



UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO
ESCOLA DE MINAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS



LÍDIA CRISTINA DE REZENDE SILVA

PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM ESCALA PILOTO

OURO PRETO

2018

LÍDIA CRISTINA DE REZENDE SILVA

PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM ESCALA PILOTO

Monografia apresentada ao curso de Engenharia de Minas do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, como requisito parcial para a obtenção do título de bacharel em Engenharia de Minas.

Área de concentração: Tratamento de minérios
Orientadora: Prof.^a. Dr.^a. Otávia Martins Silva Rodrigues.

OURO PRETO

2018

S586p

Silva, Lídia Cristina de Rezende.

Produção de carbetos de silício em escala piloto [manuscrito] / Lídia Cristina de Rezende Silva. - 2018.

61f.: il.: color; grafs; tabs.

Orientadora: Profª. Drª. Otávia Martins Silva Rodrigues.

Monografia (Graduação). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia de Minas.

1. Material cerâmico. 2. Abrasivos. 3. Carbetos de silício (SiC). 4. Forno piloto. I. Rodrigues, Otávia Martins Silva. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU: 621.921.2

Catálogo: ficha.sisbin@ufop.edu.br



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO
Universidade Federal de Ouro Preto
Escola de Minas - Departamento de Engenharia de Minas

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

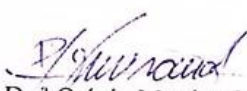
Aos 18 dias do mês de dezembro de 2018, às 10h00min, na sala 02 do Departamento de Engenharia de Minas da Escola de Minas - DEMIN/EM, foi realizada a defesa do Trabalho de Conclusão de Curso de Engenharia de Minas requisito da disciplina MIN-491 – Trabalho de Conclusão de Curso II, intitulado “**PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM ESCALA PILOTO**”, pela aluna **Lídia Cristina de Rezende Silva**, sendo a comissão avaliadora formada por **Prof.ª Dr.ª Otávia Martins Silva Rodrigues (orientadora)**, **Prof. M.Sc. José Fernando Miranda, Eng.ª de Minas Tatiana Fernandes Martins e Eng.º de Minas Pedro Henrique Neuppmann**.

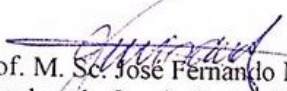
Após arguição sobre o trabalho, a comissão avaliadora deliberou por unanimidade pela *aprovação* da candidata, com a nota *10,0* concedendo-lhe o prazo de 15 dias para incorporar no texto final da monografia as alterações determinadas/sugeridas pela banca.

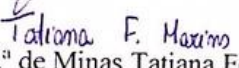
A aluna fará jus aos créditos e conceito de aprovação na disciplina MIN-491 – Trabalho de Conclusão de Curso II após a entrega dos exemplares definitivos (Cd e cópia impressa) da versão final da monografia defendida, conforme modelo do CEMIN-2009, no Colegiado do Curso de Engenharia de Minas – CEMIN.

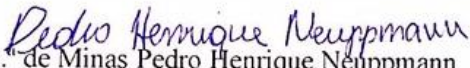
Para fins de registro, foi lavrada a presente ata que, depois de lida e aprovada é assinada pelos membros da comissão avaliadora e pelo discente.

Ouro Preto, 18 de dezembro de 2018.

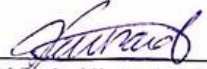

Prof.ª Dr.ª Otávia Martins Silva Rodrigues
Presidente da Comissão Avaliadora e Professora Orientadora


Prof. M. Sc. José Fernando Miranda
Membro da Comissão Avaliadora


Eng.ª de Minas Tatiana Fernandes Martins
Membro da Comissão Avaliadora


Eng.º de Minas Pedro Henrique Neuppmann
Membro da Comissão Avaliadora


Lídia Cristina de Rezende Silva


Prof. M.Sc. José Fernando Miranda
Professor responsável pela Disciplina Min 491 – Trabalho de Conclusão de Curso

Dedico este trabalho de conclusão de curso aos meus pais, Antônio e Maria Antônia, por sempre me apoiarem e amarem incondicionalmente.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me sustentar e iluminar meus caminhos, dando-me forças para sempre seguir em frente.

À Escola de Minas de Ouro Preto e aos professores pelo ensino de excelência.

À Prof.^a Dr.^a Otávia que desde de 2013 é minha orientadora e amiga. Obrigada pela orientação e por sempre acreditar em mim.

Ao Vinícius Borges pelo aprendizado e por despertar em mim o gosto pelos ensaios e análises.

À Saint Gobain pelo apoio e crescimento profissional e pessoal, em especial ao setor de PED e Processo. Daniel, Patrícia, Clayton, Ronaldo, Claudinho, Vinícius, Kayk, Telmo e Daniel V.: obrigada pela troca de conhecimentos e incentivo ao longo dessa jornada!

À colaboração dos técnicos dos laboratórios do DEMIN/UFOP: Tratamento de Minérios, Microscopia Ótica, Difração de Raios-X e Análise Termogravimétrica.

Ao Joan Kayk e Victor Dias por toda ajuda na realização dos testes.

Aos meus amados pais Antônio e Maria Antônia (in memoriam) e ao meu irmão Mateus por serem minha base.

Ao Matheus por toda ajuda, companheirismo e por estar sempre ao meu lado.

À República Tchu Tchu Tchu por me acolherem sempre e por todos os bons momentos.

Aos amigos e colegas de curso.

A todos que de alguma forma colaboraram para realização deste trabalho.

EPÍGRAFE

*“Julgue seu sucesso pelas coisas que
você teve que renunciar para
conseguir.” (Dalai Lama)*

RESUMO

Este trabalho teve como finalidade entender melhor a influência da potência e do método de montagem do forno na produção de carbetos de silício em escala piloto. O estudo se deu a partir da realização de testes no forno piloto da unidade da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos, localizada em Barbacena, Minas Gerais e da caracterização do material produzido nestes testes. Três operações foram realizadas no forno: teste padrão, teste de alta potência e teste sem blocos. Amostras dos materiais produzidos nestas operações passaram por análise química, mineralógica, térmica e física, o que incluiu análises de densidade, grão magnético e friabilidade. O teste que apresentou os melhores resultados em relação a quantidade de material produzido, qualidade do material e menor consumo específico foi o teste padrão. O teste sem blocos foi o que apresentou menor produção, menor porcentagem de SiC e maior consumo específico. As amostras das três operações apresentaram moissanita, almandina, wadsleyta, quartzo e cristobalita em sua composição mineralógica. No teste padrão foi identificada a presença de moissanita 6H, que normalmente é mais estável e é encontrada em crudes mais puros. A ringwoodita, mineral que é formado sob altas pressões, foi encontrada apenas na amostra do teste sem blocos. Com base nos termogramas, as amostras dos testes padrão, de alta potência e sem blocos, apresentaram picos em regiões similares, apesar de terem apresentado valores diferentes em relação à perda de massa: 2,18%, 3,05% e 6,26%, respectivamente. Com relação à análise física, ambas as densidades, aparente e picnometria, indicaram que o material mais denso foi o do teste de alta potência e o menos denso, o do teste padrão. Os resultados mostraram ainda que o material com maior quantidade de material ferromagnético foi o material do forno padrão (0,054ppm) e que o material do forno sem blocos é consideravelmente menos friável que os materiais dos outros dois testes.

Palavras-chave: Carbetos de Silício; Processo Acheson; Forno piloto; Parâmetros elétricos; Parâmetros de produção.

ABSTRACT

The objective of this work was to understand the influence of the power and assembling method of a furnace in the production of silicon carbide on a pilot scale. The study was based on tests in the pilot furnace of Saint-Gobain Ceramic Materials unit, located in Barbacena, Minas Gerais and on the characterization of the material produced in these tests. Three operations were carried out: standard test, high power test and test without walls. The samples produced in these operations were used to carry out chemical, mineralogical, thermal and physical analyzes, which included analysis of density, magnetic grain and friability. The test that presented the best results in relation to the quantity of material produced, material quality and lower specific consumption was the standard. The test without walls presented the smaller production, smaller percentage of SiC and greater specific consumption. The samples from the three operations presented moissanite, almandine, wadsleyta, quartz and cristobalite in their mineralogical composition. The presence of moissanite 6H which is usually more stable and is found in purer materials was identified in the standard test sample. Ringwoodite, a mineral that is formed under high pressures, was found only in the sample from the test without walls. Based on the thermograms, the standard, high power and the test without walls samples' presented peaks in similar regions, although they presented different values in relation to the weight loss: 2.18%, 3.05%, and 6.26% , respectively. Regarding the physical analysis, both loose packing density and pycnometry indicated that the denser material was produced on the high power test and the less dense material was obtained on the standard test. The results showed that the sample with the largest amount of ferromagnetic material was from the standard test (0.054ppm) and that the material produced on the test without walls was considerably less friable than the materials from the other two tests.

