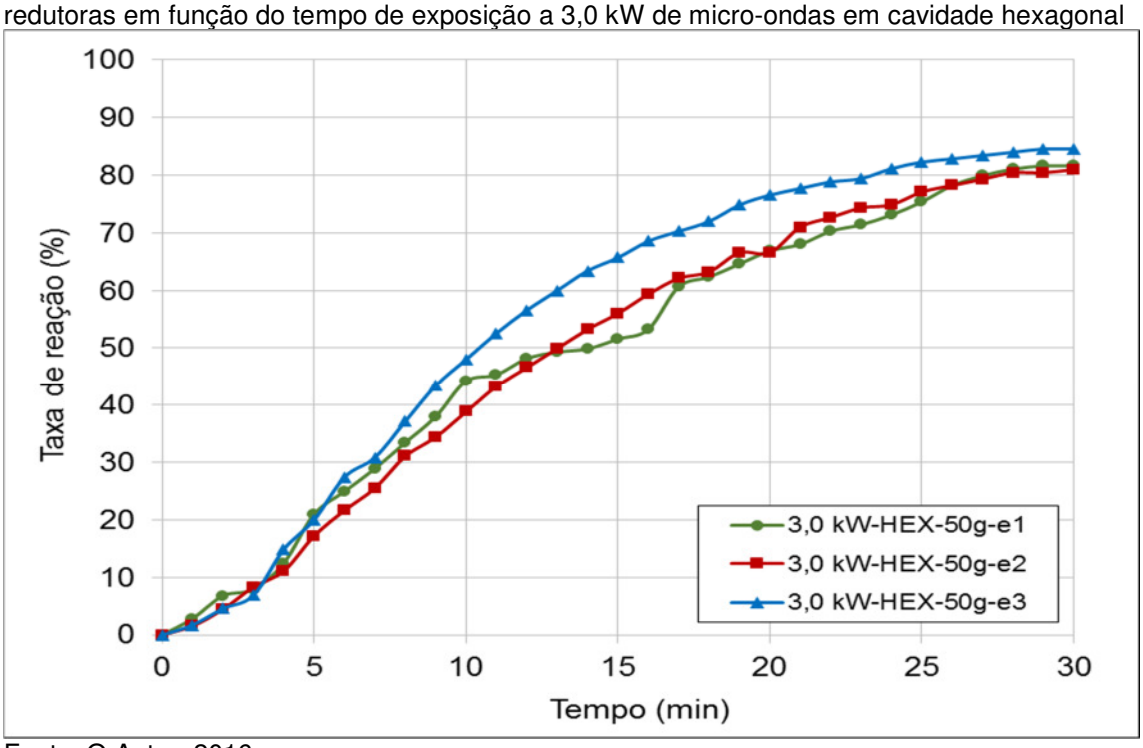
39 – ARA, A. M; MURETTI, A. V; SCHNEIDERMAN, B. **Introdução à Estatística.** 1. ed. Edgard Blucher Ltda, 2003. 152 p.

40 – COCHRAN, W. G; COX, G.M. **Experimental Designs.** 2. ed. New York: John Wiley & Sons, INC, 1957. 617 p.

41 – MONTGOMERY, D. C; RUNGER, G. C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros.** 5. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2013. 521 p.

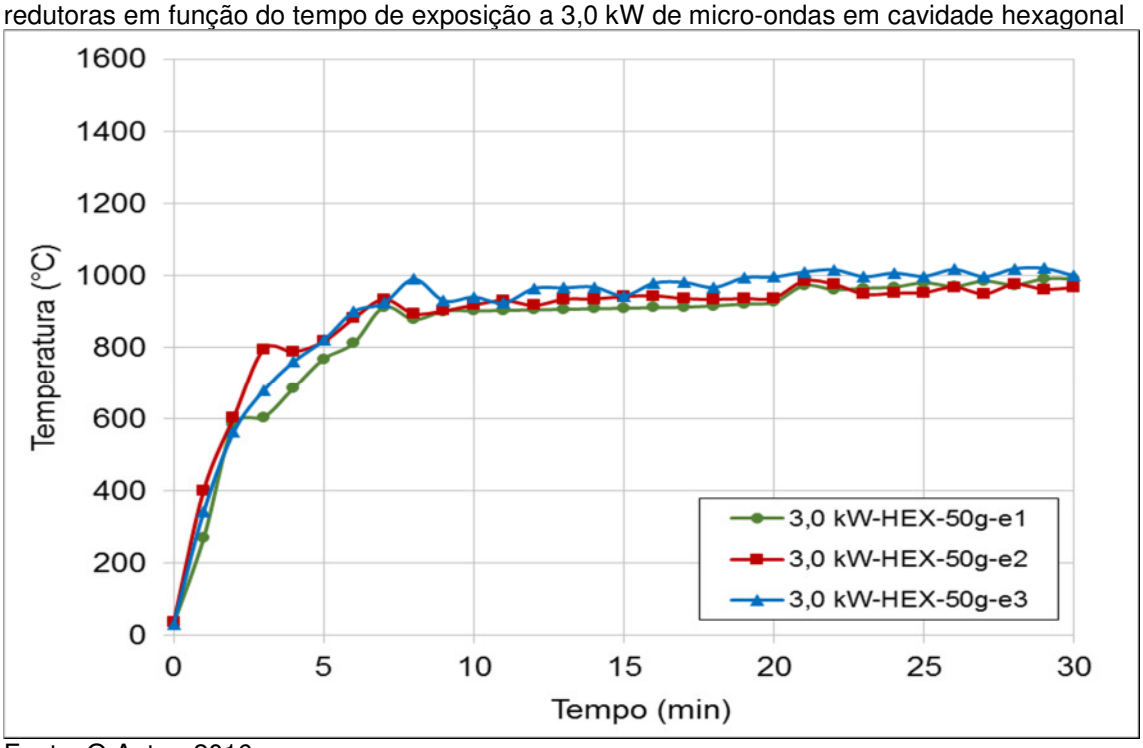
# APÊNDICE A – Resultados obtidos durante a aplicação do método estatístico comparação de médias e Yates

Figura 79 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



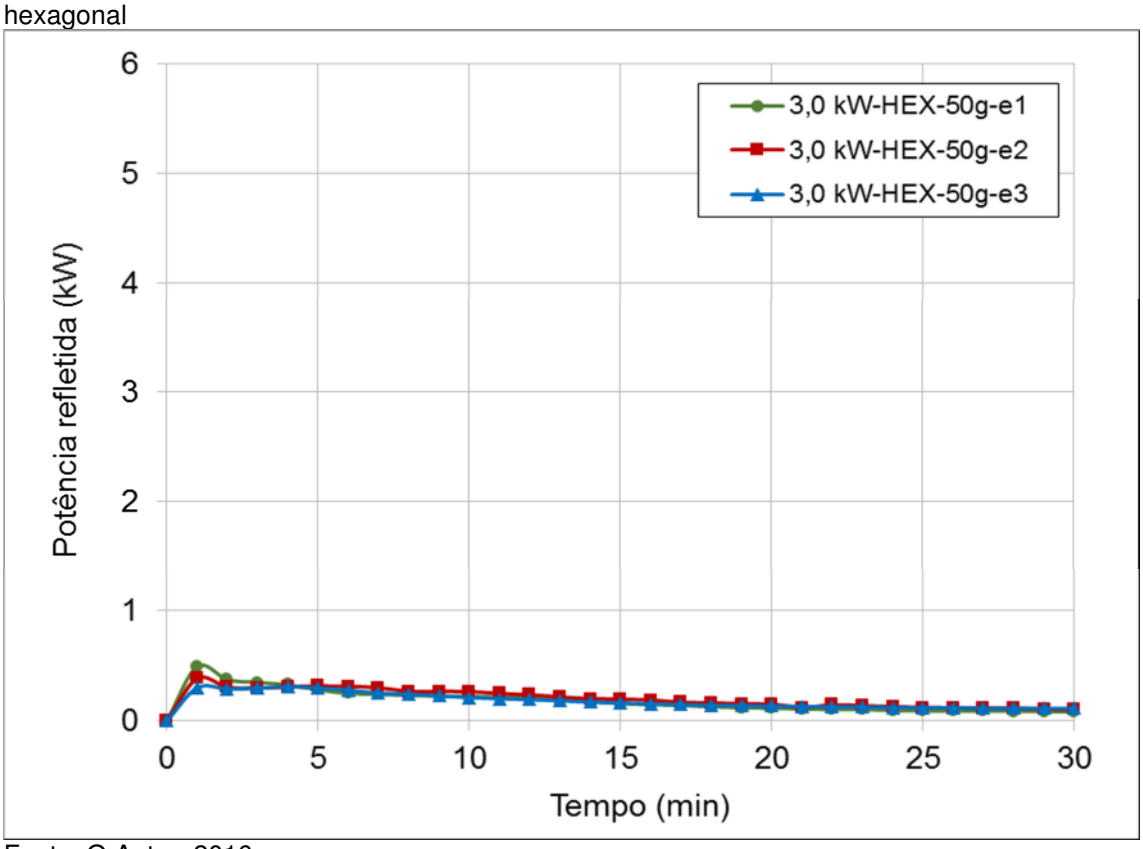

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 80 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



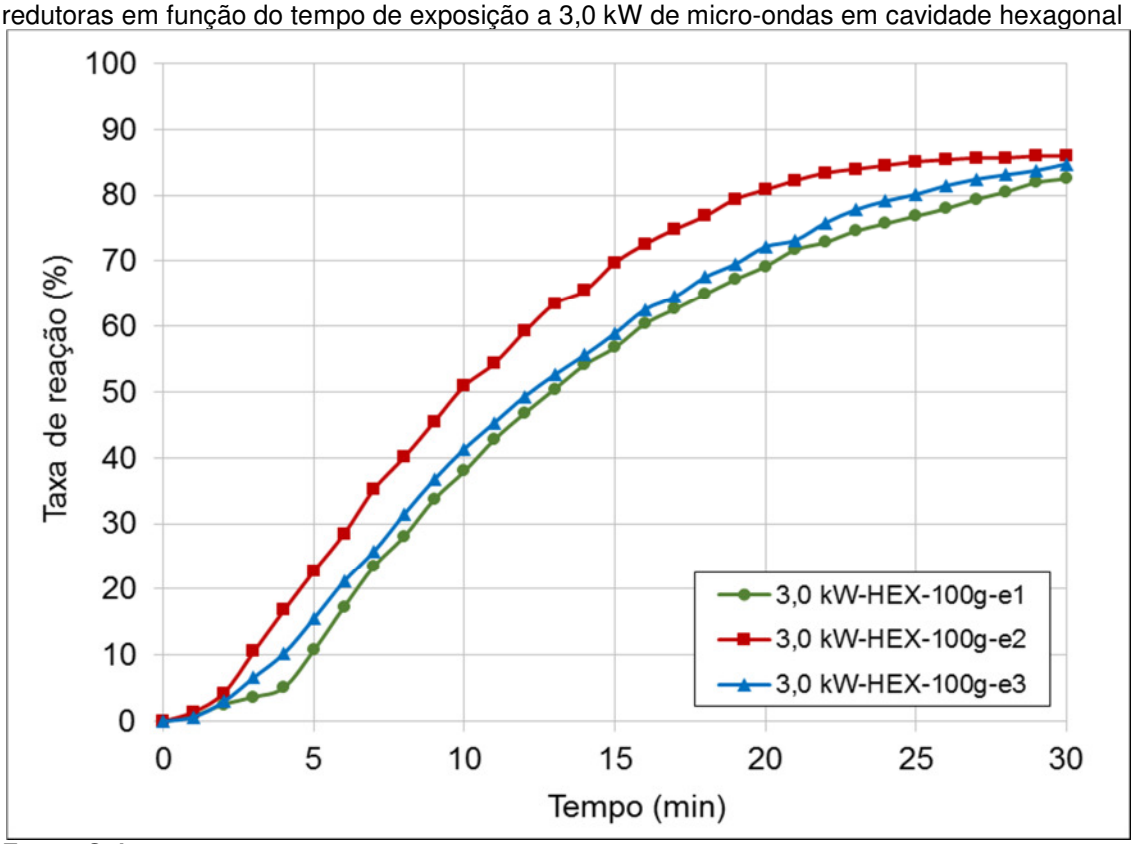

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 81 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



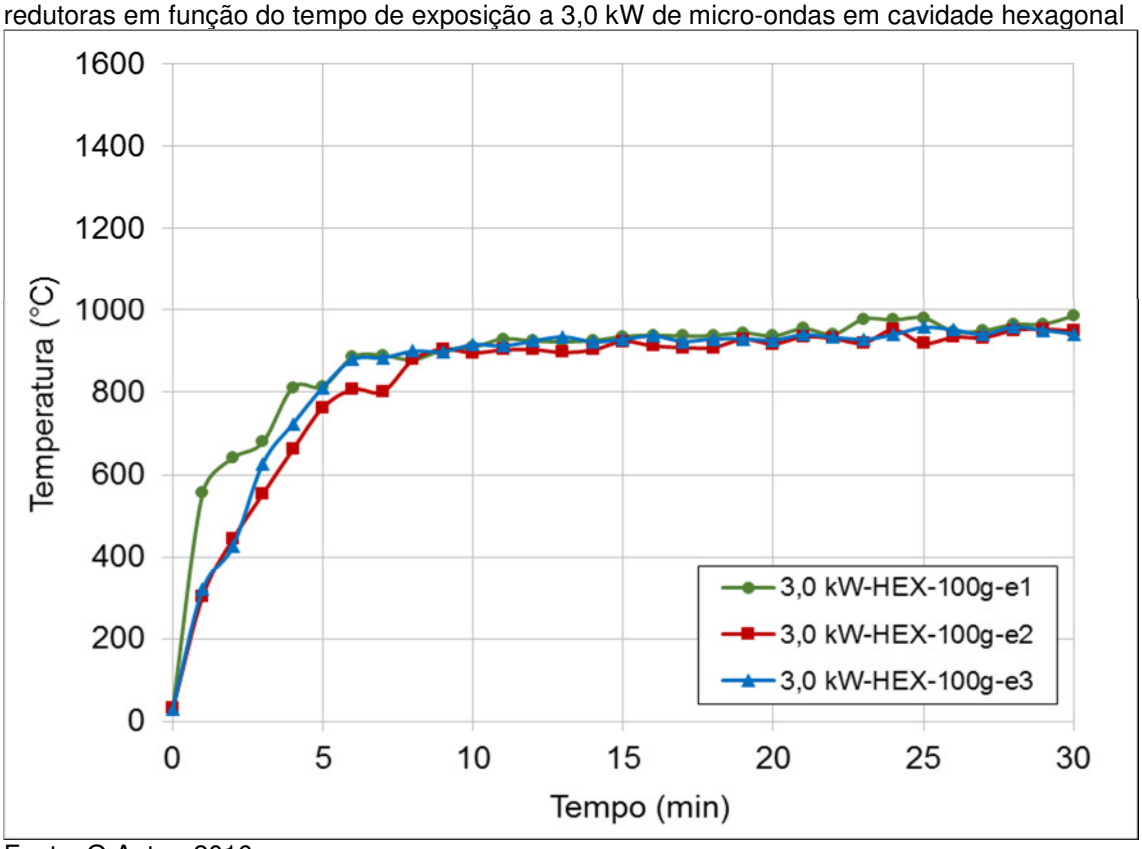

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 82 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