Keywords: Silicon carbide; Acheson Process; Pilot furnace; Electrical parameters; Production parameters.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema da estrutura do SiC na célula unitária.....	15
Figura 2 – Mineral moissanita	16
Figura 3 – Carbetos de silício preto e verde.....	16
Figura 4 – Mercados nos quais o SiC está presente	18
Figura 5 – Exemplos de aplicações de sic	19
Figura 6 – Mineral quartzo	20
Figura 7 – Coque de petróleo	21
Figura 8 – Diagrama do processo Acheson	22
Figura 9 – Seção transversal do forno de carbetos de silício ao final de uma operação.....	23
Figura 10 – Sequência de etapas da produção de carbetos de silício.....	24
Figura 11 – Seção longitudinal de um forno tradicional	27
Figura 12 – Forno de resistência em U	28
Figura 13 – Forno com blocos: vista frontal (a) e vista superior (b).....	30
Figura 14 – Forno sem blocos: vista lateral (a) e vista frontal (b).....	31
Figura 15 – Ilustração do misturador utilizado para fazer a mistura de areia e coque	31
Figura 16 – Cilindro descoberto (a) e forno após a retirada do cilindro (b).....	32
Figura 17 – Crudo produzido em uma das operações.....	34
Figura 18 – Aparato utilizado na análise de densidade solta.....	36
Figura 19 – Picnômetro	37
Figura 20 – Equipamento utilizado na análise de material ferromagnético	37
Figura 21 – Moinho de Bond.....	39
Figura 22 – Pilha cônica	39
Figura 23 – Variação da potência em função do tempo	41
Figura 24 – Variação da resistência em função do tempo	42
Figura 25 – Variação do TAP em função do tempo	43
Figura 26 – Difratoograma de raios-X da amostra do teste padrão.....	45
Figura 27 – Difratoograma de raios-X da amostra do teste de alta potência.....	45
Figura 28 – Difratoograma de raios-X da amostra do teste sem blocos.....	46
Figura 29 – Termograma da amostra do teste padrão	47
Figura 30 – Termograma da amostra do teste de alta potência	47
Figura 31 – Termograma da amostra do teste sem blocos	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – SiC - Propriedades e possíveis aplicações	18
Tabela 2 – Composição química das várias partes de um cilindro de SiC	23
Tabela 3 – Parâmetros de operações de produção de SiC em plantas europeias.....	25
Tabela 4 – Métodos de análise química.....	34
Tabela 5 –Distribuição dos diâmetros das esferas da carga moedora.	39
Tabela 6 – Resultados das operações	40
Tabela 7 – Resultados das análises químicas	44
Tabela 8 – Resultados dos termogramas	48
Tabela 9 – Resultados das análises físicas.....	48

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
2	OBJETIVOS	14
2.1	OBJETIVO GERAL	14
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
3.1	O CARBETO DE SILÍCIO - SiC	15
3.2	PROPRIEDADES E APLICAÇÕES DO SiC	17
3.3	PROCESSO DE PRODUÇÃO DO SiC	19
3.3.1	Matéria prima	20
3.3.2	Processo Acheson	21
3.3.3	Processamento	24
3.4	FORNOS ACHESON	25
3.4.1	Tipos de fornos industriais	26
3.4.2	Parâmetros elétricos	29
3.4.3	Condições de operação do forno piloto	30
4	MATERIAIS E MÉTODOS	33
4.1	OPERAÇÕES REALIZADAS	33
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS PRODUZIDOS	34
4.2.1	Análise química	34
4.2.2	Análise mineralógica	35
4.2.3	Análise térmica	35
4.2.4	Análise física	35
4.2.4.1	Densidade	36
4.2.4.1	Grão Magnético	37
4.2.4.1	Friabilidade	38
5	RESULTADOS	40
5.1	OPERAÇÕES NO FORNO PILOTO	40
5.1.1	Potência	41
5.1.2	Resistência	42
5.1.3	TAP	43
5.2	CARACTERIZAÇÕES DOS CRUDES PRODUZIDOS	44

5.2.1	Análise química	44
5.2.2	Análise mineralógica	45
5.2.3	Análise térmica	47
5.2.4	Análise física	48
6	CONCLUSÕES.....	50
7	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	52
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	53
	APÊNDICE	57

1. INTRODUÇÃO

A utilização de plantas pilotos na indústria é cada vez mais frequente, visto os benefícios alcançados com a implementação das mesmas. A realização de testes e operações em escala piloto permite a identificação de melhorias e a determinação de parâmetros ótimos de operação através da redução de incertezas e visualização de oportunidades ou fragilidades. A unidade da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos, localizada em Barbacena, é exemplo de uma empresa que produz carbetos de silício (SiC) em fornos industriais e, paralelamente, executa testes em seu forno piloto, visando a melhoria de seus processos.

O carbetos de silício (SiC) é um material cerâmico que possui uma combinação única de propriedades: altíssima dureza, excelente resistência à oxidação, alta resistência ao desgaste, corrosão e abrasão, resistência a altas temperaturas e condutividade térmica, boa resistência ao choque térmico e baixo coeficiente de expansão térmica. Essa combinação de características é devida à ligação química altamente covalente (até 88%) entre os átomos de silício e carbono (IZHEVSKYI et al., 2000). Tais propriedades tornam o carbetos de silício um material de grande importância nos processos industriais cerâmicos, sendo utilizado em aplicações metalúrgicas, siderúrgicas, de usinagem de materiais e em semicondutores (BRAGA, 2011).

De ocorrência rara na natureza, o carbetos de silício pode ser encontrado no mineral moissanita. Em 1891, Edward Goodrich Acheson tentava descobrir um método para produzir diamante quando, durante um dos seus experimentos, conseguiu produzir cristais compostos de sílica e carbono. O mineral em seu estado natural só foi descoberto em 1921, quando Ferdinand Frederick Henri Moissan identificou pela primeira vez cristais de carbetos de silício, em fragmentos de um meteorito encontrado em uma cratera no Arizona, EUA. (LINDSTAD, 2002).

A produção de carbetos de silício em escala industrial é realizada atualmente em fornos Acheson, onde ocorre o aquecimento de uma mistura estequiométrica rica em carbono (usualmente coque de petróleo) e areia silicosa de alta pureza (BRAGA, 2011). Este aquecimento, que permite o processo de redução carbotérmica da sílica, acontece através da passagem de corrente elétrica por uma resistência de grafite que se localiza no centro da mistura e que pode atingir temperaturas de até 2700 °C (LIMA, 2011).

A produção de carbetos de silício é controlada por parâmetros técnicos e tecnológicos, que influenciam na qualidade e economicidade da produção. Como exemplo desses parâmetros, podem-se citar: dimensão dos fornos, pureza, granulometria e modo de mistura das matérias-

primas, tamanho, forma e composição da alma de grafite, potência, tempo de queima e maneira de separação do cilindro de SiC (MORAIS, 2005). Esse trabalho teve como motivação o estudo do forno piloto Acheson da Saint Gobain Materiais Cerâmicos e do material produzido no mesmo, através do aumento na potência média e da variação no método de montagem, além da caracterização dos materiais produzidos em cada uma dessas operações.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O principal objetivo deste trabalho foi entender melhor a influência da potência e do método de montagem do forno na produção de carbetos de silício em escala piloto. O estudo se deu a partir da realização de três testes no forno piloto da unidade da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos, localizada em Barbacena, e da caracterização do material produzido nestes testes.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- i. Analisar os parâmetros de operação do forno piloto e escolher quais parâmetros seriam estudados e quais testes seriam realizados.
- ii. Realizar testes variando os parâmetros selecionados.
- iii. Caracterizar o material produzido nestes testes.
- iv. Adquirir maior conhecimento sobre o carbetos de silício produzido no forno piloto.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

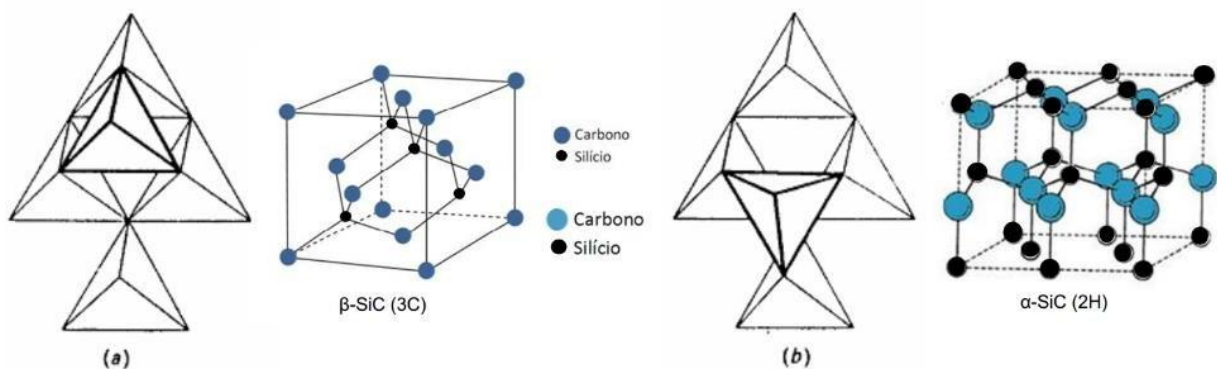
Nesta seção são apresentados estudos encontrados na literatura sobre o carbetto de silício.

3.1 O CARBETO DE SILÍCIO – SiC

O carbetto de silício, também conhecido por *carborundum*, é um composto sólido constituído por carbono e silício. É um material cristalino que apresenta polimorfismo, sendo encontrado nas formas cúbica, hexagonal e romboédrica. Sua forma cúbica é caracterizada pelo carbetto de silício beta (β -SiC) e as hexagonais ou romboédricas pelo carbetto de silício alfa (α -SiC). A principal diferença entre o β -SiC e o α -SiC é devido à um deslocamento helicoidal que ocorre durante sua formação (SILVA, 2009).

A estrutura da molécula de SiC é um tetraedro com carbono no centro e silício nos vértices (ou vice-versa) que se empilham de forma paralela (Figura 1a), no caso do β -SiC e em sequência formando camadas paralelas e antiparalelas (Figura 1b), no caso do α -SiC (CHIMELLI, 2010 e SILVA, 2009).

Figura 1 – Esquema da estrutura do SiC na célula unitária.



Fonte: CHIMELLI, 2010 e SILVA, 2009.

O carbetto de silício é raramente encontrado em seu estado natural e existe em quantidades mínimas, em lugares geológicos muito específicos, como em paredes diamantadas, crateras vulcânicas abertas e em alguns meteoritos (SANTANA, 2010). O carbetto de silício natural foi descoberto no estado do Arizona, EUA, por Ferdinand Frederick Henri Moissan, que

coletou amostras de meteoritos no “Canyon Diablo”, em 1921. Moissan identificou cristais de SiC no meteorito e por isso, em sua homenagem, o mineral recebeu o nome de Moissanita (NASSAU, 2000), e está ilustrado na Figura 2. As aplicações de carbeto de silício utilizam o mineral sintético, atualmente possível graças a Edward Goodrich Acheson, que em 1891 conseguiu produzir SiC em um forno elétrico.

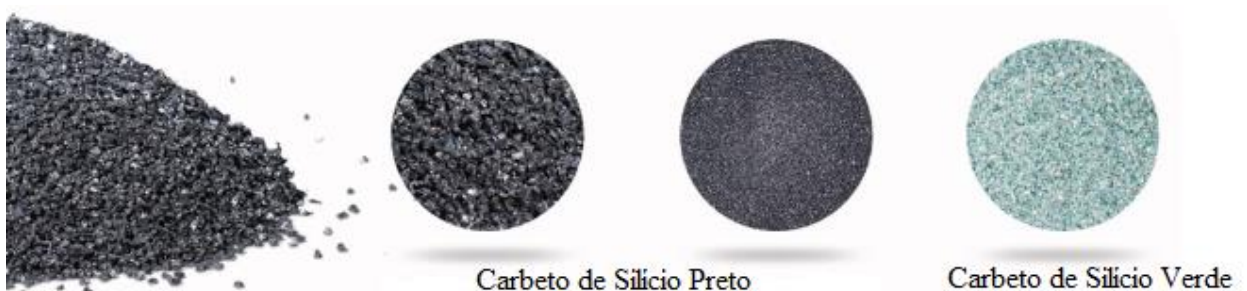
Figura 2 – Mineral moissanita.



Fonte: MEDEIROS, 2016.

A coloração do carbeto de silício está relacionada com a composição de sua constituição sendo que existem dois tipos básicos: o preto e o verde (Figura 3). O carbeto de silício preto é geralmente mais barato que o tipo verde. A cor verde é atribuída à presença de nitrogênio e a cor preta é devida à presença de pequenas quantidades de alumínio ou óxido de alumínio. O carbeto de silício verde é levemente mais abrasivo que o preto, por isso, rebolos fabricados com carbeto verde, apesar de possuírem praticamente a mesma dureza que os fabricados com carbeto preto, geralmente apresentam maior tenacidade que o primeiro (SANTANA, 2010).

Figura 3 – Carbeto de silício preto e verde.



Fonte: YANNUO, 2018.

3.2 PROPRIEDADES E APLICAÇÕES DO SiC

O SiC tem como principal sua propriedade elevada dureza, sendo superado somente pelo diamante, pelo nitreto cúbico de boro e pelo carbetto de boro. É também bastante resistente ao calor, ao desgaste e quimicamente inerte a todos os álcalis e ácidos, portanto, tornando-se assim um material cerâmico ideal que pode ser utilizado em condições extremas de operação (SANTOS, 2017).

Dentre suas características, podem-se destacar (LIMA; TENÓRIO, 2011):

- Densidade: $3,21 \cdot 10^3 \text{ kg m}^{-3}$
- Calor específico: $750 \text{ m}^2 \text{ s}^{-2} \text{ K}$
- Coeficiente de expansão térmica: $5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
- Dureza Vickers: $29 \cdot 10^9 \text{ N m}^{-2}$
- Dureza Mohs: 9 - 10
- Resistência típica a temperatura: 1500° C no ar, 2400° C em atmosfera inerte
- Condutividade térmica: 50 a 100 W/m K

Estas características são decorrentes das ligações covalentes entre os átomos da molécula de SiC. Além disso, a formação do carbetto de silício ocorre somente a elevadas pressões e/ou elevadas temperaturas (acima de 2100° C), por isso, uma vez sinterizado, este material se transforma em uma cerâmica extremamente forte cuja resistência é limitada apenas pela existência de falhas, grãos alongados e porosidade que possam existir em sua estrutura (SANTANA, 2010).

Os mercados em que o carbetto de silício está presente são: o de abrasivos, de refratários e da metalurgia. O mercado que possui maior volume de aplicações do SiC é o da metalurgia (Figura 4). O metalúrgico, como é chamado o material de menor pureza, possui em média de 90% SiC e é usado principalmente como aditivo na produção de aços e ferro (TAYLOR, 1999, *apud* MORAIS, 2005). O mercado de abrasivos é o segundo maior consumidor de carbetto de silício. Vale ressaltar que os mercados de cerâmicas avançadas e eletrônica estão em grande ascensão, com a eletrônica utilizando quase exclusivamente SiC verde por causa de sua alta pureza (MORAIS, 2005). Nesse mercado, o primeiro LED (Light Emitting Diode) elaborado com SiC foi desenvolvido em 1907 (ABEL, 2009).

A Tabela 1 apresenta propriedades do SiC correlacionadas com suas aplicações.

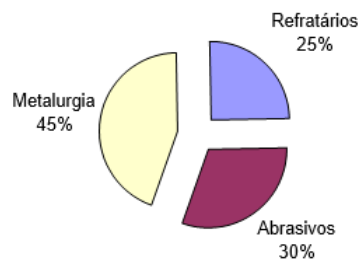
Tabela 1 – SiC - Propriedades e aplicações.

Propriedades	Aplicações
Dureza	Material abrasivo (pedra de esmeril, lixas de papel)
Alta estabilidade térmica e resistência a elevadas temperaturas	Refratários aplicados na metalurgia e indústrias pesadas
Alta resistência para irradiação e resistência a elevadas temperaturas	Tanques de combustíveis em reatores nucleares
Resistividade elétrica	Resistências
Propriedades semicondutoras	Receptores ultravioletas
Resistência a ácidos e bases, resistência à abrasão	Selos mecânicos, mancais e bicos
Elevada condutividade, alta estabilidade térmica, resistência à corrosão e abrasão	Troca de calor (tubos e proteção)

Fonte: PAMPUCH, 1998 *apud* SANTANA, 2010.

A Figura 4 apresenta os três principais mercados do SiC.

Figura 4 – Mercados nos quais o SiC está presente.



Fonte: TAYLOR, 1999 *apud* MORAIS, 2005.

Dentre os principais produtos que levam SiC em sua composição podem-se citar: tijolos refratários, trocadores de calor, incineradores, bicos queimadores, mobília de forno concreto para siderurgia, carros torpedos, revestimentos de aeronaves espaciais, coletes de defesa pessoal, lixas em geral, rebolos, discos de corte, *wire-saw*, para-raios de subestação (BRAGA, 2011). Alguns exemplos desses produtos são mostrados na Figura 5.

Figura 5 – Exemplos de aplicações de SiC.



Fonte: MOURA, 2014.

As expectativas futuras quanto ao crescimento do mercado de carbetos de silício no Brasil e no mundo são promissoras. Espera-se estabilidade ou até um singelo crescimento no setor de refratários, o mais importante mercado de aplicação do material. Atualmente, os volumes comercializados são pequenos na área de superabrasivos, apesar de possuírem alto valor agregado; para essa área espera-se um crescimento de mercado ainda maior. O ramo de cerâmicas avançadas tem previsão de grande crescimento especialmente nas aplicações eletrônicas, onde o segmento de semicondutores vem crescendo intensamente (BRAGA, 2011).

3.3 PROCESSO DE PRODUÇÃO DO SiC

Berzelius foi um dos primeiros estudiosos a fazer relatos sobre o carbetos de silício em 1810. Porém, Acheson, em 1891, conseguiu obtê-lo através da passagem de uma corrente elétrica em uma mistura de coque e argila. O pesquisador, que acreditava que a mistura se tratava de uma combinação de carbono e coríndon, chamou o novo material de carborundum. Posteriormente, análises químicas mostraram que este se tratava de um composto de carbono e silício na razão 1:1, ou seja, SiC (GUICHELAAR, 1997).

Acheson fundou a companhia Carborundum em setembro de 1891 para a produção de SiC, pois logo constatou a potencialidade de aplicação do material que possuía um poder de abrasão muito elevado quando comparado aos abrasivos naturais utilizados na época.

Atualmente, grande parte da produção mundial (mais de 95%) se baseia nos princípios Acheson. O processo de produção é denominado Acheson em sua homenagem (MORAIS, 2005).

3.3.1 Matéria prima

O carbeto de silício pode ser produzido através de quatro métodos: carbonização direta, deposição química por vaporização, método sol-gel e redução carbotérmica. Os três primeiros são mais utilizados para obtenção de SiC em partículas finas (submicron) de elevada pureza a partir de reagentes puros, o que os torna caros quando comparados com a redução carbotérmica, que conta com fontes de baixa pureza de sílica e carbono como reagentes, elementos de fácil aquisição e baixo preço. Além disso, o processo de redução carbotérmica é eficiente quanto à energia necessária para obtenção do SiC. Por isso, em escala industrial, o carbeto é produzido através deste método (BRAGA, 2011).

O quartzo (Figura 6) é amplamente utilizado como fonte de sílica, e o coque verde de petróleo como agente redutor.

Figura 6 – Mineral quartzo.



Fonte: ABEL, 2009.

Grafite, antracito, piche, negro de fumo e turfa também podem ser utilizados como agentes redutores da sílica. Geralmente areia quartzosa e coque (Figura 7) são utilizados numa relação de 3:2. Ambos são levados por correia transportadora até um misturador que produz a mistura (LIMA, 2011).

Figura 7 – Coque de petróleo.



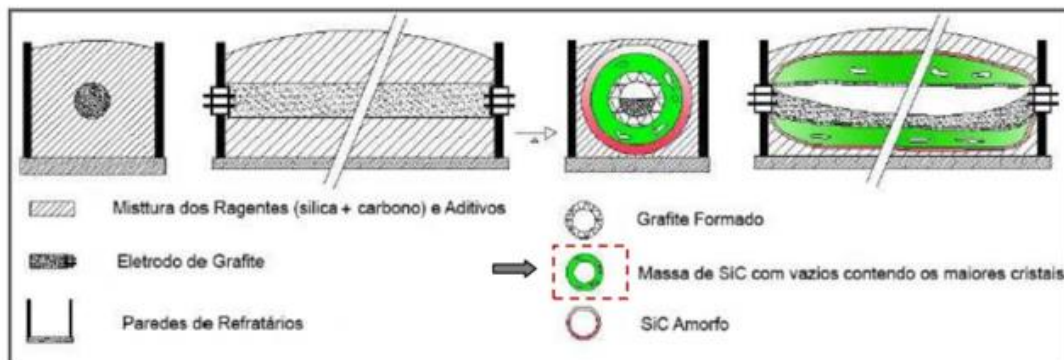
Fonte: BRAGA, 2011.

A redução carbotérmica é o método mais empregado na produção de pequenas e grandes quantidades (miligramas a toneladas) de SiC, variando sua pureza e polimorfismo em função da matéria prima, temperatura, atmosfera e sistema de aquecimento. Esse processo está relacionado principalmente com o tamanho das partículas dos reagentes e o contato entre elas (ABEL, 2009). Na interação entre esses reagentes, que ocorre a altas temperaturas, partículas sólidas de menor tamanho fazem com que a reação aconteça de forma mais rápida. Desta maneira, utilizam-se areia e coque, que se encontram finamente cominuídos (partículas menores que 1mm) (LIMA, 2011). Quanto mais pura a fonte de carbono, melhores são os produtos gerados. Impurezas como alumina, ferro, titânio e cálcio, encontradas na areia quartzosa, influenciam, entre outras propriedades, a cor do cristal (LIMA,2011).