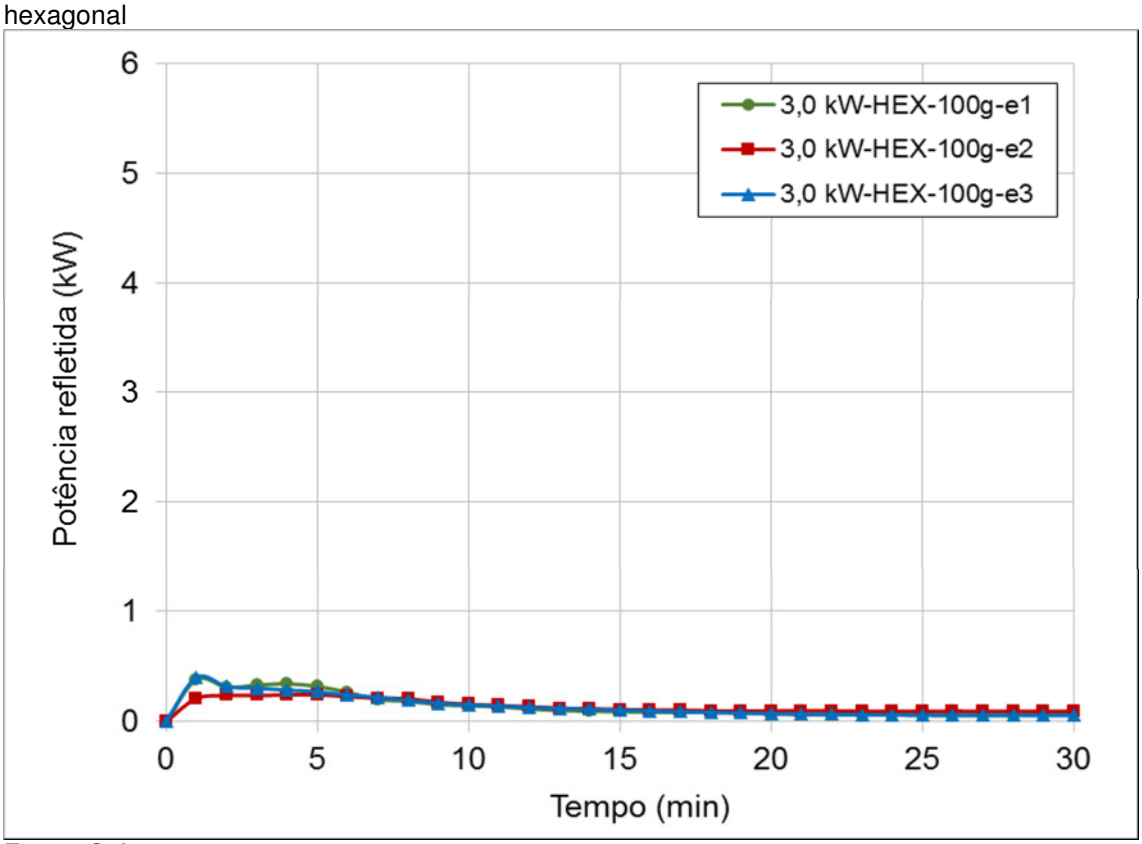

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 83 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



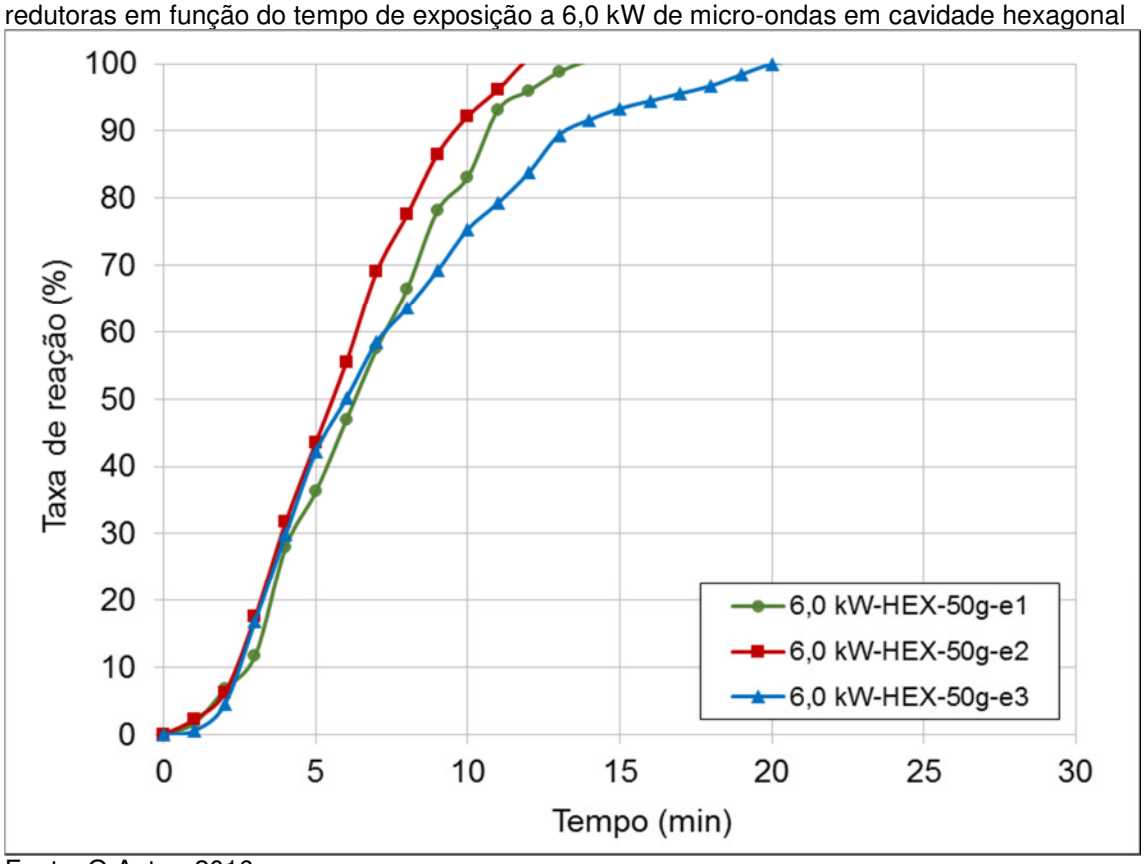

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 84 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



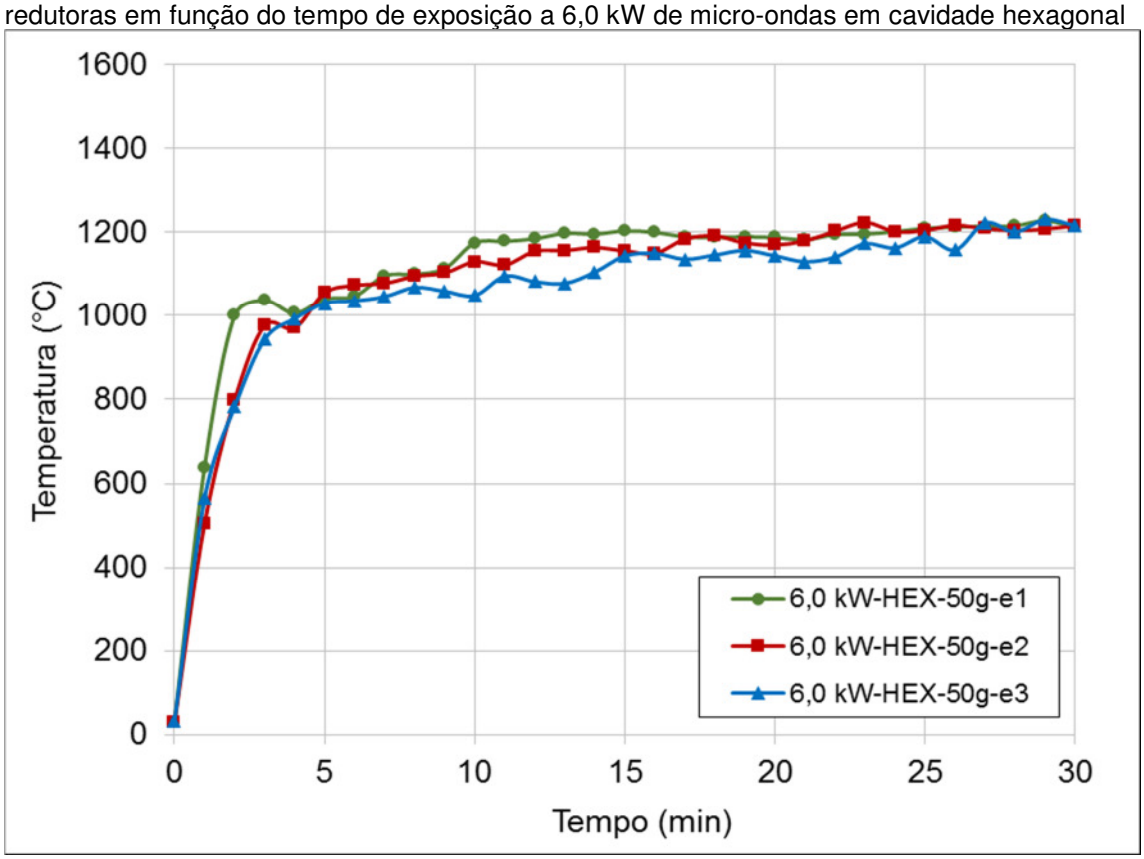

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 85 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



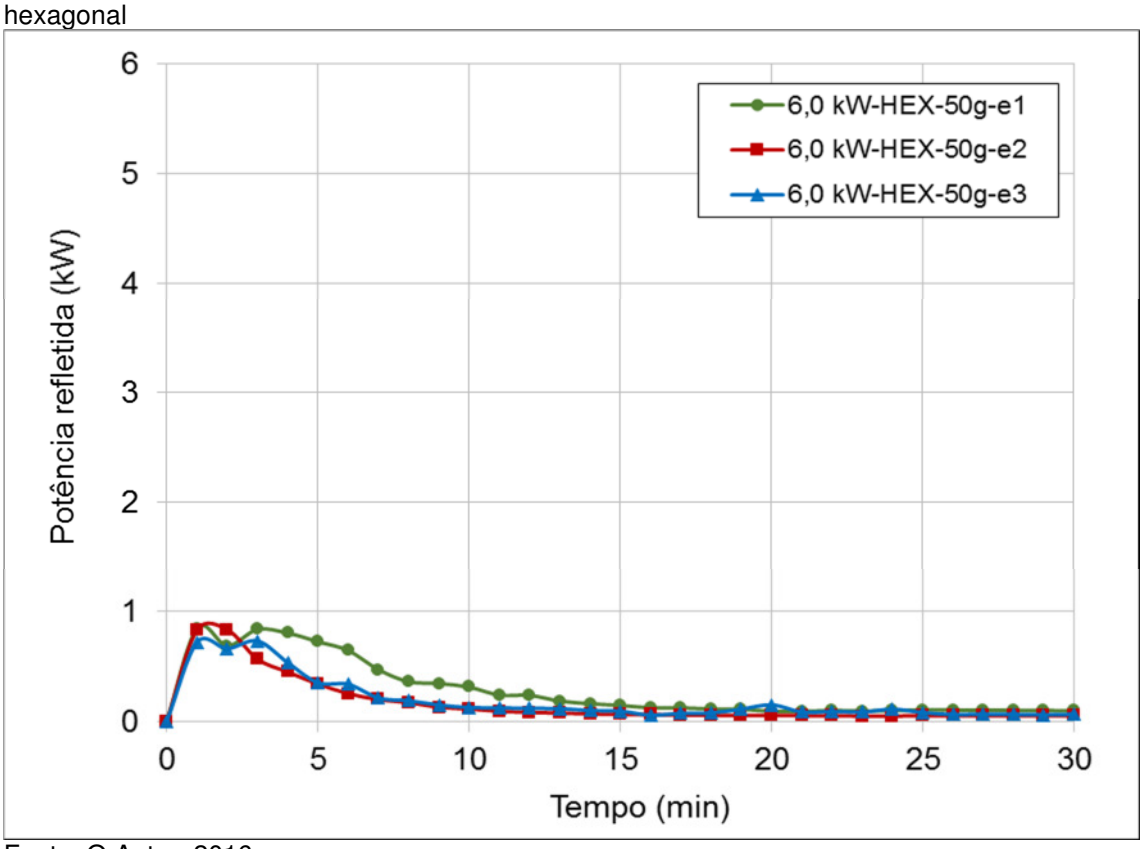

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 86 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



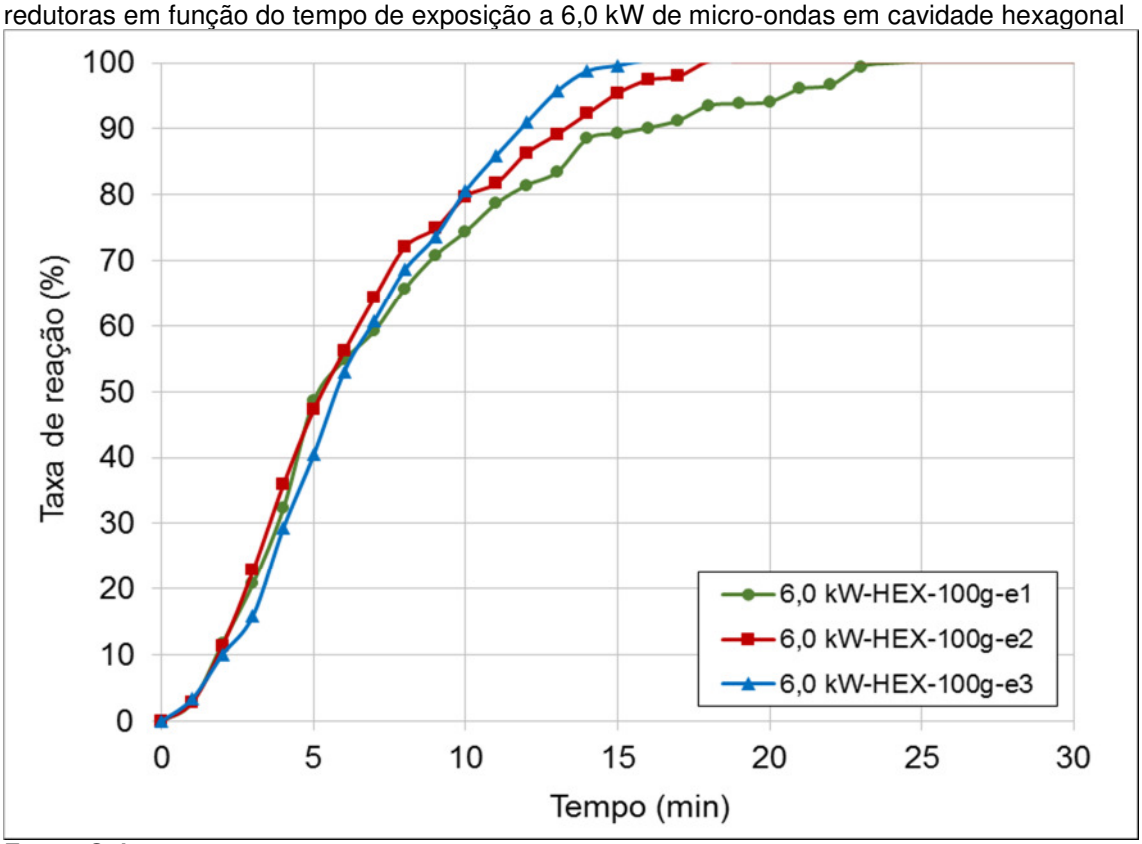

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 87 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