3.3.2 Processo Acheson

Com a mistura de sílica e carbono preparada, dá-se início ao processo de obtenção de SiC. Industrialmente a produção acontece em fornos elétricos, conhecidos como Acheson. Nesse forno a mistura reage quimicamente a altas temperaturas (acima de 2000 °C). A energia para a formação do SiC é fornecida pelo aquecimento resistivo de um núcleo de grafite (alma), que é conectado a dois eletrodos que ficam nas duas extremidades do forno (SANTOS, 2017). Uma corrente elétrica passa através da resistência de grafite e é convertida em energia térmica, transferindo calor para a mistura de areia e coque que se encontra ao redor do condutor. Essa mistura também tem a função de cobrir e isolar termicamente o forno (LIMA, 2011). Um desenho esquemático do forno e do processo Acheson pode ser observado na Figura 8.

Figura 8 – Diagrama do processo Acheson.



Fonte: KNIPPENBERG, 1963 *apud* SANTOS, 2017.

Em algumas plantas de carbetos de silício a produção não é contínua. No Brasil, devido ao alto consumo de energia em certos horários, denominados horários de ponta, as operações são interrompidas e os fornos são desligados completamente para evitar que picos de energia ocorram. No entanto, o sistema elétrico brasileiro permite que durante dois dias da semana os fornos trabalhem sem interrupções. O horário de ponta também é chamado de horário de modulação, devido à ocorrência de uma variação forçada na curva de resistência e potência dos fornos (BRAGA, 2011).

Nas primeiras horas de operação ocorre um decréscimo no valor da resistência, seguido por uma fase de instabilidade. Este período inicial da queima do carbetos de silício é denominado aquecimento do forno. O tempo de uma operação depende das dimensões do forno e da potência fornecida ao transformador. Dependendo do tamanho do forno e do transformador, a reação completa de formação de carbetos de silício leva de 1 a 20 dias para ocorrer. Alguns fornos menores podem ser desligados com apenas 12 horas de operação, em compensação, a duração da operação da grande maioria dos fornos maiores é cerca de 4 e 8 dias (BRAGA, 2011).

A reação de formação de carbetos de silício acontece em duas fases: na primeira, em torno de 1700°C, ocorre a formação de β SiC (estrutura cristalina cúbica) e monóxido de carbono. A segunda etapa acontece quando a temperatura se eleva acima de 2100°C e então o β SiC é transformado em α SiC (estrutura cristalina hexagonal). A reação global é descrita pela equação 3, e as semi-reações estão representadas pelas equações 1 e 2 a seguir:



O material produzido na operação é denominado “crude”, que se apresenta em formato cilíndrico e é formado em torno do núcleo de grafite contendo de 80% a 100% de SiC, com o teor de SiC mais elevado na região central, diminuindo em direção à camada externa (EIPPCB (2006), *apud* LIMA, 2011). O material metalúrgico é formado na parte mais externa do cilindro e material não reagido recobre o mesmo. A Tabela 2 mostra a composição química do centro, interior e exterior de um cilindro de SiC.

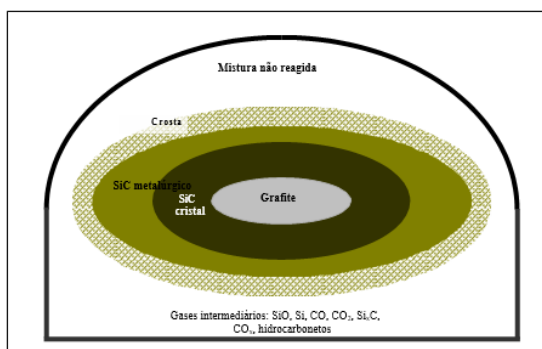
Tabela 2 – Composição química das várias partes de um cilindro de SiC.

	Exterior	Interior	Centro
SiC	50-95	98-99	99-99,5
C	2-6	0,05-0,1	0,01-0,05
Si	0,2-0,6	0,5-0,7	0,3-0,4
SiO₂	2-5	0,15-0,4	0,1-0,2
Fe	0,3-0,6	0,09-0,2	0,09-0,1
Al₂O₃	0,3-0,6	0,05-0,09	0,04

Fonte: MORAIS, 2005.

O material mais próximo ao grafite, localizado na parte central do cilindro, é o de melhor qualidade por ser onde se formam os maiores cristais. Os cristais são menores e possuem menor qualidade nas regiões mais distantes do centro do cilindro. Na região mais afastada do núcleo de grafite, a temperatura é menor (abaixo de 2000°C) e é onde se localizam as camadas com estruturas diferentes, tais como SiC amorfo e uma crosta, constituída por materiais que não reagiram. O produto comercializado é constituído por 96% a 99% de SiC, sendo o restante silício, sílica livre, carbono livre, óxido de cálcio, de ferro e de alumínio (SANTOS, 2017). A Figura 9 ilustra a seção transversal de um cilindro de carbetos de silício.

Figura 9: Seção transversal do forno de carbetos de silício ao final de uma operação.



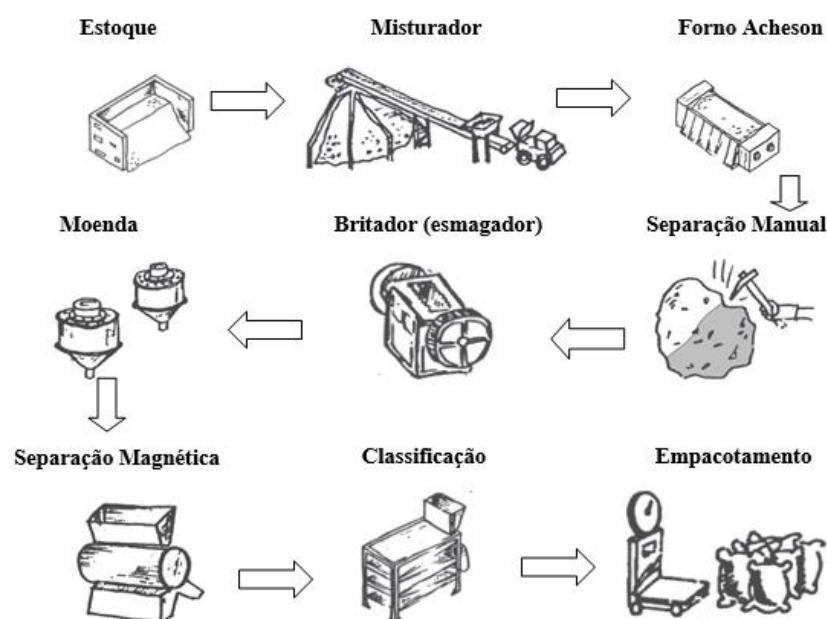
Fonte: LIMA, 2011.

Depois que a operação de produção de carvão de silício é finalizada, inicia-se o processo de resfriamento do cruze. O tempo desse processo vai depender do tamanho do forno, assim como a energia consumida pelo mesmo. Em alguns casos é realizada aspersão de água sobre a mistura e o cilindro, para acelerar o resfriamento. Como apenas as partes próximas ao cilindro atingem as temperaturas necessárias para a síntese do SiC, uma considerável parte da mistura depositada no forno não reage, desempenhando a função de isolante térmico e diminuindo a perda de calor para o meio externo. Essa mistura excedente não transformada é retirada do forno gradativamente, permitindo o resfriamento do material e geralmente é aproveitada na montagem dos fornos das operações subsequentes (BRAGA, 2011).

3.3.3 Processamento

Após o resfriamento do cilindro, o material é retirado do forno e passa por diferentes rotas de processamento, dependendo da especificação do produto final que se deseja produzir. No processamento dos grãos são utilizados diversos tipos de britadores, moinhos, classificadores e separadores magnéticos. Os grãos também podem passar por tratamentos químicos para que propriedades específicas de determinadas aplicações sejam obtidas (KNIPPENBERG, 1963, *apud* LUCHE 2011). A Figura 10 ilustra a sequência das etapas do processo de obtenção do SiC até as de beneficiamento.

Figura 10 – Sequência de etapas de beneficiamento de carvão de silício.



Fonte: LUCHE, 2011.

3.4 FORNOS ACHESON

Cerca de 95% da produção mundial de carvão de silício é baseada nos princípios Acheson. Atualmente, o desenvolvimento de novas tecnologias permitiu o melhoramento das técnicas antigas e o surgimento de novas. Essas técnicas contribuíram para a ocorrência de mudanças na produção de SiC, facilitando o fornecimento e manuseio das matérias-primas, por exemplo. Uma diferença significativa do início da produção do SiC para os dias atuais é o tamanho dos fornos: os antigos eram na ordem de 5m a 10m e os atuais chegam a 25m. Também ocorreram mudanças estruturais: alguns fornos passaram a ser construídos com paredes laterais, que são utilizadas no intuito de conter os materiais dos fornos (MORAIS, 2005).

Apesar de se basearem nos mesmos princípios, as plantas ao redor do mundo possuem projetos que divergem muito entre si. Mehrwald (1992) estudou parâmetros de operações de fornos de SiC preto em instalações europeias e concluiu que eles divergiam amplamente: o comprimento de forno pode variar entre 8,25 m e 40 m e o consumo específico entre 6,3 kWh/kg de SiC e 9,02 kWh/kg de SiC. A Tabela 3 apresenta alguns resultados desse estudo.

Tabela 3 – Parâmetros de operações de produção de SiC em plantas europeias.

Fábrica (cidade)	Comprimento do forno (m)	Energia por área de alma (W/cm ²)	Rendimento de SiC por batelada (t/batelada)	Consumo específico de energia (kWh/kg)	Rendimento específico		
					t/h	t/m	kg/mg
Delfzijl	40	5,3	238	6,3	1,59	5,95	40
Grefrath	19	8,9	71	7,04	0,59	3,74	31
Arendal	20	8,5	25	7,12	0,6	1,25	30
Lillesand	14	8,6	14,4	6,94	0,41	1,03	29
Wolskij	16,8	9,3	14	7,14	0,58	0,33	35
Saporoshje	11	10,4	9,7	7,73	0,31	0,88	28
Kolo	10	7,4	10,2	7,84	0,26	1,02	26
Piesteritz (with SiC II)	8,25	11,3	6,5	8,74	0,28	0,79	34
Piesteritz (no SiC II)	8,25	10,5	6,1	9,02	0,26	0,74	31

Fonte: MERHWALD, 1992.