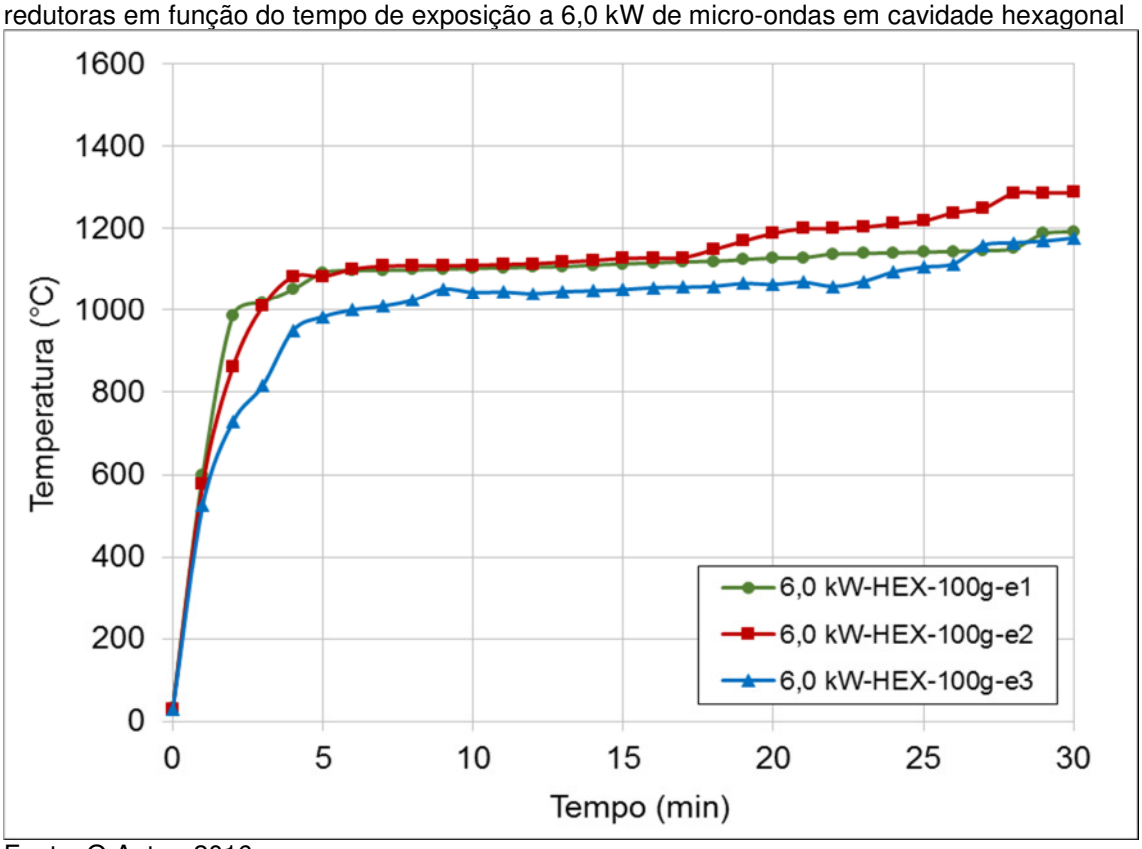

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 88 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



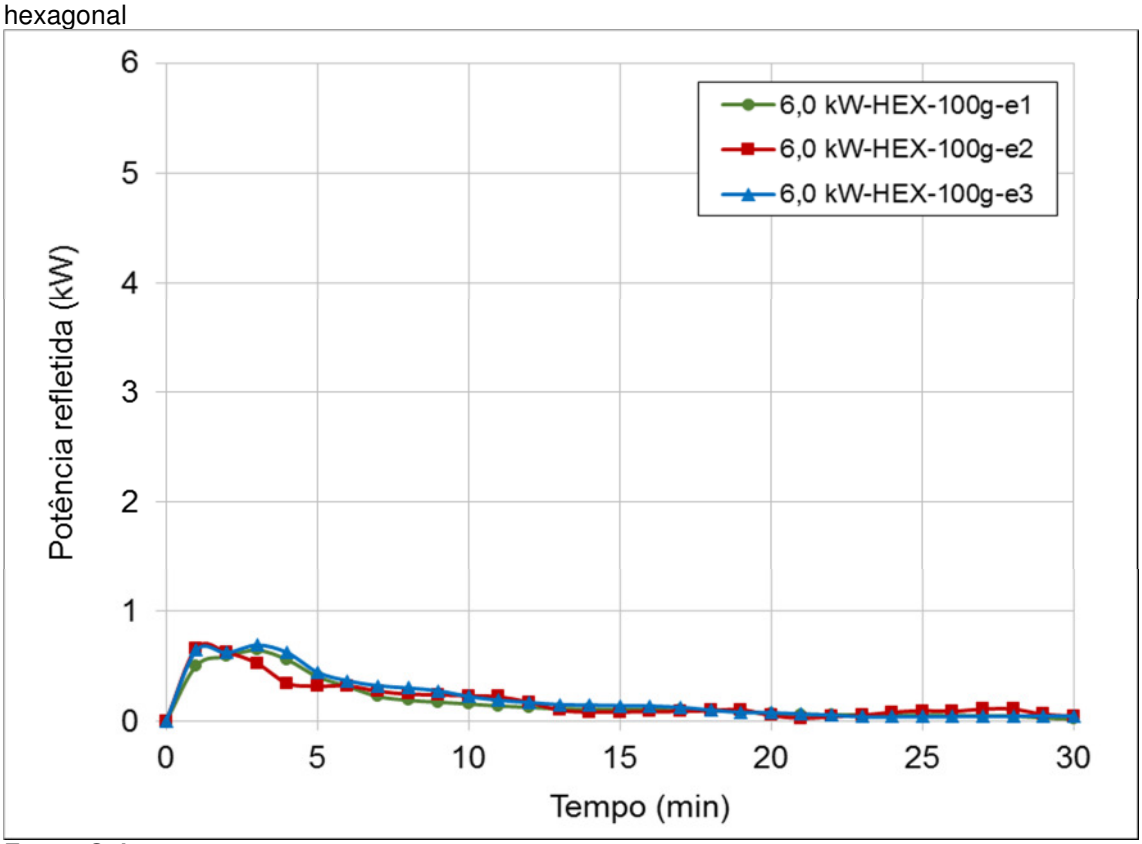

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 89 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



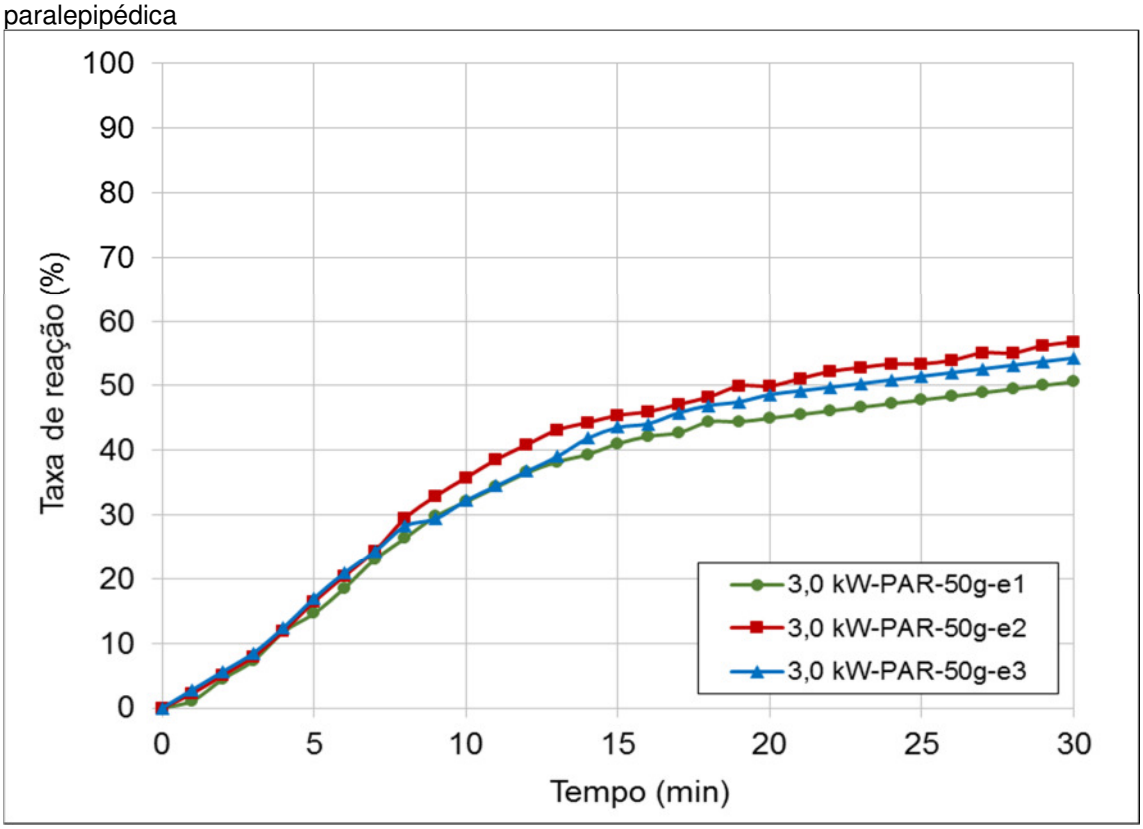

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 90 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



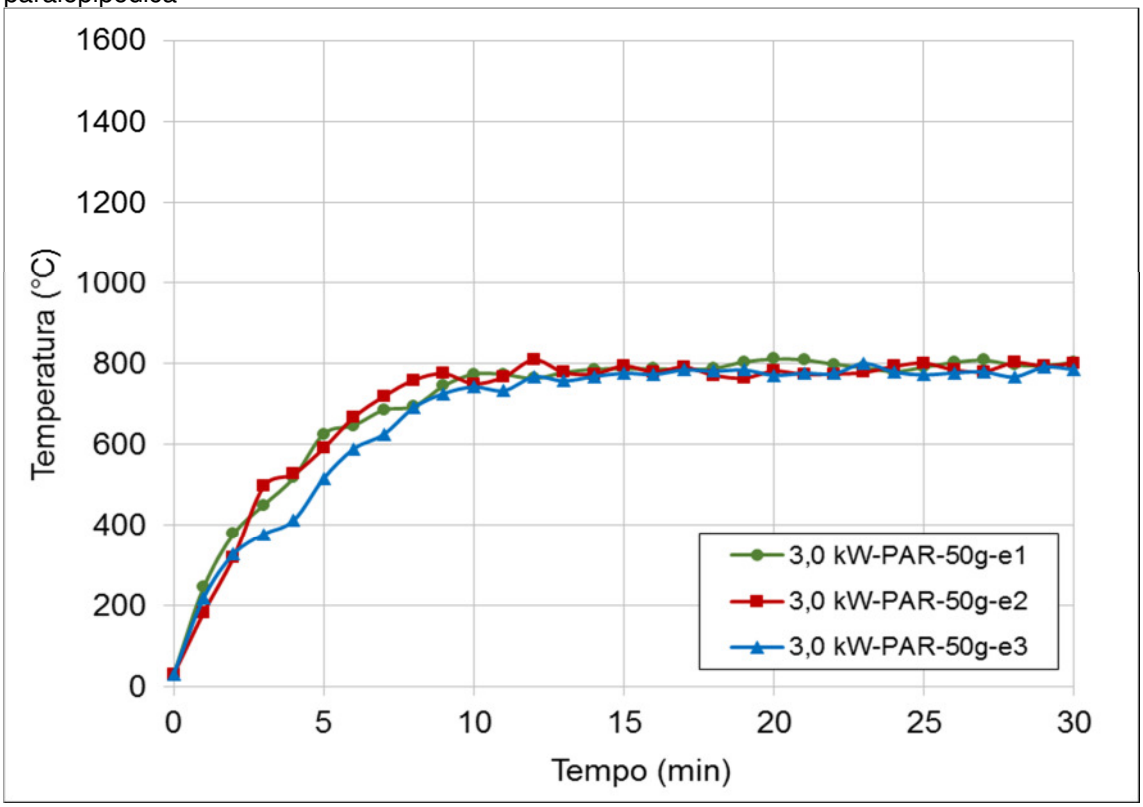

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 91 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



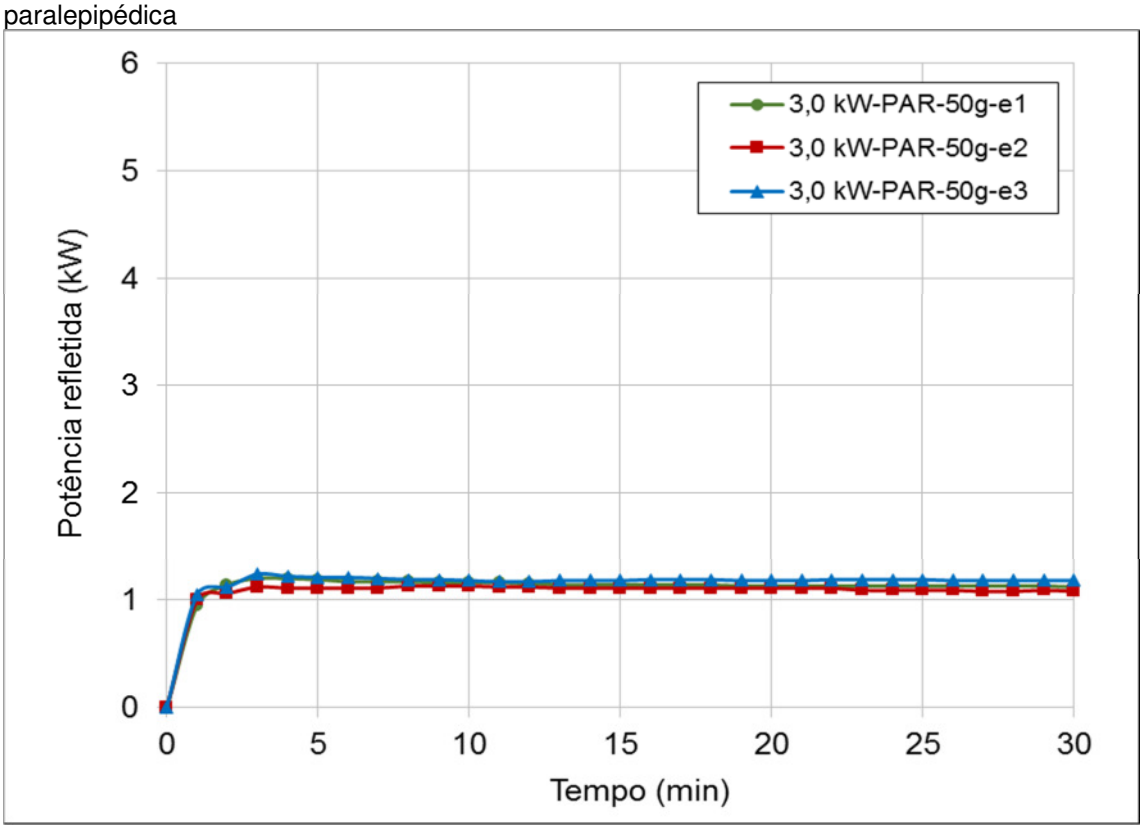

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 92 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



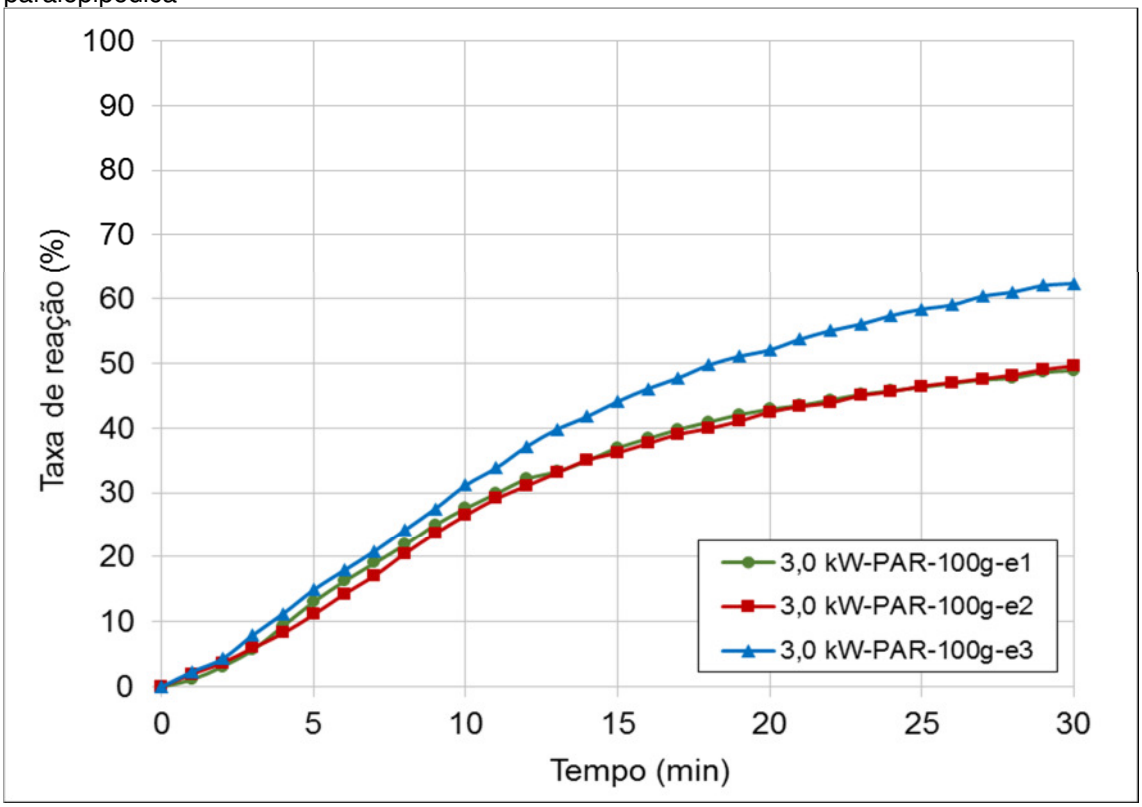

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 93 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



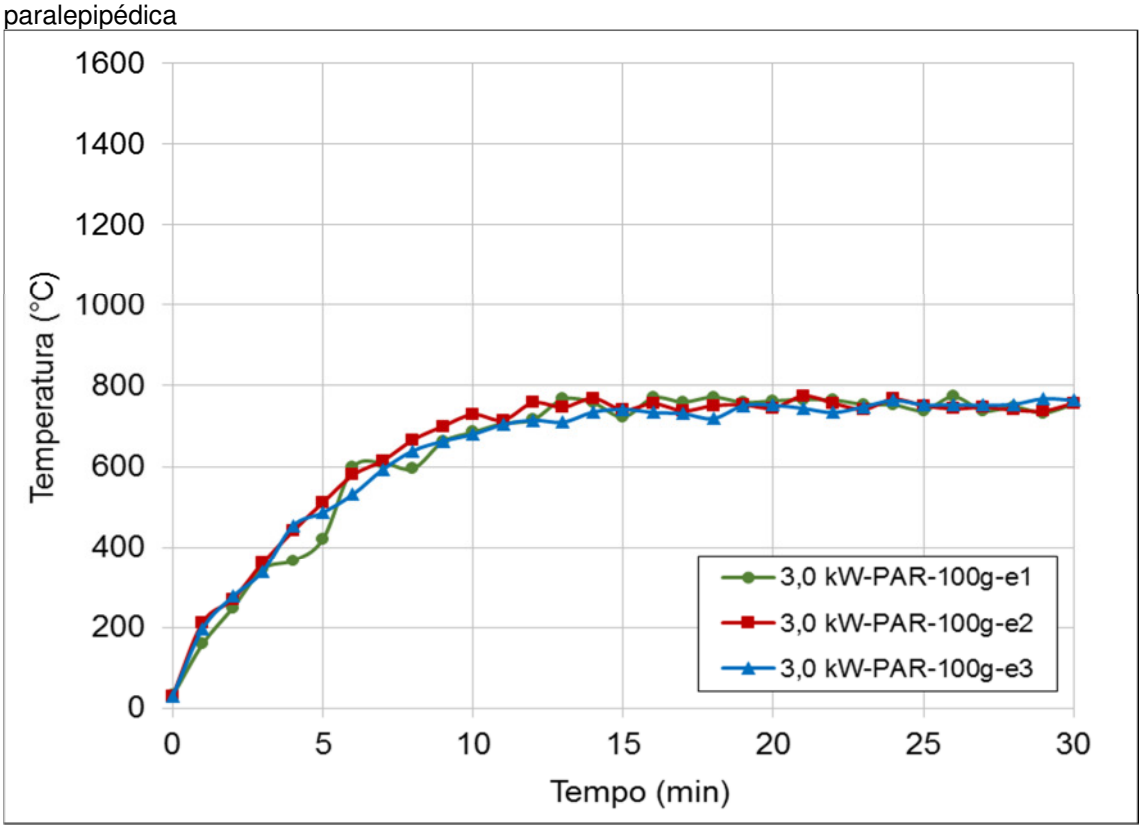

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 94 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



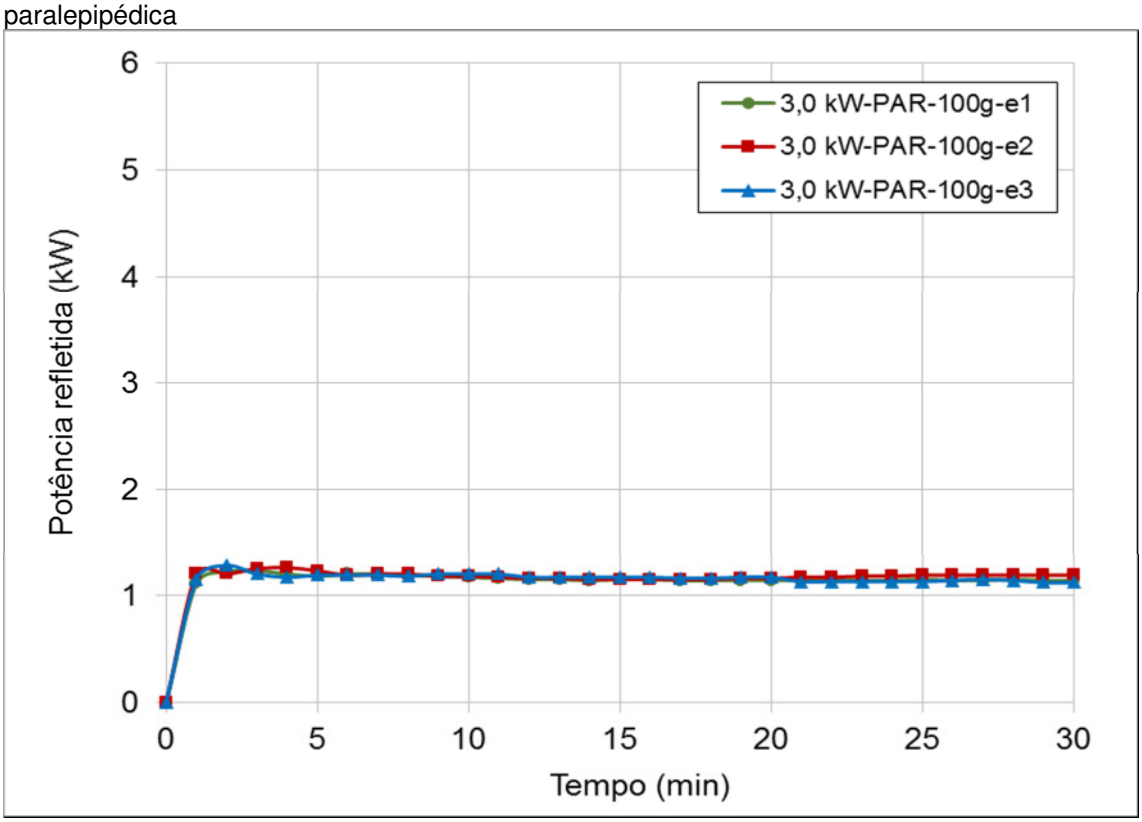

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 95 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



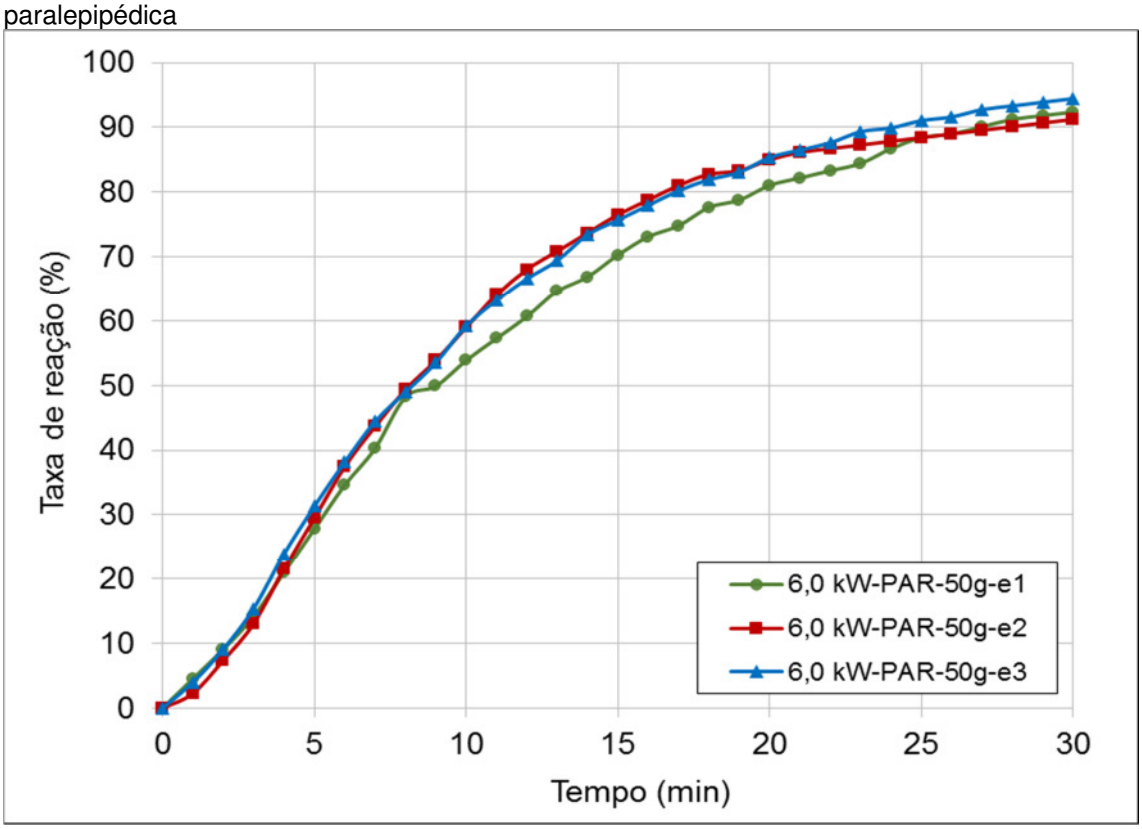

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 96 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



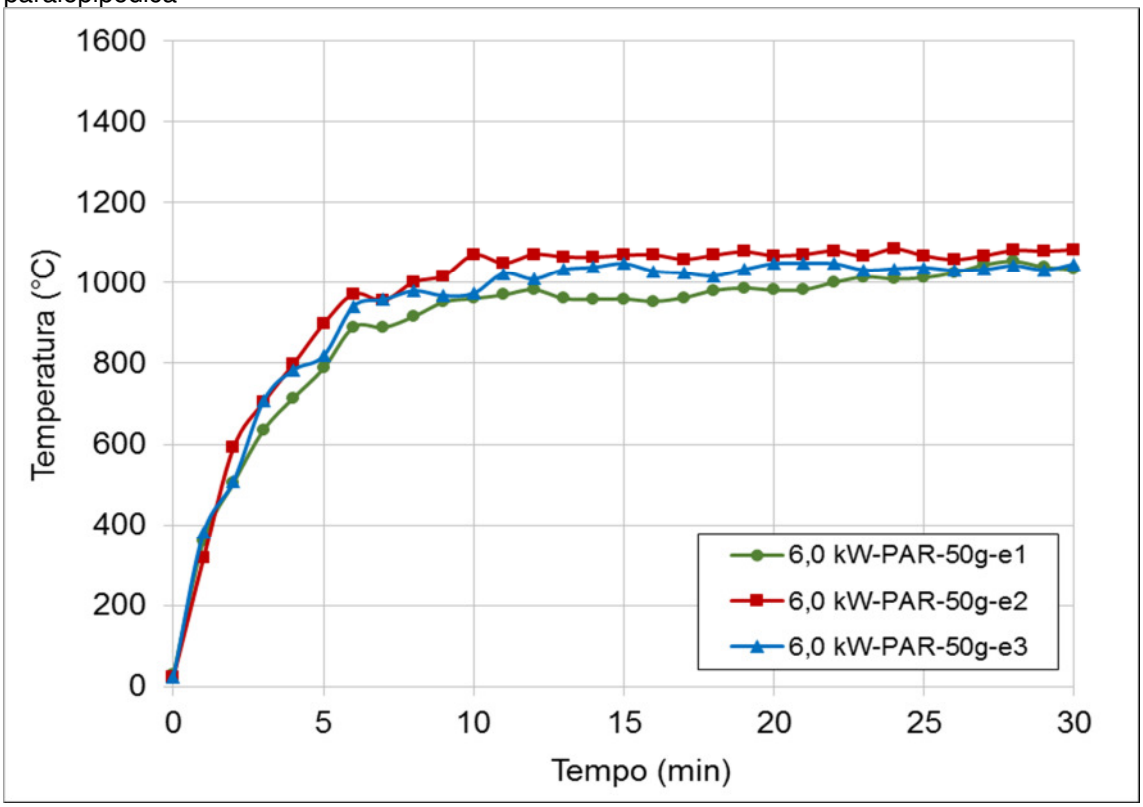

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 97 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