Lima (2011) menciona dados de produção de SiC na China, publicados em 2008, onde operava-se um forno com dimensões de 94 metros de comprimento, 6,4 metros de largura e 6,7 metros de altura, com um transformador de 26000 kVA de capacidade. Uma batelada era feita em 12 dias, e produziam até 900 t de carbetos de silício. Desta produção, cerca de 65% do material produzido no cilindro era cristal (com aproximadamente 97% SiC) e o restante metalúrgico (com aproximadamente 86% de SiC). Esses dados indicam a grande capacidade de produção de carbetos de silício da China, uma vez que os fornos das plantas da Europa são bem menores (Mehrwald, 1992).

3.4.1 Tipos de fornos industriais

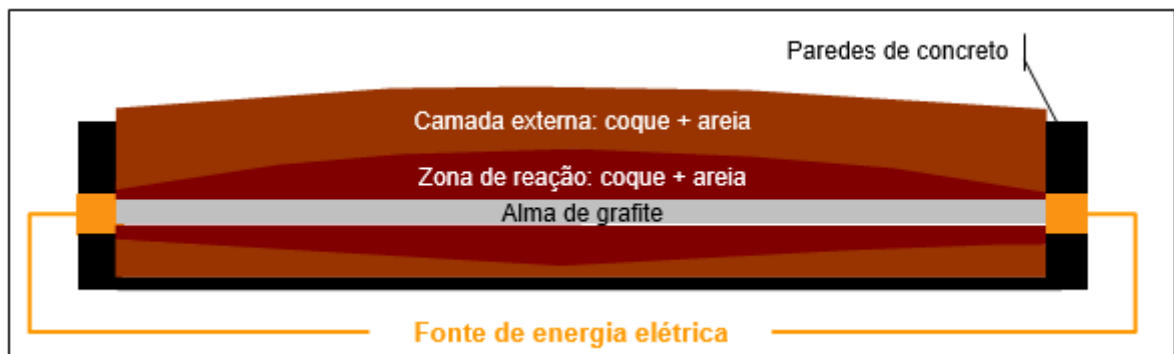
A maior parte dos fornos de SiC são estacionários, no entanto, existem também os móveis que possuem algumas vantagens em relação aos fixos. Uma delas é o espaço, pois os móveis requerem apenas 1/3 do espaço ocupado pelos estacionários. Outra vantagem é a mobilidade da estrutura após término da fornada, já que existem vagões de produção. Porém, a movimentação dos vagões causa desgastes no sistema, perda na sensibilidade de funcionamento e deslocamento. Estes problemas de desgaste podem inviabilizar o uso da estrutura em um curto período de tempo. Sendo assim, o custo de manutenção e reposição encarecem o processo. Uma desvantagem nos casos dos fornos estacionários é o tempo que se leva para retirada do cilindro formado de SiC, devido à alta temperatura, circulação de SO₂ e CO, além de grande quantidade de material não reagido durante a fornada (MORAIS, 2005).

Além de estacionários e móveis, os fornos podem ser tradicionais ou ESK. O tradicional é bastante similar ao desenvolvido por Acheson e o EKS é um projeto modificado, também nomeado Freiland (Elektroschmelzwerk Kempten GmbH) (GMELIN, 1986 *apud* LIMA, 2011). As instalações tradicionais possuem de 2 a 6 fornos estacionários onde existe um transformador por grupo. Os fornos se localizam dentro de galpões e possuem paredes refratárias removíveis, com comprimento em torno de 10 e 20 metros. Eles operam de 1 a 3 dias e tem eficiência térmica entre 50% e 60%. A instalação tradicional possui um maior rendimento do SiC cristalino, devido ao gradiente de temperatura (EIPPCB, 2006 *apud* LIMA, 2011).

A Figura 11 apresenta uma ilustração da seção longitudinal de um forno tradicional. Na região central do forno é colocado grafite finamente cominuído para fazer a ligação entre eletrodos, e permitir que o circuito elétrico com o transformador seja fechado. Esta parte do forno é denominada “alma de grafite” ou “core”. Uma mistura de coque e areia compõe a zona

de reação, que se encontra ao redor da alma, onde ocorre a transformação em SiC. Em volta da zona de reação coloca-se mais uma camada da mistura de coque e areia, que exerce a função de isolante térmico (LIMA, 2011).

Figura 11 – Seção longitudinal de um forno tradicional.



Fonte: LIMA, 2011

Segundo Mehrwald (1992), após décadas sem inovações no setor, em 1973, a ESK (Elektroschmelzwerk Kempten GmbH) modificou o processo tradicional, elaborando o processo Freiland, fazendo com que a indústria de carbeto de silício avançasse consideravelmente. A ESK contribuiu para o melhoramento e inovação do processo Acheson projetando fornos com alta capacidade de produção e baixo custo de energia. Além disso, desenvolveu cobertura para os fornos fabricadas com mantas de polímeros, que passaram a permitir sucção de gases, dessulfurização e reciclagem de monóxido de carbono. O processo da ESK tem ajudado na mudança de uma tendência mundial de fechamento de unidades fabris de carbeto de silício no mundo, principalmente no Japão e Europa, devido aos altos índices de poluição e alto consumo de energia. (MORAIS, 2005).

No processo Freiland os eletrodos se encontram na parte inferior dos fornos, e os fornos não possuem paredes laterais. São fornos com alta capacidade e menor custo de produção, com resistências de até 60 m, com os eletrodos localiza no fundo (chão), com um formato geral na forma de U, mas podendo ser também em formato linear. Os fornos se encontram normalmente ao ar livre e operam durante oito dias em média existindo ainda um sistema de captação de gás no fundo do forno. A Figura 12 exemplifica um forno de resistência em U.

Figura 12 – Forno de resistência em U.



Fonte: ABEL, 2009.

O processo de montagem dos fornos Freiland tem semelhança com o processo de montagem dos fornos tradicionais: a parte central é colocada uma camada de grafite, que atua como condutor entre os eletrodos. Em torno do grafite uma mistura de coque e areia é colocada na zona de reação e, posteriormente, outra camada de mistura faz o papel das paredes refratárias, isolando termicamente o forno. A eficiência termodinâmica deste processo é maior devido à maior capacidade e melhor isolamento térmico (LIMA, 2011). Uma variação do processo ESK é o forno circular que, no entanto, foi inutilizado por razões econômicas, devido à não otimização de operação (MORAIS, 2005).

O desempenho dos fornos de SiC é avaliado analisando-se o consumo específico de energia elétrica em relação à quantidade produzida, medida em kWh/kg de SiC (LIMA, 2011). Segundo Abel (2009) a energia necessária para se produzir SiC a partir de fontes de sílica e carbono é de 2,2 kWh/kg, entretanto, a produção industrial necessita de 6 kWh a 12 kWh por quilograma de SiC produzido. Comparando dois processos: o tradicional e o processo Freiland, no tocante ao consumo específico de energia: o processo tradicional consome entre 7 MWh/t e 8 MWh/t e o Freiland consome entre 6,2 MWh/t e 7,2 MWh/t considerando-se produção de apenas SiC em ambas as situações. Para a produção, em escala piloto, de 190 kg de carbeto de silício é preciso cerca de três toneladas de matérias-primas, com um consumo médio de energia de 7 kWh a 8 kWh por quilograma de material obtido (MORAIS, 2005).

3.4.2 Parâmetros elétricos

Uma das grandes peculiaridades do processo Acheson é a reação química altamente endotérmica. Portanto, este forno tem grande impacto em termos energéticos, tanto em relação ao consumo de energia, quanto em relação à demanda de potência. Apesar de ser um processo relativamente antigo, ainda existem diversas incertezas sobre o forno Acheson, principalmente em relação a aspectos térmicos e de energia (MOURA, 2014).

De acordo com Braga (2011), durante uma operação em um forno Acheson, podem ser coletadas informações referentes às seguintes grandezas elétricas:

- i) Tensão aplicada nos eletrodos (V);
- ii) Corrente que passa pelo eletrodo (kA);
- iii) Potência fornecida pelo eletrodo ao forno (kW);

Valores de resistência não podem ser coletados, mas é possível calculá-los através da equação 4:

$$R = \frac{T^2}{P} \quad [4]$$

onde: T é a tensão aplicada entre os eletrodos (V);

P é a potência fornecida ao forno (kW);

R é a resistência (Ω).

Como as leituras são realizadas em determinados intervalos de tempo, é possível calcular o valor de energia consumida (kWh) com base nos valores de potência (kW). Devido às dificuldades de medição de temperatura no interior dos fornos Acheson, a análise da variação dos valores de potência e resistência durante a operação também se tornam grandes aliados na interpretação do comportamento térmico dos mesmos (BRAGA,2011).

A potência média de uma operação normalmente é calculada dividindo-se o consumo final de energia pelo tempo de funcionamento do forno. Também é comum ser calculado o parâmetro potência média por metro, através da razão entre a potência média e o valor do comprimento da alma. Este parâmetro permite uma melhor análise do valor de potência, eliminando a influência do tamanho da alma. Segundo Moura (2014), nos primórdios de produção de carvão de silício, a potência máxima alcançada durante as operações era em torno de 750 kW. Após algumas décadas, o valor máximo alcançado passou a ser de 2000 kW. Atualmente operam-se fornos com potência entre 3000 kW a 7000 kW. Há relatos de fornos com potências de até 15 MW, e que permanecem em operação por até 7 dias. Isso se deve ao desenvolvimento de novas tecnologias, que permitem perdas térmicas menores e alta eficiência elétrica (MOURA, 2014).

3.4.3 Condições de operação do forno piloto

O forno piloto da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos possui um transformador com capacidade máxima de 1 MVA. O consumo de energia de cada operação é programado no sistema supervisor. O consumo específico de cada operação é calculado através da razão entre o consumo de energia (kWh) e a quantidade de material produzido (kg) em cada operação.