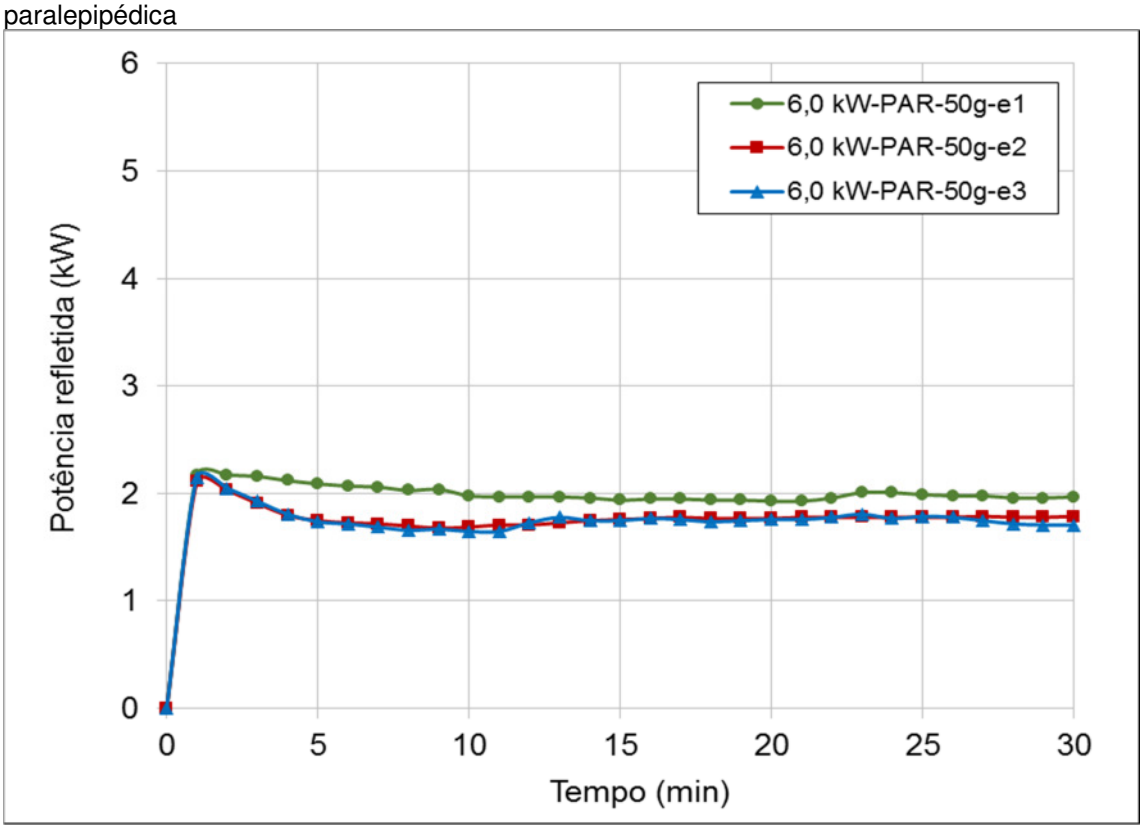

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 98 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



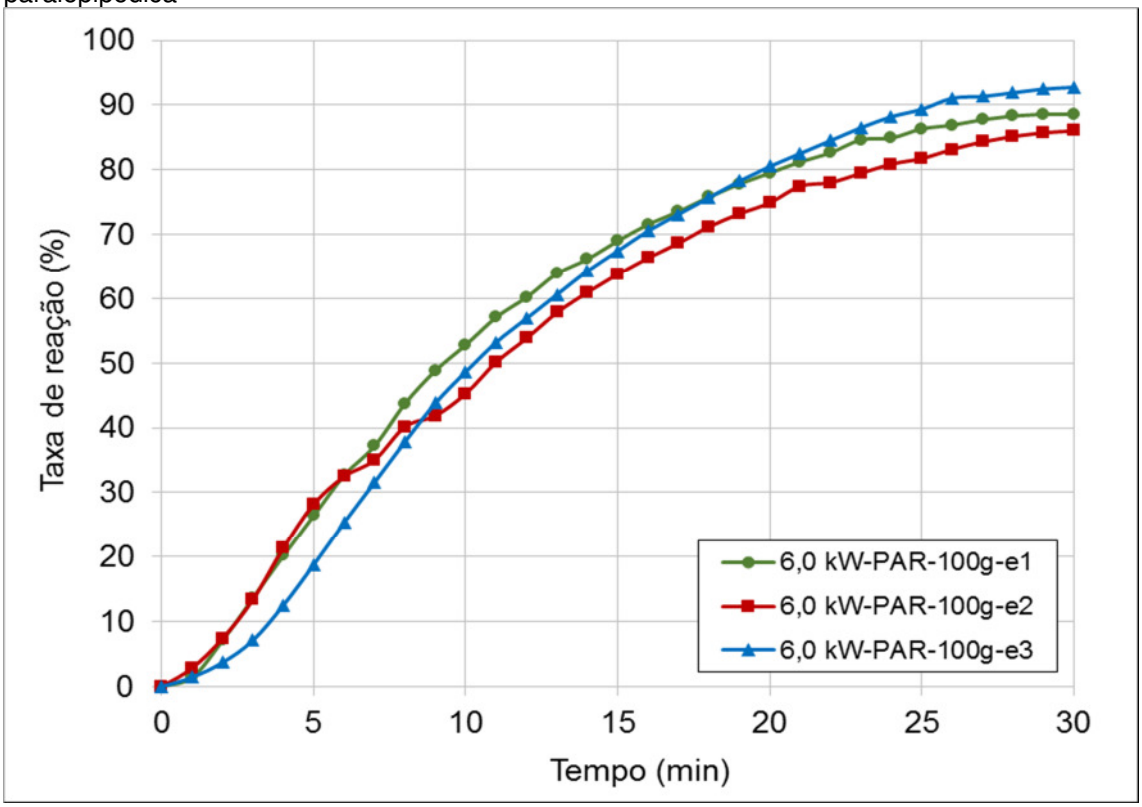

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 99 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



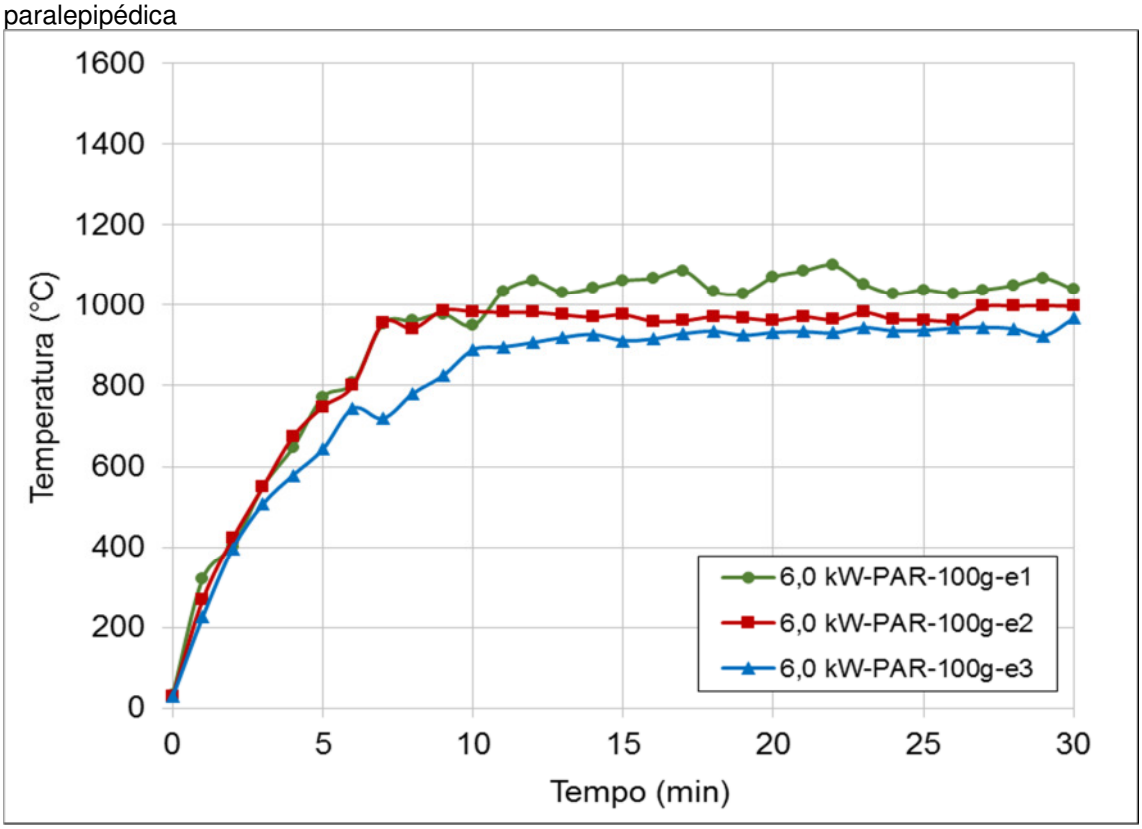

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 100 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica



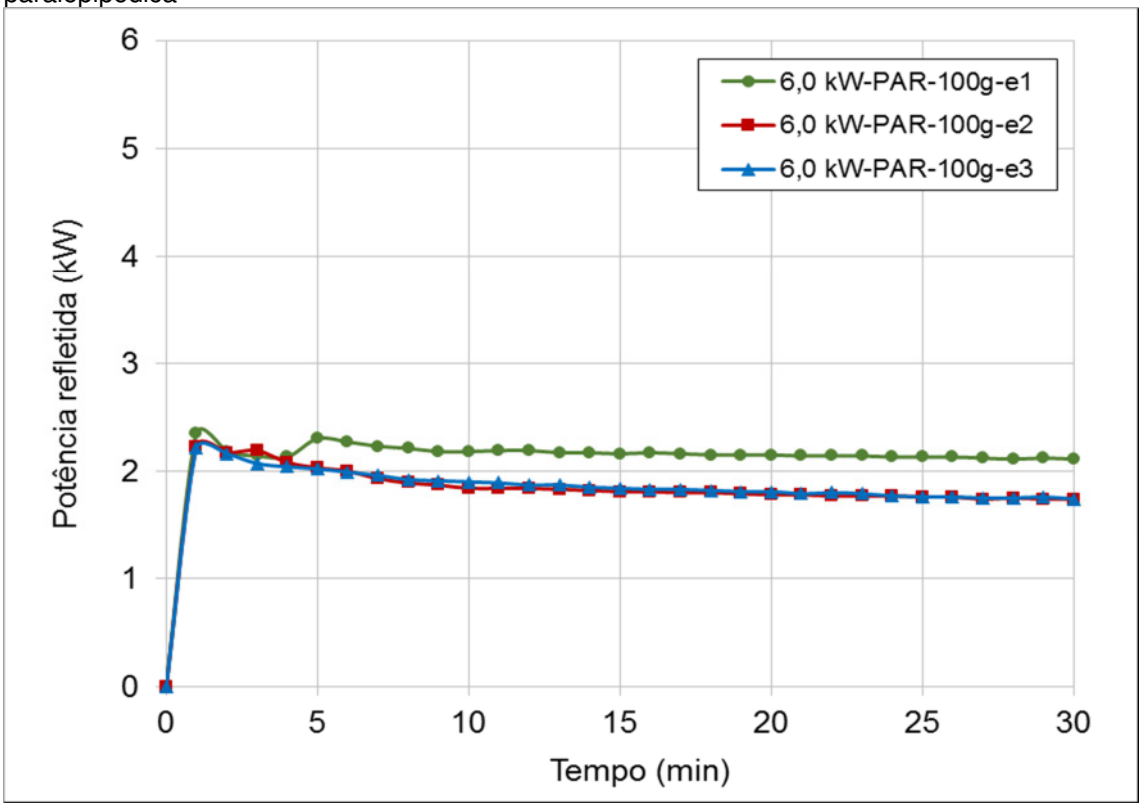

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 101 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 102 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 6,0 kW de micro-ondas em cavidade paralepipédica




Fonte: O Autor, 2016.

# APÊNDICE B – Planilha de cálculo – método estatístico comparação de médias

Tabela 14 – Planilha de cálculo para comparação de médias

| Tipo cavidade | $n_i$ | x | | | | | | | | | | | | $X_i$ | $\bar{x}_i$ | $X_i\,\bar{x}_i$ |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Paralepipédica | 12 | 56,8 | 54,3 | 50,6 | 94,5 | 91,3 | 92,4 | 48,9 | 49,6 | 62,4 | 88,6 | 86,0 | 92,8 | 868,2 | 72,350000 | 62814,270000 |
| Hexagonal | 12 | 81,6 | 81,0 | 84,6 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 82,5 | 85,9 | 84,7 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 1100,3 | 91,691667 | 100888,340833 |
| **k** | **n** | | | | | | | | | | | | | **$X=\sum X_i$** | | **$\Sigma x_i\bar{x}_i$** |
| 2 | 24 | | | | | | | | | | | | | 1968,5 | | 163702,610833 |

| $\bar{x} = X/n$ | $X\bar{x}$ | $\sum x^2$ | $S_{xx} = \sum x^2 - X\ \bar{x}$ | $S = \sum X_i\bar{x}_i - X\bar{x}$ | $S^2 = S/K-1$ | $S^2_R = Q/n-k$ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 82,02083333 | 1,61E+05 | 168877,6 | 7419,6 | 2244,6 | 2244,6 | 235,2 |
| | | | $Q = S_{xx} - S$ | | $F_{cal} = S^2/S^2_R$ | |
| | | | 5175,0 | | 9,54 | |

$$t_{calc} = \left| \frac{\bar{x}_j - \bar{x}_w}{s_R \sqrt{\frac{1}{n_j} + \frac{1}{n_w}}} \right|$$