Os valores dos parâmetros elétricos são mantidos dentro dos limites especificados pelos descritivos das operações e das normas de segurança da empresa. Os parâmetros elétricos (potência e resistência) também são controlados pelo sistema supervisor, através do aumento ou diminuição do TAP, que é um dispositivo de controle que permite o ajuste da tensão na saída do transformador. O TAP pode variar entre 1 e 17, sendo que para os TAPs de 1 a 14, a corrente máxima é de 5000A e para os TAPs de 15 a 17 a corrente máxima é de 4500A. A potência média normalmente utilizada nas operações é de 300 kW e, por questões de segurança, a resistência não deve atingir valores menores que 26 mΩ.

O forno fica localizado em um galpão e pode ser construído com blocos (Figura 13) ou sem blocos (Figura 14), sendo a operação com blocos mais comum. O tamanho do forno varia de acordo com o método de montagem. Quando o forno é construído sem blocos, utilizam-se aproximadamente 35 toneladas de material e quando é construído com blocos, utilizam-se em torno de 5 toneladas.

Figura 13: Forno com blocos: vista frontal (a) e vista superior (b).



(a)



(b)

Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 14: Forno sem blocos: vista lateral (a) e vista frontal (b).



(a)



(b)

Fonte: Elaborado pelo autor

Para a montagem do forno utiliza-se uma mistura de coque e areia, feita em um misturador (Figura 15). O coque normalmente se encontra com granulometria menor que 10 mm, enquanto que a areia se apresenta com granulometria menor que 3 mm.

Figura 15: Ilustração do misturador utilizado para fazer a mistura de areia e coque.



Fonte: Arquivo interno da empresa

Na parte inferior do forno existe um par de eletrodos, onde grafite em pó é colocado, com o auxílio de formas e um soquete, em cima desses eletrodos para fazer a conexão do circuito elétrico. Esta parte do forno, como já citado previamente, é denominada alma ou core. As dimensões da alma podem variar dependendo do objetivo da operação. Após a construção da alma, o forno é coberto com mistura. O forno é ligado e então o galpão onde o forno está localizado é isolado.

O forno é desligado automaticamente quando o consumo programado de energia é atingido, podendo também pode ser desligado manualmente, respeitando os parâmetros e

objetivos do descritivo do teste. A duração da operação depende do consumo programado, da qualidade da mistura utilizada e do desempenho do forno.

A desmontagem do forno se inicia após 12 horas do desligamento e ocorre de acordo com a viabilidade de manuseio da mistura devido à alta temperatura. Com o início da desmontagem a mistura começa a ser retirada, sendo que, se houver blocos, os mesmos devem ser afastados antes. Quando o cilindro é descoberto, suas dimensões são medidas e a crosta é removida. Em seguida, a copa é retirada e pesada. Espera-se o resfriamento do grafite e, logo após o mesmo também é retirado. Por último, retira-se o fundo. A retirada do metalúrgico e de parte representativa do cristal, tanto da copa quanto do fundo, é feita de maneira manual. A Figura 16 mostra o cilindro descoberto (a) e o forno após a retirada do mesmo (b).

Figura 16 – a) Cilindro descoberto e b) forno após a retirada do cilindro.



(a)



(b)

Fonte: Elaborado pelo autor

4. METODOLOGIA

Neste capítulo são apresentadas as operações realizadas em forno piloto e os procedimentos experimentais realizados para caracterizar os crudes produzidos no forno piloto da Saint-Gobain Materiais Cerâmicos. As caracterizações foram realizadas na empresa e nos laboratórios do Departamento de Engenharia de Minas, da Universidade Federal de Ouro Preto.

4.1 OPERAÇÕES REALIZADAS

Neste estudo, o consumo de energia das três operações realizadas foi de 2800 kWh, por ser um valor normalmente utilizado em testes padrão da empresa e o tamanho da alma foi de 1,6 m (comprimento) x 0,10 m (largura) x 0,07 m (altura).

Para a primeira operação realizada no forno piloto, denominado “Teste padrão”, foram escolhidos parâmetros de produção normalmente utilizados pela empresa: forno com blocos e potência média de 300 kW, sendo que, para tanto, objetivou-se manter a variação da potência entre 280 kWh e 320 kWh durante a operação. O tamanho do forno foi de 3 m (comprimento) x 1,3m (largura) x 1,6 m (altura).

A segunda operação, denominado “Teste de alta potência”, visou o aumento da potência média para 384 kW. Os valores de potência máxima e mínima durante a operação foram configurados para 364 kW e 404 kW, respectivamente. Esse aumento na potência foi realizado visando aumentar o valor da potência média por metro, que no forno padrão é de 187,5 kW/m, para que a mesma fosse próxima ao valor da potência média por metro dos fornos industriais, que é cerca de 240 kW/metro. Isso significaria um aumento de 20% no valor da potência normalmente utilizada. O tamanho do forno foi o mesmo do forno da operação padrão.

Na terceira operação, denominado “Teste sem blocos”, variou-se o método de montagem e montou-se um forno sem blocos, no intuito de verificar os impactos dessa mudança no tipo de material produzido. A potência escolhida foi a padrão, 300 kWh, e o tamanho do forno foi 6,9 m (comprimento) x 4 m (largura) x 2,2 m (altura).

As amostras de crude produzidas nas das três operações (Figura 17) foram britadas no britador de mandíbulas e peneiradas em 3 mm. O produto peneirado (< 3mm) foi homogeneizado no misturador em Y e quarteadado com o auxílio de uma lona. Em seguida, amostras representativas foram separadas para análise química, mineralógica, térmica e física, que determinou a densidade, % de material ferromagnético (ppm) e a friabilidade dos materiais.

Figura 17 – Crude produzido em uma das operações



Fonte: Elaborado pelo autor

4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS PRODUZIDOS

4.2.1 Análise química

Os métodos utilizados para realizar as análises químicas do crude produzido em cada uma das três operações realizadas no forno piloto estão mostrados na Tabela 4. As análises foram feitas no intuito de identificar porcentagem de SiC, carbono livre, sílcio livre, SiO₂ livre e óxidos metálicos. As análises foram realizadas no Laboratório Químico e Físico da Saint-Gobain.

Tabela 4 – Métodos de análise química

Elemento químico	Método de análise
Carbono livre	Perda por ignição a 800°C, durante 30 minutos.
Si livre	Calculado estequiometricamente pelo volume de H gerado frente a reação do metal com a base forte NaOH 25%.
SiO ₂	Perda ao ataque ácido: a amostra é submetida a um banho de ácido fluorídrico o qual ataca seletivamente a sílica livre do material.
Elementos químicos	Via fluorescência de raios-X, em equipamento da marca Panalytical PW2424, em curva quantitativa composta por padrões de carbeto de sílcio, encontra-se o resultado elementos químicos contidos na amostra.

Fonte: CARLOS, 2016

O teor de SiC foi calculado através da subtração das impurezas encontradas nas amostras.

Todos os ensaios foram realizados de acordo com as normas ISO 21068 e ISO 12677.

4.2.2 Análise mineralógica

Amostras dos materiais produzidos nas três operações foram submetidas à difratometria de raios-X (DRX), através do método do pó total, a fim de identificar a composição mineralógica de cada uma. Utilizou-se o difratômetro de raios-X de modelo X'pert3 powder da PANalytical, equipado com tubo de cobre (radiação Cu-K α), pertencente ao Laboratório de Microscopia Ótica e Difração de Raio X do DEMIN/UFOP, na condição de varredura em arranjo 2 θ (5° a 90°). As condições de operação do equipamento foram: corrente de 40mA, potência de 45kW e tempo de coleta do difratograma de 15 minutos. A coleta dos dados foi efetuada pelo software Data Collector. A interpretação dos difratogramas obtidos foi através do High Score Plus, que utiliza o banco de dados PDF-2.

4.2.3 Análise térmica

A análise termogravimétrica (TGA) visa medir a variação da massa de um material em função da temperatura em ambiente controlado. Identifica assim, o perfil de degradação de materiais e a estabilidade térmica dos mesmos. Para tal análise foi utilizada uma termobalança, modelo Q50 da *TA Instruments* do Laboratório de Espectroscopia no Infravermelho e Análise Termogravimétrica do DEMIN/UFOP. O intervalo de temperatura foi de 25 a 1000°C, taxa de aquecimento de 10°C/min, isoterma de 5 minutos a 1000°C e com fluxo de nitrogênio de 100mL/min. A coleta dos dados foi efetuada pelo software *TA Instruments Explorer* e o tratamento de dados foi efetuado pelo software *TA Universal Analysis 2000*.

4.2.4 Análise física

No intuito de caracterizar fisicamente os três materiais foram realizadas análises de densidade, presença de materiais ferromagnéticos e friabilidade. Para a análise da densidade dos materiais foram feitas densidade solta (norma FEPA) e densidade por picnometria. A friabilidade foi analisada através de um método interno utilizado pela empresa e através do cálculo do work index dos materiais.

4.2.4.1 Densidade

Densidade Solta

Os equipamentos mostrados na Figura 18 foram utilizados para a análise de densidade solta, que segue a norma FEPA. Este método consiste em encher o cilindro de volume padrão conhecido com o material a ser ensaiado, em seguida, a massa obtida ao se preencher todo o volume do cilindro é pesada e o valor encontrado é dividido pelo volume do cilindro. Conforme a fórmula geral de densidade, a densidade do material pode ser calculada dividindo-se o volume pela massa.

Figura 18 – Aparato utilizado na análise de densidade solta.



Fonte: CARLOS, 2016

Picnometria

Esse método consiste na determinação da densidade real de materiais sólidos por meio da medição da massa e do volume do sólido em um balão volumétrico de fundo chato, denominado picnômetro (Figura 19), utilizando água. As etapas do procedimento são: pesar o picnômetro vazio (A1), pesar o picnômetro com amostra (A2), pesar o picnômetro com amostra e água (A3) e pesar o picnômetro apenas com água (A4). Em seguida, a equação 5 é utilizada para o cálculo da densidade aparente:

$$d = \frac{A2-A1}{(A4+A2)-(A1+A3)} \quad [5]$$

Figura 19 – Picnômetro



Os testes de picnometria foram realizados, em duplicata, no Laboratório de Tratamento de Minérios da UFOP/DEMIN.