t calc = 37,06

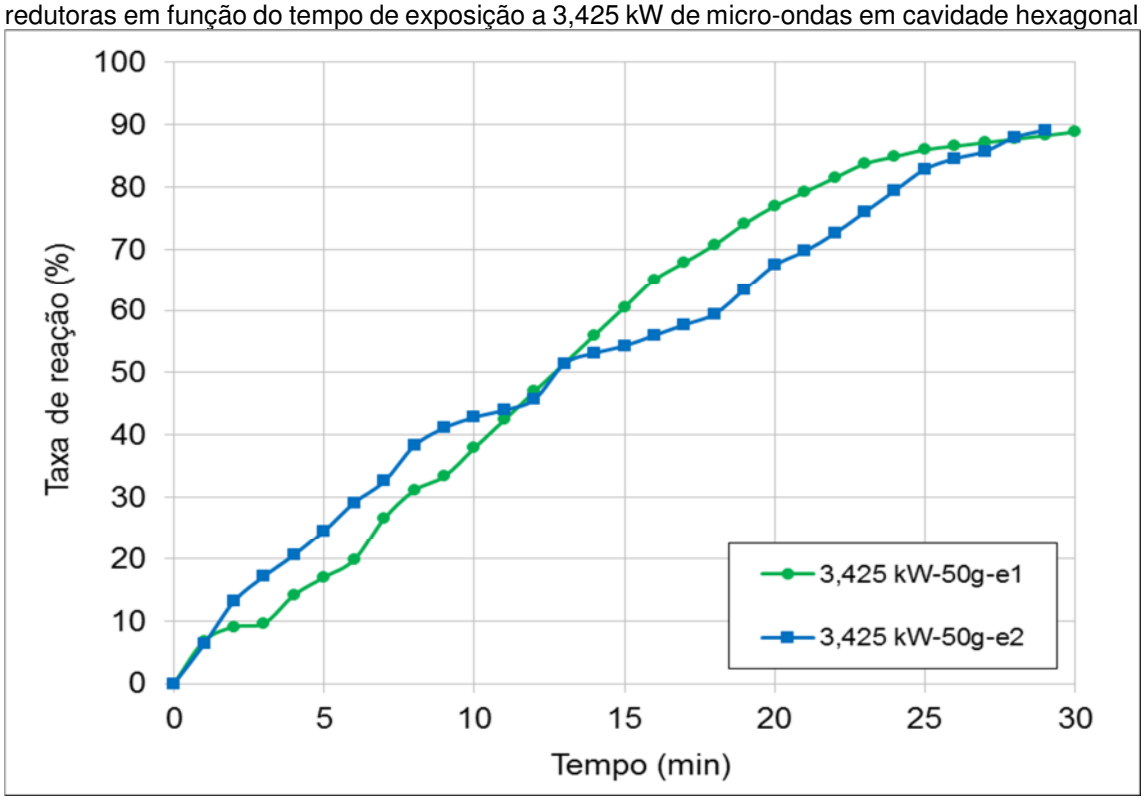
t tabel = 3,792

No qual:

| | |
|---|---|
| $n_i$ = | Número de medidas efetudas para cada população |
| n = | Número total de medidas efetuadas |
| k = | Número de populações |
| $\bar{x}_i$ = | Média de cada população |
| $X_i$ = | Somatória das medidas de cada população |
| S = | Desvio padrão da amostra |
| $n_j$ e $n_w$ = | Número total de medidas efetuadas para cada população |
| Q = | Resto |
| $S_{xx}$ = | Variabilidade Total |
| $S^2_R$ = | Variância residual |
| $S^2$ = | Variância da amostra |

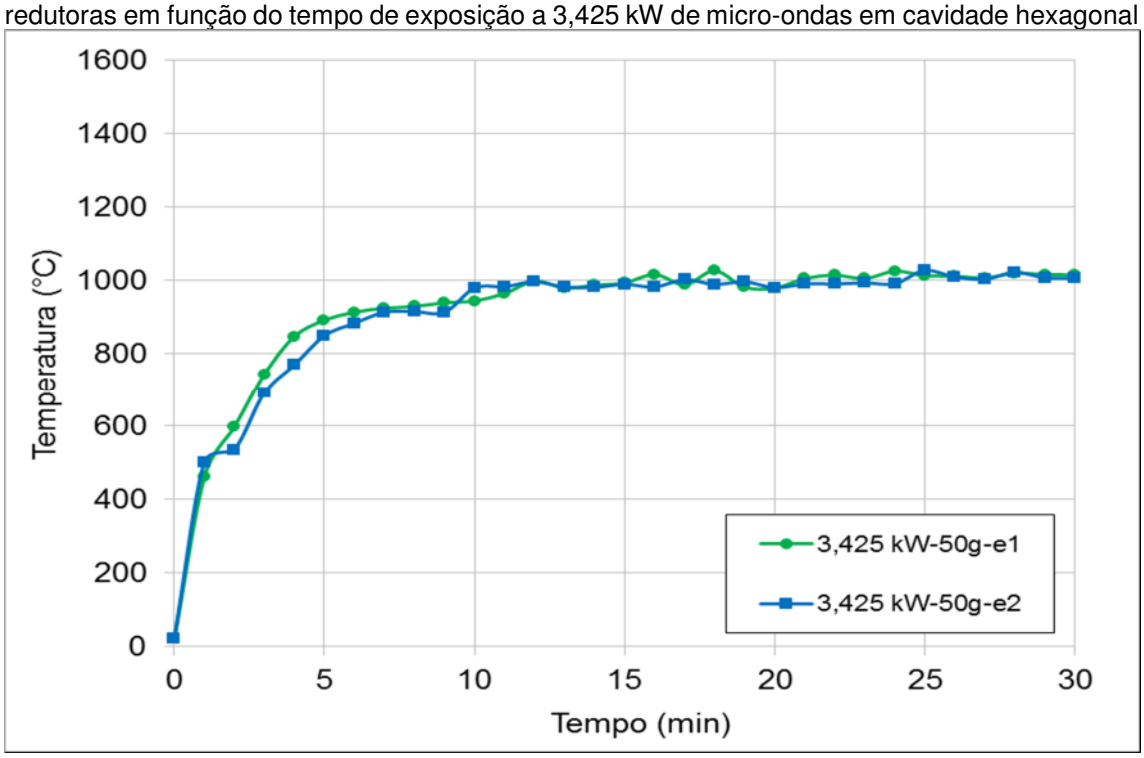
# APÊNDICE C – Resultados obtidos durante a aplicação do método estatístico regressão multilinear

Figura 103 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



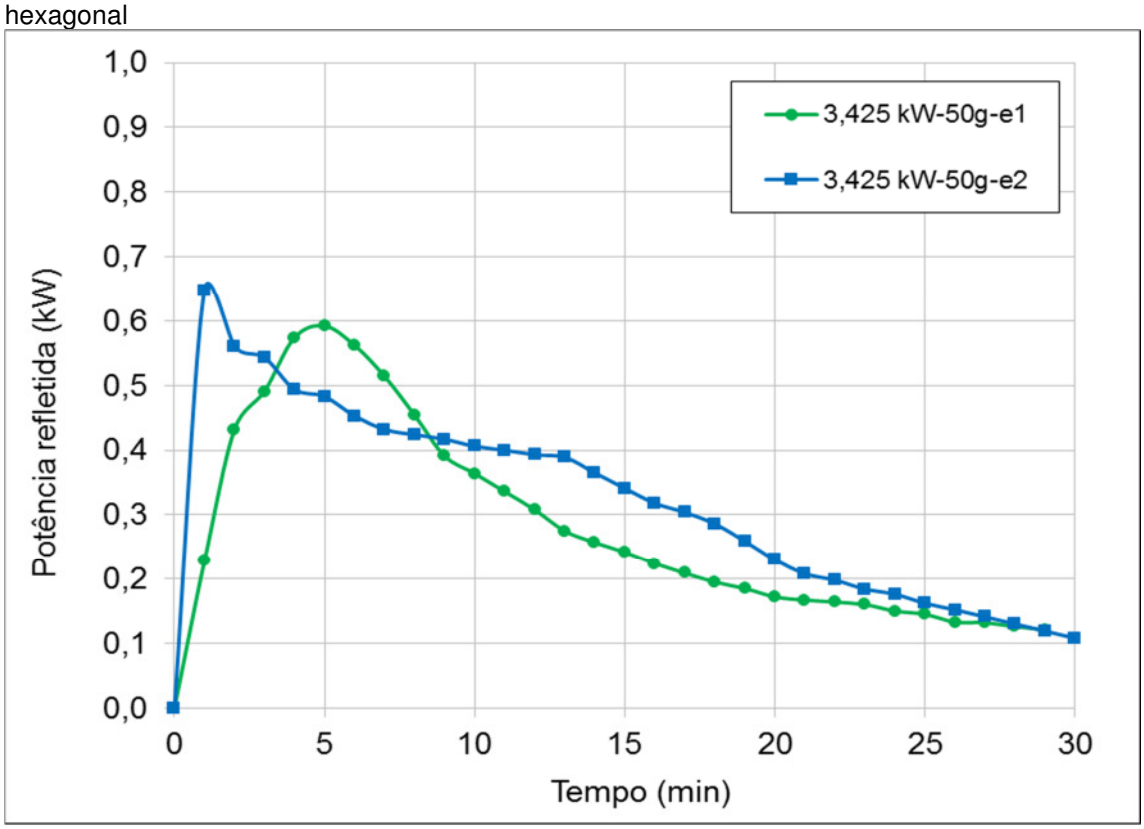

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 104 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



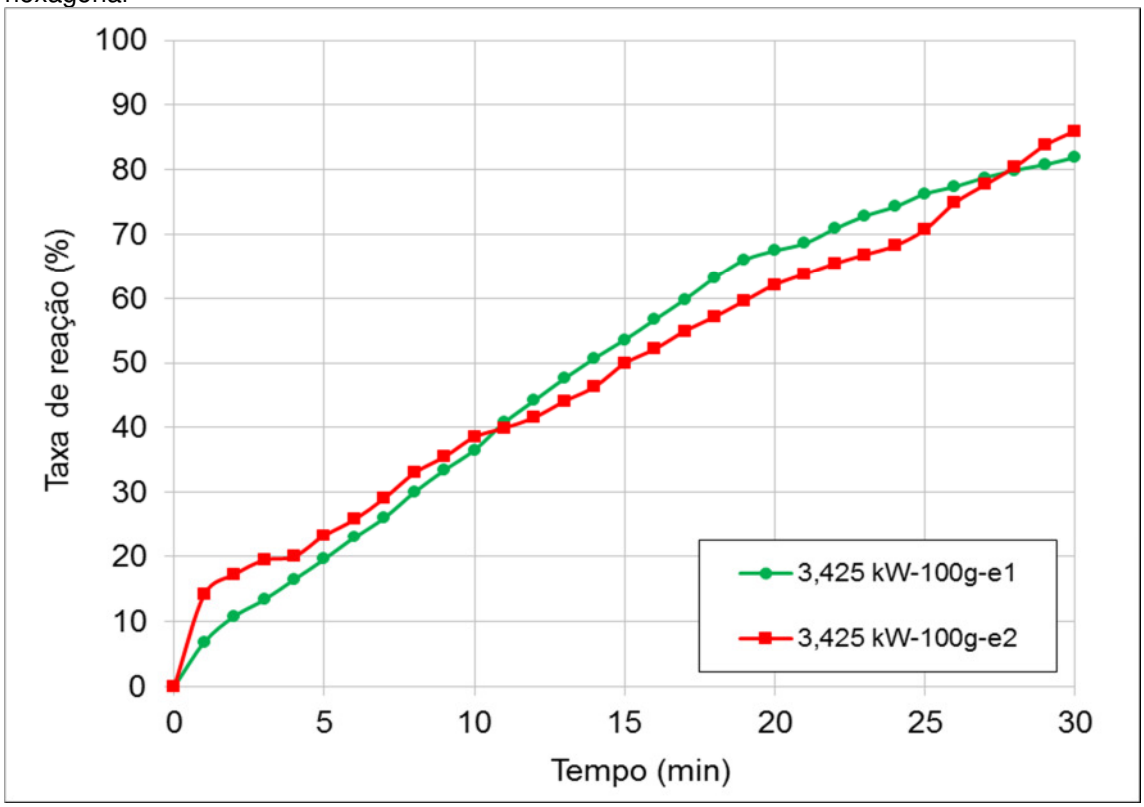

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 105 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



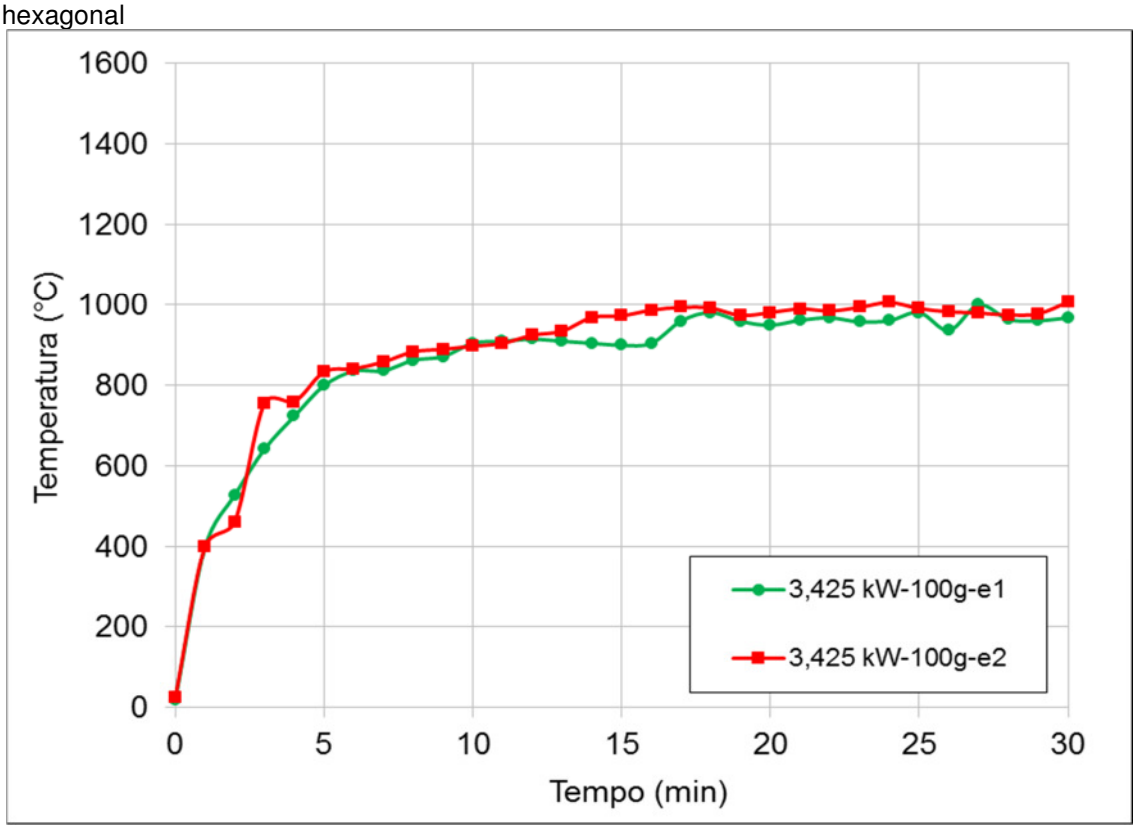

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 106 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