4.2.4.2 Grão magnético

A presença de materiais ferromagnéticos nas amostras foi medida no equipamento Magnetic Analyser pertencente à Saint-Gobain, mostrado na Figura 20. O equipamento utiliza duas bobinas combinadas, uma como referência e outra que recebe o material a ser analisado. As bobinas são energizadas com uma fonte AC de 683 Hz para rejeitar frequências de linha de 50 ou 60 Hz. Qualquer desequilíbrio na ressonância entre as duas bobinas, resultante da presença de material ferromagnético na amostra, produzirá um sinal de força proporcional à quantidade de tal material. A operação é simples e direta: primeiramente, a amostra do material a ser analisada foi pesada e ajustada a máquina, onde o valor da massa dessa amostra deve ser informado. Após a detecção um sinal é exibido digitalmente como porcentagem de conteúdo magnético, em ppm.

Figura 20 – Equipamento utilizado na análise de material ferromagnético.



Fonte: CARLOS, 2016

4.2.4.3 Friabilidade

O teste de friabilidade realizado pela empresa não é normatizado. Neste teste, o crude produzido no forno piloto, depois de britado no britador de mandíbulas, é peneirado e separado em faixas. Para o teste de friabilidade, utiliza-se 100 g da faixa que se encontra entre 1,70 mm e 1,40 mm. Nesta análise, o material é cominuído no moinho de bolas piloto, contendo 1,5 kg de esferas de 19,05 mm. O moinho opera na velocidade de 163 rpm, durante 5 minutos. Em seguida, é realizado um peneiramento do produto da moagem e a porcentagem passante na peneira de 1,18 mm é a que corresponde ao valor da friabilidade da amostra.

4.2.4.4 Work Index

O WI (Work Index) corresponde à resistência de determinado material à moagem. Esse valor é uma característica do minério e é utilizado para o dimensionamento de plantas industriais de moagem, pois, permite calcular a energia elétrica (kWh/t) necessária para moer o minério a uma determinada granulometria (Herbst *et al.*, 2003).

O WI é calculado através da equação (6).

$$WI = \frac{44,5 \times 1,1}{Am^{0,23} \times Mob^{0,82} \times \left(\frac{10}{\sqrt{P}} + \frac{10}{\sqrt{F}}\right)} \quad [6]$$

onde:

Am - abertura da malha de classificação (malha teste) do ensaio (μm);

P - abertura da peneira, em micrômetros (μm), através da qual passam 80% da massa do produto;

F - abertura da peneira, em micrômetros (μm), através da qual passam 80% da massa da alimentação.

Mob - média dos três últimos valores do índice de moabilidade no estado de equilíbrio,

1,1 - fator de conversão de tonelada curta para tonelada métrica.

A lei de Bond estabelece que a energia necessária para fragmentar uma massa unitária de um minério homogêneo é inversamente proporcional à raiz quadrada do diâmetro das partículas (Barrat e Sherman, 2002). A equação (7) abaixo é a expressão matemática dessa lei:

$$E = 10WI \left(\frac{1}{\sqrt{P}} - \frac{1}{\sqrt{F}} \right) \quad [7]$$

Sendo E a energia, em kWh, necessária para moer uma tonelada curta do minério.

Os ensaios para determinar o WI dos três materiais produzidos no forno piloto foram realizados em duplicata, no Laboratório de Tratamento de Minérios do DEMIN/UFOP e foram conduzidos

de acordo com a norma ABNT NBR 11376. Foi utilizado o moinho de Bond (Figura 22), que possui diâmetro e comprimento iguais a 12 polegadas e que opera com 70 rpm. A sua carga moedora consiste de 285 esferas de aço de diferentes diâmetros, totalizando 20,125 kg e massa específica de 7,83 g/cm³. A Tabela 5 abaixo apresenta a distribuição das esferas da carga moedora.

Tabela 5 – Distribuição das esferas da carga moedora.

Número de esferas	Diâmetro (mm)
43	36,5
67	30,2
10	25,4
71	19,1
94	15,9

Fonte: ABNT NBR 11376, 1990

Figura 21 – Moinho de Bond.



A moagem foi conduzida a seco, em circuito fechado, com a carga circulante de 250% quando a operação atinge o seu estado de equilíbrio. A Figura 23 mostra a pilha cônica que foi feita no intuito de garantir adequada homogeneização dos materiais ensaiados.

Figura 22 – Pilha cônica.



5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados das operações que ocorreram no forno piloto e a caracterização dos materiais produzidos.

5.1 OPERAÇÕES NO FORNO PILOTO

A Tabela 6 apresenta os valores de potência, duração, produção e consumo específico de energia das operações que foram realizadas no forno piloto.

Tabela 6 – Resultados das operações

Operação	Potência média (kW)	Potência por metro (kW/m)	Tempo (h)	Quantidade de crude produzido (kg)	Consumo específico (kWh/kg)
Teste padrão	336,5	210,31	8,32	322	8,7
Teste de alta potência	342,3	213,93	8,18	310	9,0
Teste sem blocos	313,9	196,18	8,92	307	9,1

Os valores de potência média nos testes padrão e de alta potência apresentaram-se mais altos que o desejado: o valor de potência média por metro obtido no teste padrão, que deveria ser aproximadamente 187,5 kW/m, foi de 210,3 kW/m. No teste de alta potência, o valor de potência por metro deveria ser aproximadamente 240 kW/m, porém o valor obtido foi de 213,9 kW/m. Isso provavelmente ocorreu pois, no início da operação a potência aumenta de maneira muito variável e ao final, depois que o TAP 1 é alcançado, não se pode mais controlar a mesma. Uma análise mais aprofundada da variação da potência será feita adiante.

Segundo Moura (2014) o tempo de uma operação varia de acordo com o tamanho do forno e a potência fornecida. Isso explica as diferenças entre as durações dos três testes. A operação de maior duração foi a do teste sem blocos e a de menor duração foi a do teste de alta potência.

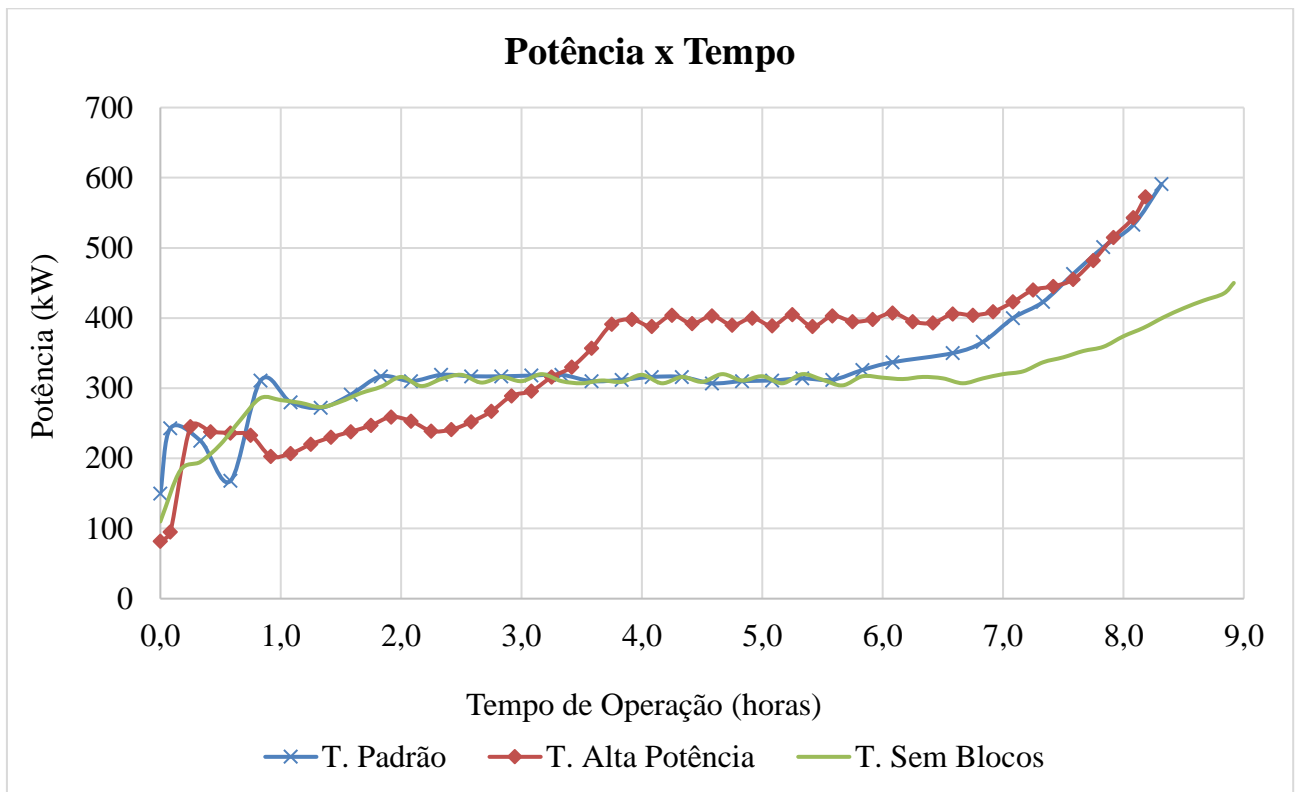
O teste padrão foi o que apresentou maior quantidade de material produzido e também menor consumo específico de energia, sendo, portanto, o teste que apresentou o melhor

resultado entre os três. O teste sem blocos foi o que apresentou o resultado menos promissor.

5.1.1 Potência

A variação da potência nas três operações pode ser observada na Figura 24.

Figura 23 – Variação da potência em função do tempo.



A análise apenas dos valores de potência média e potência média por metro, realizada anteriormente, não é suficiente para se fazer conclusões confiáveis sobre o desempenho dos testes. É importante avaliar, paralelamente, o comportamento da potência durante a operação. Analisando a Figura 24, observa-se que nas 3 primeiras horas a operação de alta potência apresentou valores bastante variáveis e menores que os das outras duas operações. Porém, após 3 horas e meia, o valor de potência estabilizou-se e foi mantido em torno de 400 kW, enquanto que os valores dos outros dois testes ficaram em torno de 320 kW, permanecendo assim até completar aproximadamente 7 horas de operação, quando o TAP 1 foi alcançado. Assim sendo, pode-se afirmar que o teste de alta potência realmente apresentou maiores valores de potência quando comparado com os outros testes.