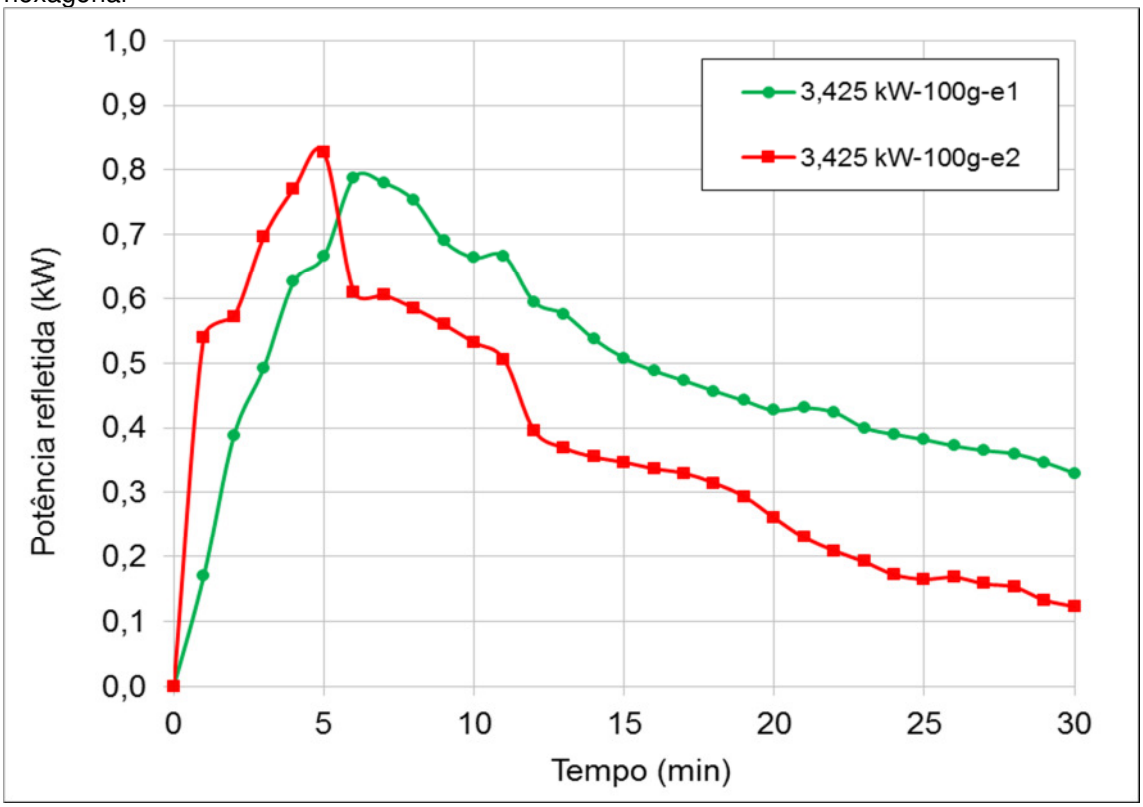

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 107 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em forno hexagonal



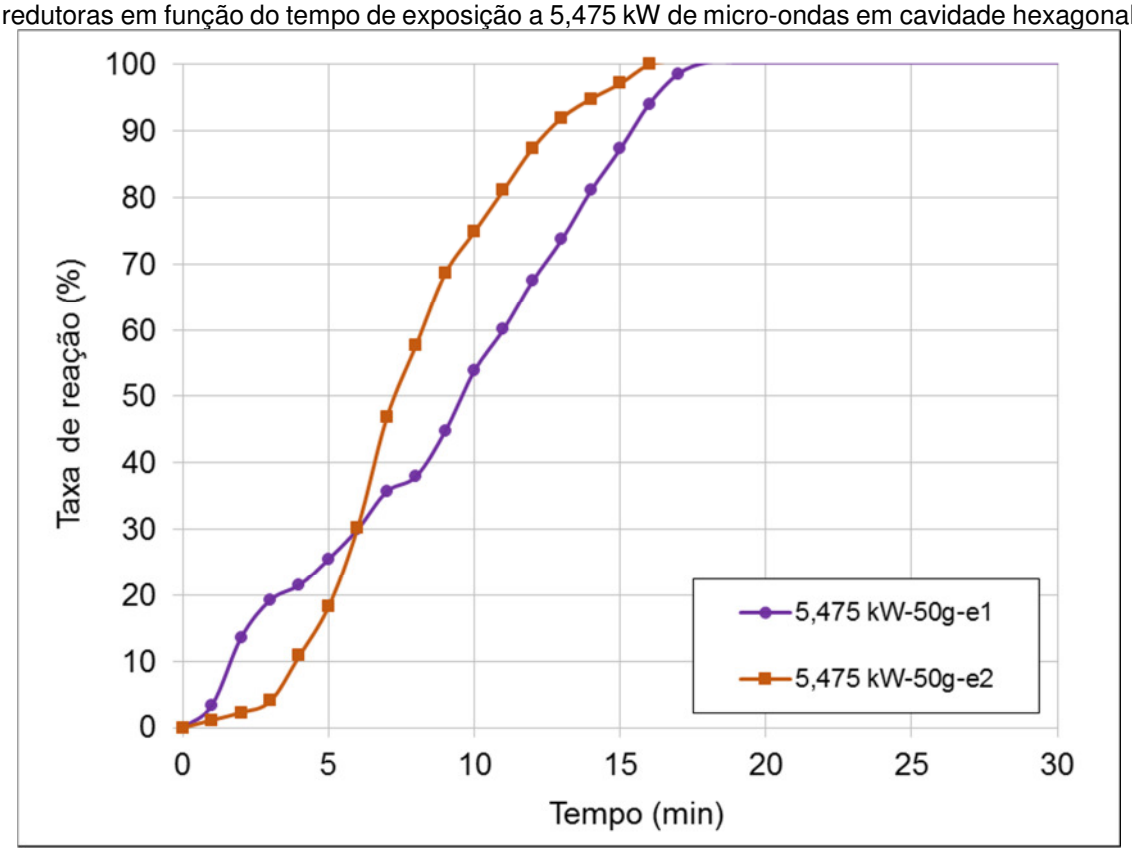

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 108 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 3,425 kW de micro-ondas em forno hexagonal



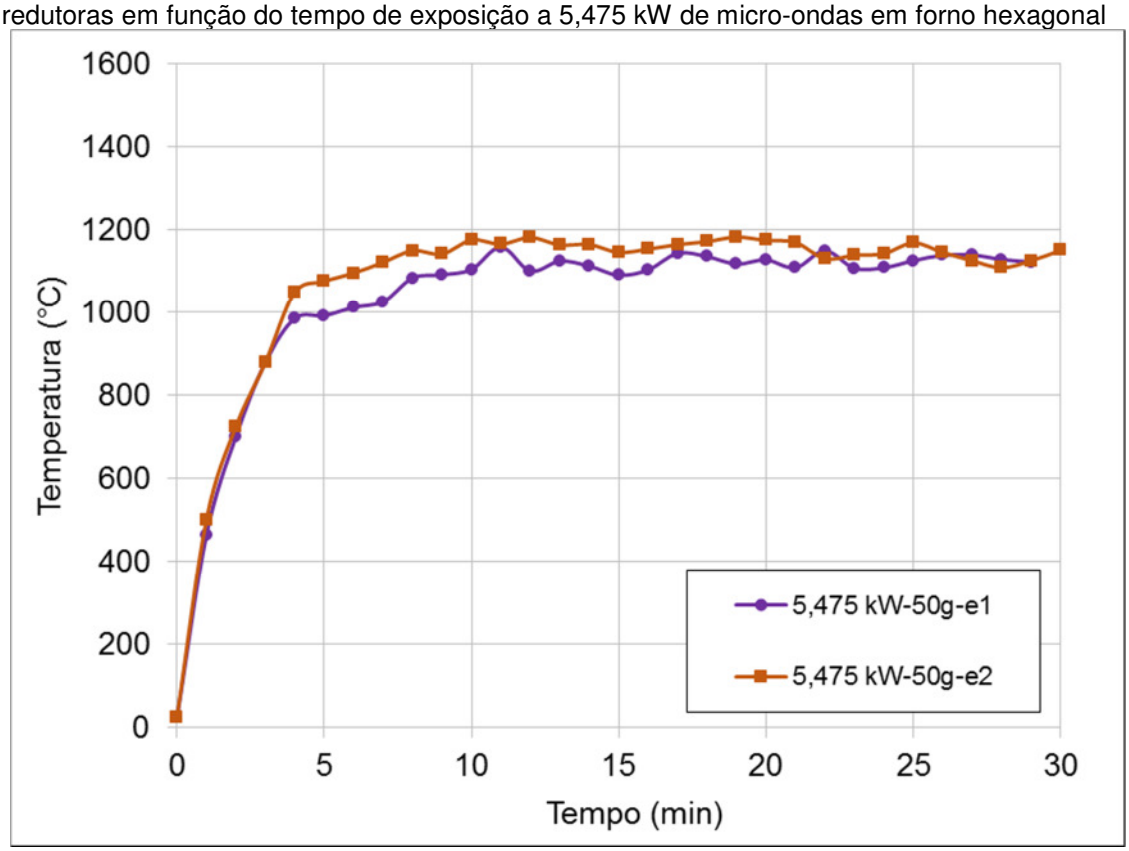

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 109 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 50 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



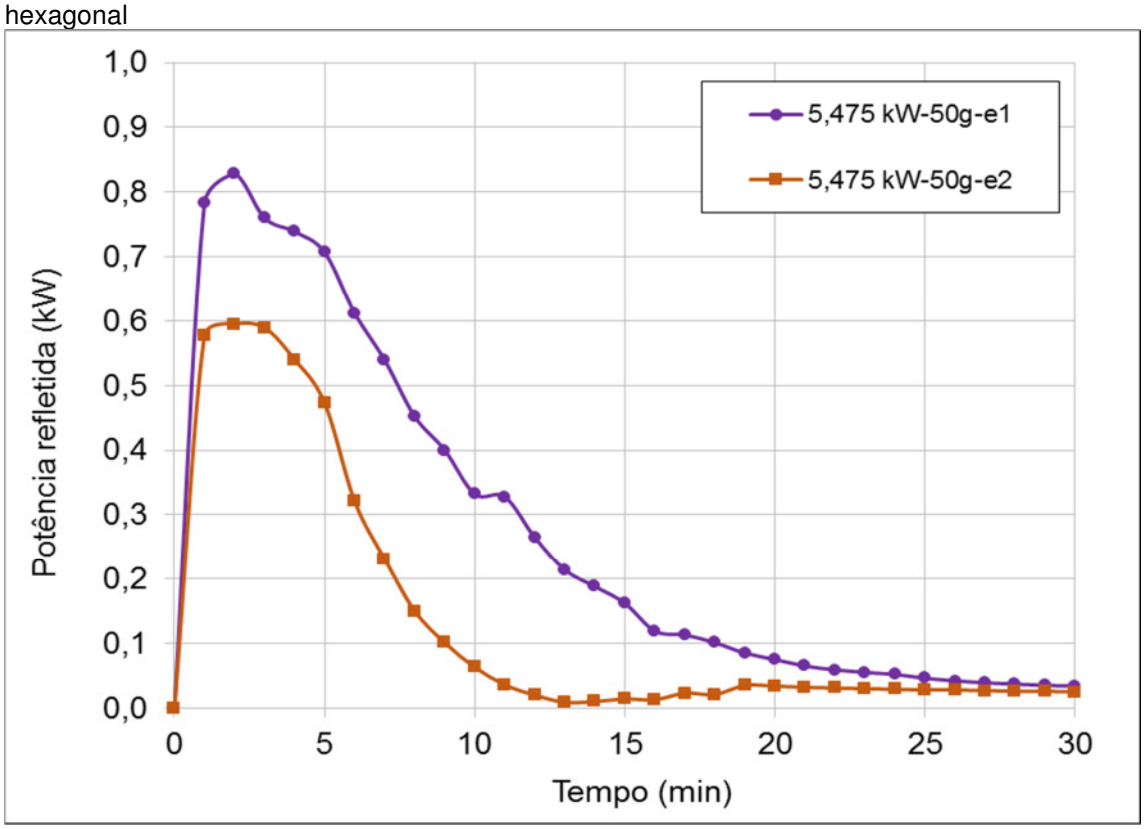

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 110 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal



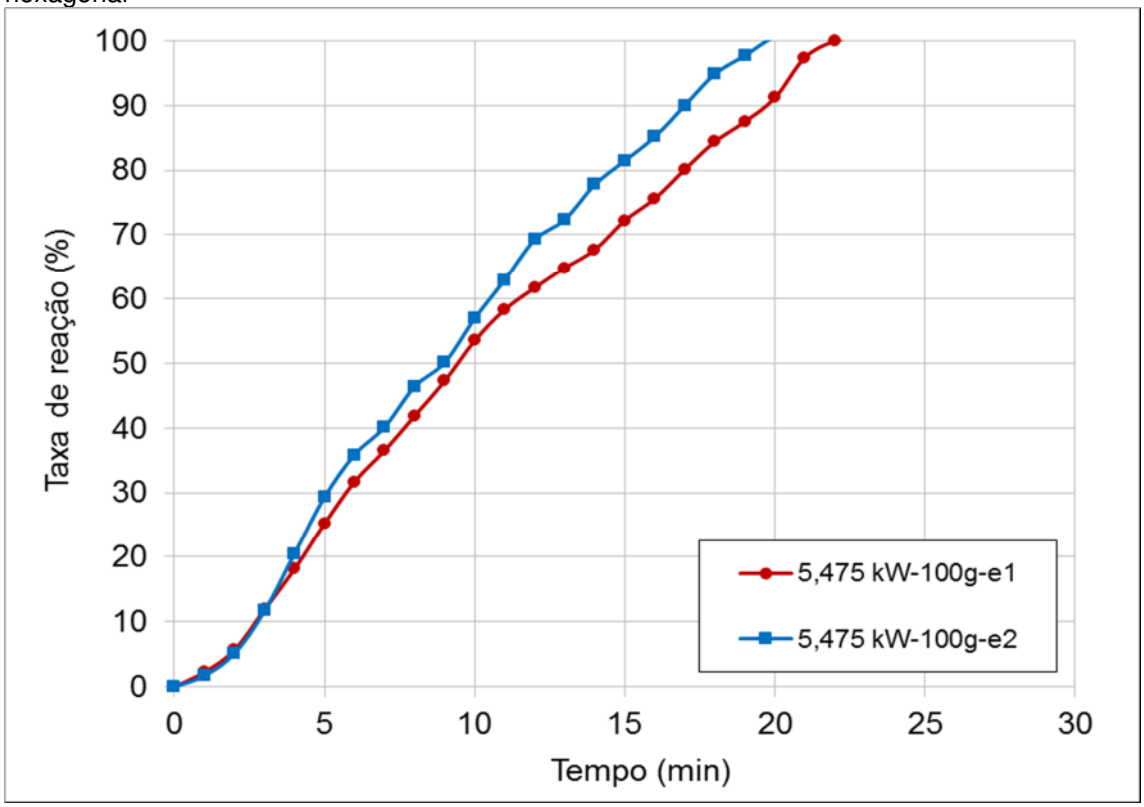

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 111 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 50 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal



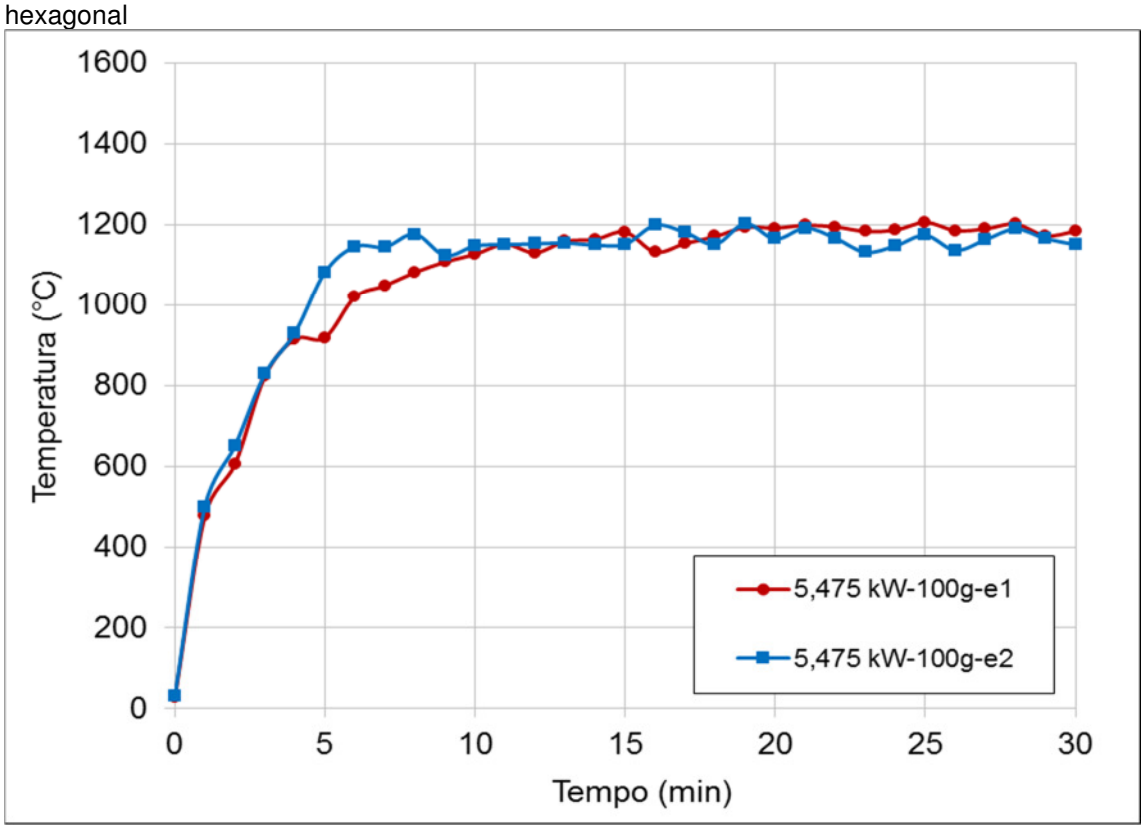

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 112 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 100 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



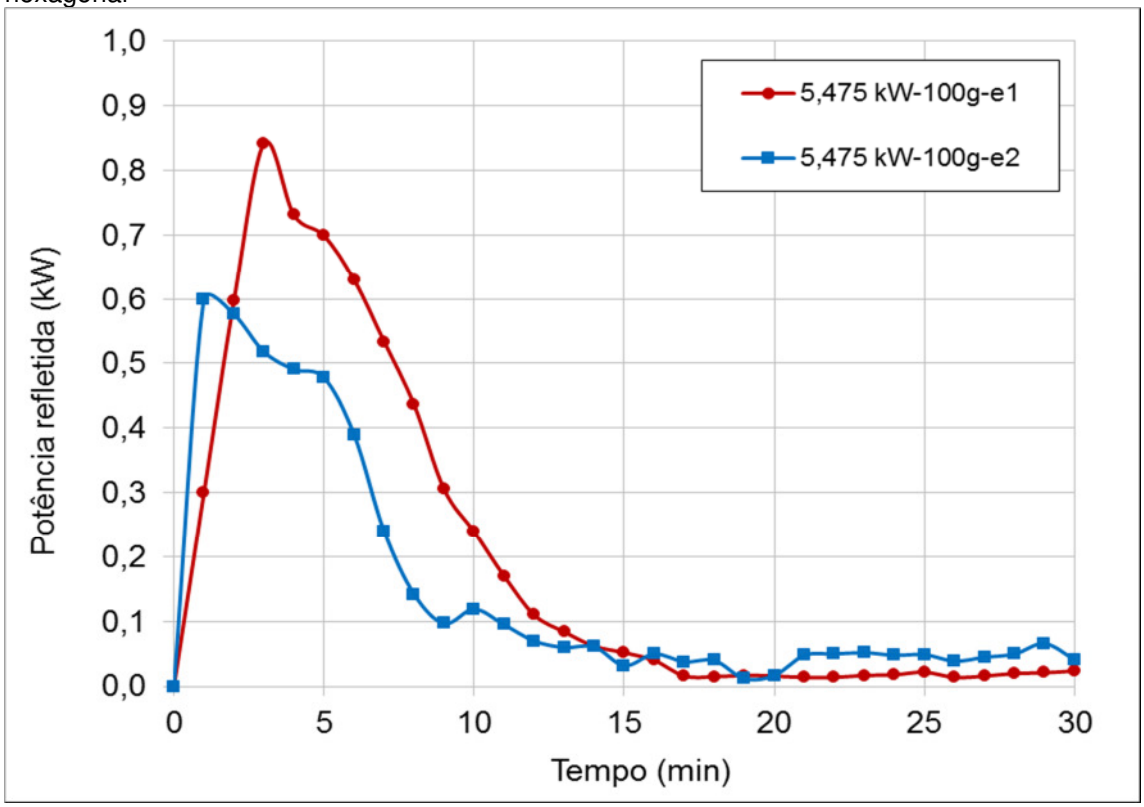

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 113 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal



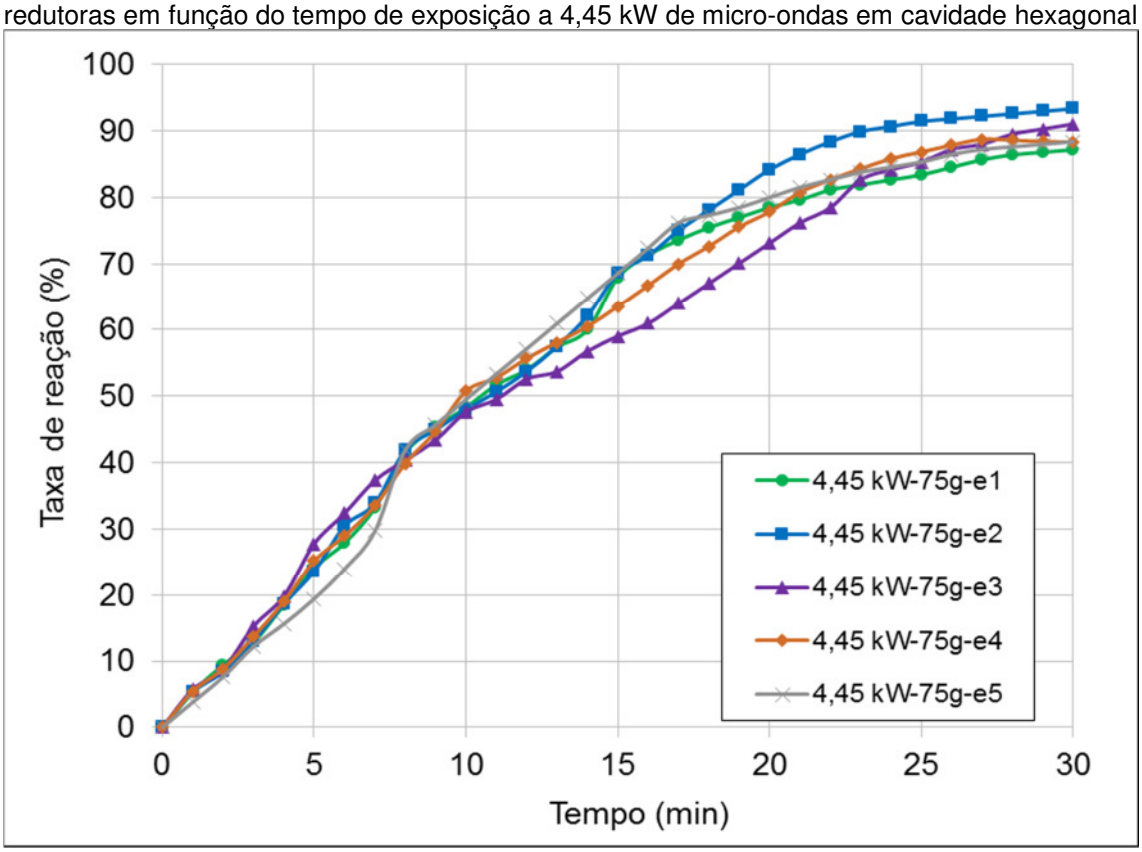

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 114 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 100 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 5,475 kW de micro-ondas em forno hexagonal



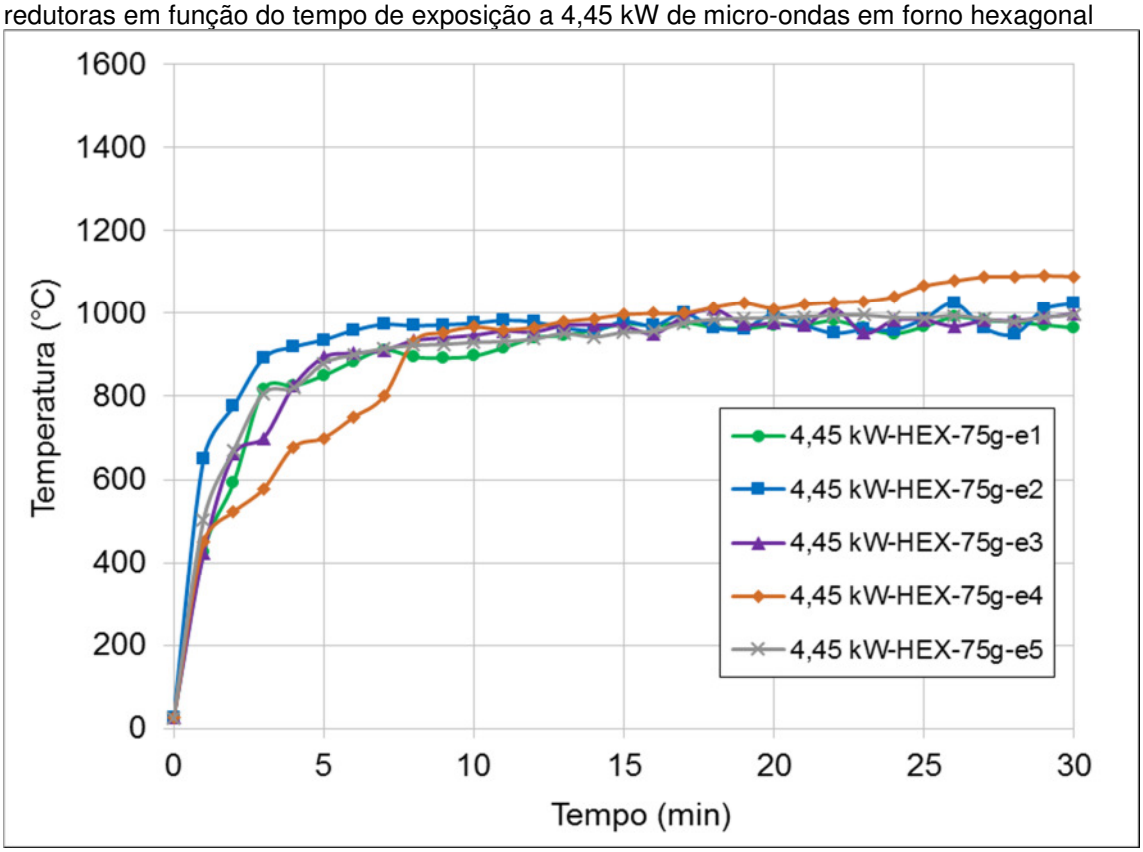

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 115 – Perfil da evolução da taxa de reação na redução carbotérmica de 75 g pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em cavidade hexagonal



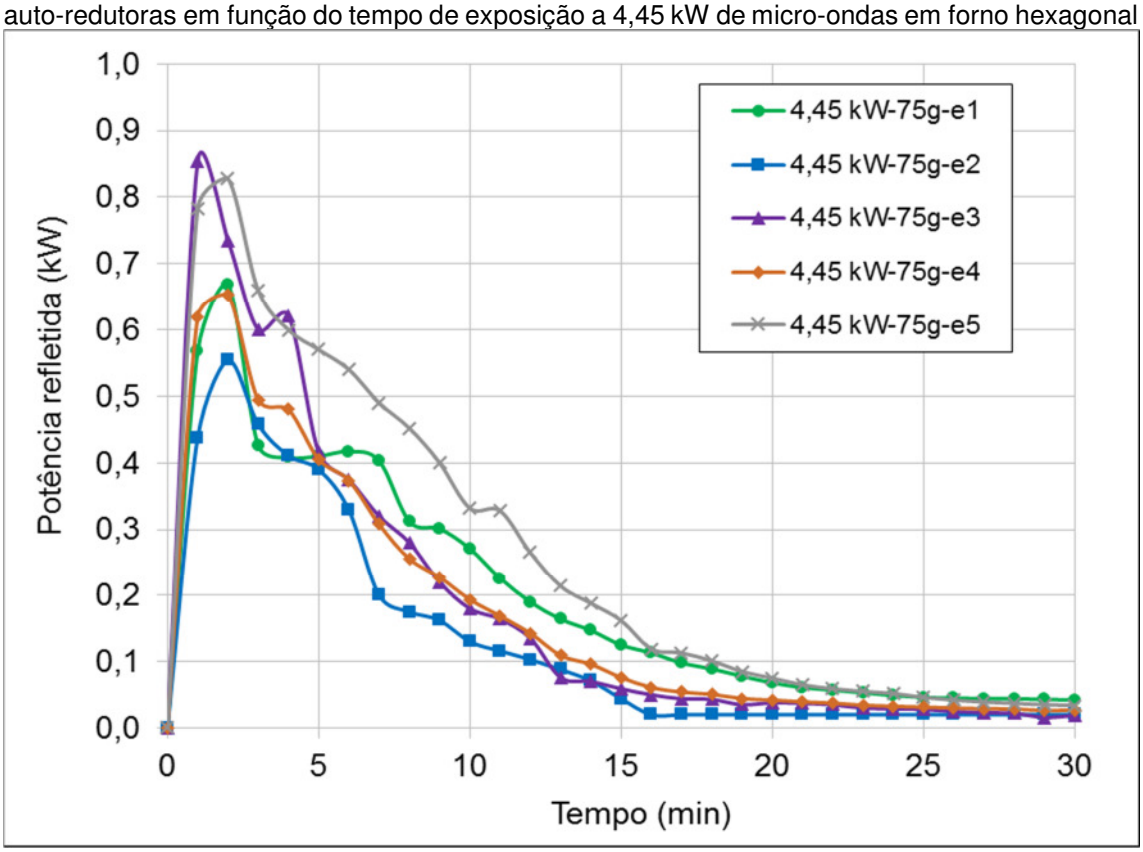

Fonte: O Autor, 2016.

Figura 116 – Perfil da evolução da temperatura na redução carbotérmica de 75 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.

Figura 117 – Perfil da evolução da potência refletida na redução carbotérmica de 75 g de pelotas auto-redutoras em função do tempo de exposição a 4,45 kW de micro-ondas em forno hexagonal




Fonte: O Autor, 2016.