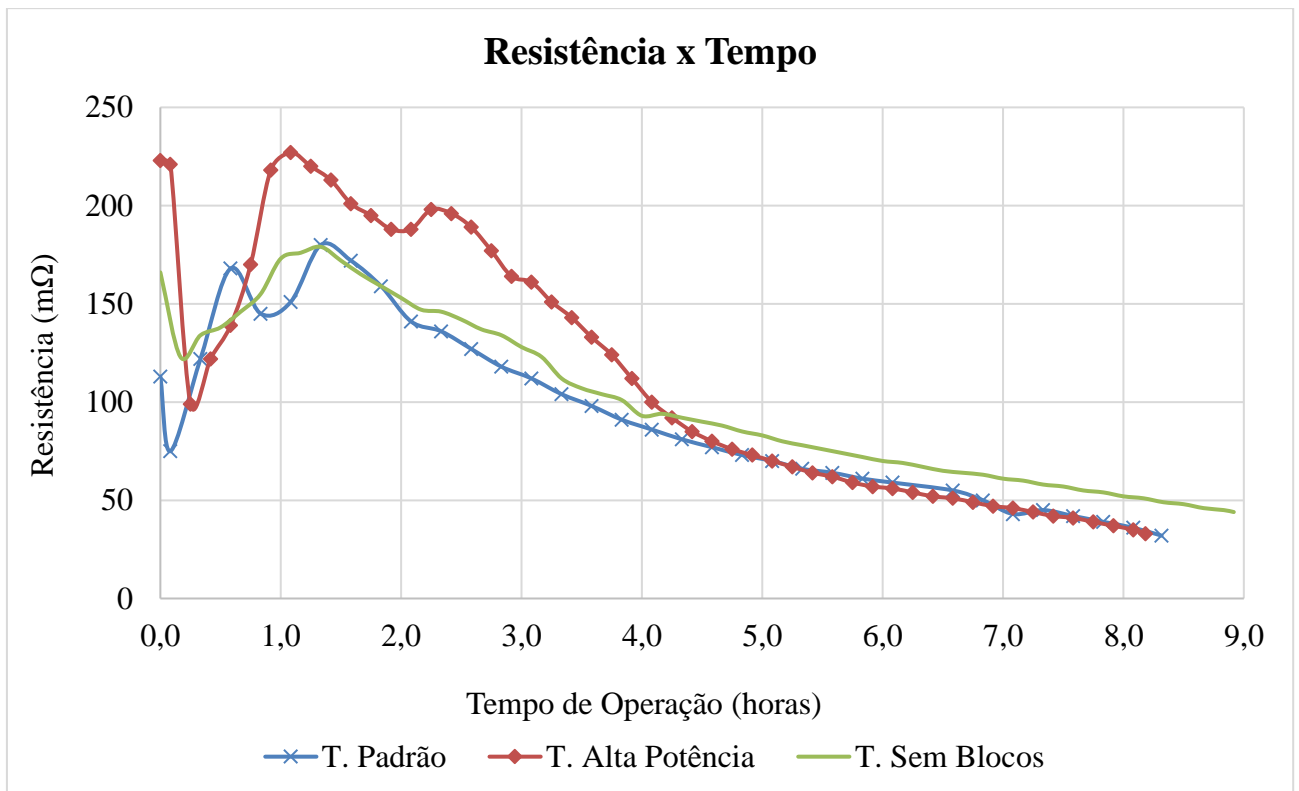
O teste sem blocos apresentou valores de potência próximos aos do teste padrão, uma

vez que os dois foram configurados para apresentar a mesma potência média (300kW). Vale ressaltar que a operação padrão e a sem blocos começam a se estabilizar quando a operação atinge cerca de 2 horas de duração e permanecem assim por quase 3,5 h, enquanto que o teste de alta potência se estabiliza com cerca de 4 horas de operação e permanece assim por aproximadamente 3 horas de operação.

5.1.2 Resistência

A figura 25 apresenta a variação da resistência nas três operações.

Figura 24 – Variação da resistência em função do tempo.



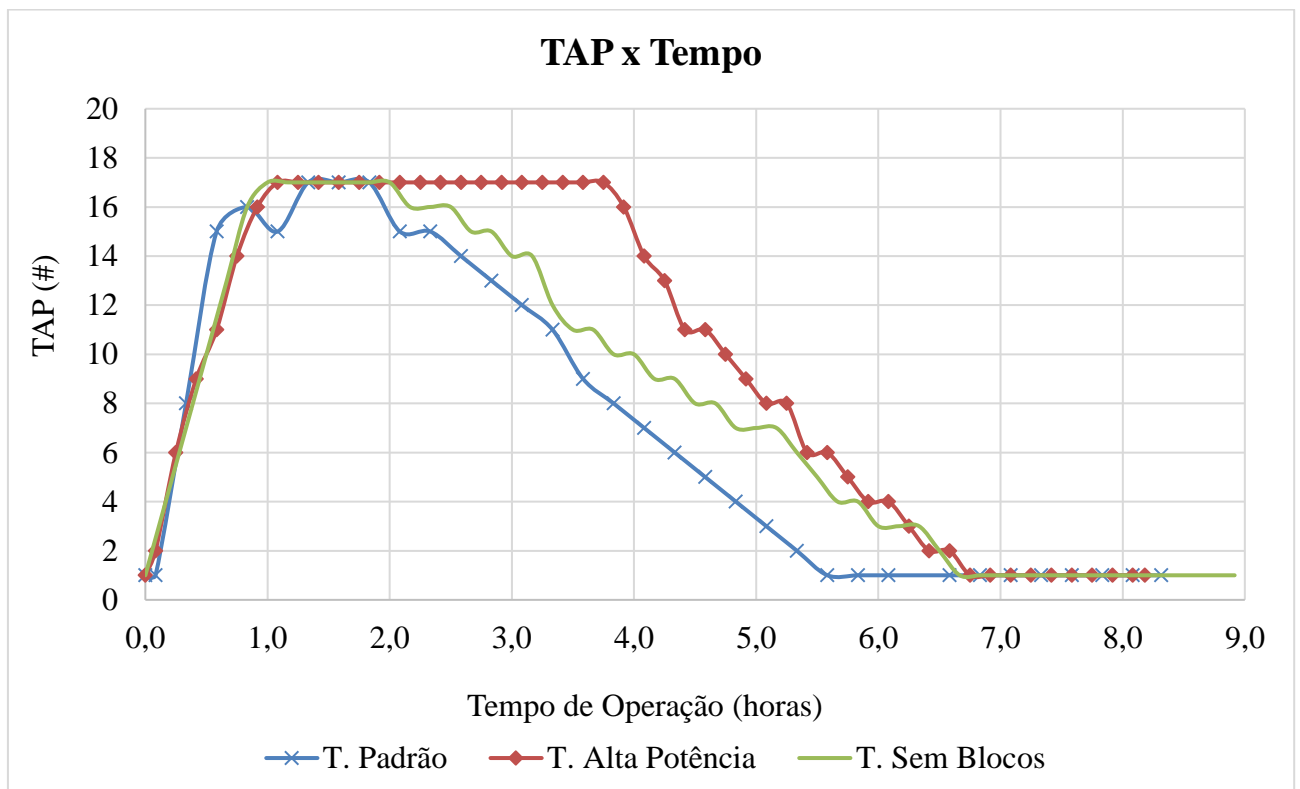
Os fornos Acheson são aquecidos por resistência elétrica para produção de SiC. A produtividade desse processo é, por conseguinte, diretamente dependente, entre outros fatores, da taxa de entrada de potência (WEIMER, 1997). Nesses fornos aplica-se então uma elevada voltagem no intuito de se obter o maior valor de potência de entrada possível, fornecendo assim, inicialmente, alta resistência ao núcleo de grafite. Com o passar do tempo, o núcleo de grafite é aquecido e a resistência diminui. Quando a reação de formação de SiC se inicia ocorre um aumento na resistência. Com o início da formação dos cristais de SiC, a resistência volta a

diminuir e mantém-se nesse ritmo até o fim da operação. Esse comportamento pode ser observado nas três curvas acima, sendo o teste sem blocos o mais representativo (SILVA, 2009).

5.1.3 TAP

O controle do TAP durante as três operações pode ser observado na figura 26.

Figura 25 – Variação do TAP em função do tempo.



Durante a operação no forno piloto o TAP é aumentado a cada 5 minutos até que a potência média desejada seja alcançada ou até o TAP 17 ser atingido. Após a potência média desejada ser alcançada, o TAP é controlado de maneira que a potência máxima não seja ultrapassada e que a potência mínima não seja alcançada. A operação segue esse ritmo até que o TAP 1 seja alcançado novamente e não seja mais possível controlar a potência.

Observa-se que o TAP da operação padrão e da operação sem blocos começa a decrescer de maneira constante quando a operação atinge cerca de 2 horas de duração e permanece assim por quase 3,5 h. Na operação de alta potência o TAP inicia essa tendência quando a operação atinge cerca de 4 horas de operação, permanecendo assim durante aproximadamente 3 horas. As mesmas tendências foram observadas na Figura 23, na análise da variação da potência.

Além disso, observa-se que o teste de alta potência foi o que permaneceu por mais tempo no TAP máximo, cerca de 2 horas e meia, indicando uma operação mais estável que as outras duas, em relação à tensão.

5.2 CARACTERIZAÇÕES DOS CRUDES PRODUZIDOS

5.2.1 Análise química

Os resultados da análise química dos crudes produzidos nas três operações estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 – Resultados das análises químicas.

Material	SiC (%)	Carbono livre (%)	Silício livre (%)	SiO₂ (%)	Fe (%)	Al (%)	Ca (%)	Mg (%)	Ti (%)
Teste padrão	98,125	0,345	0,625	0,678	0,066	0,032	0,004	0,012	0,029
Teste de alta potência	97,954	0,432	0,754	0,525	0,056	0,018	0,006	0,092	0,037
Teste sem blocos	95,653	0,835	0,356	2,833	0,046	0,022	0,005	0,095	0,032

O teste padrão foi o que apresentou a maior porcentagem de SiC, 98,125%, e o teste sem blocos a menor, 95,653%.

A porcentagem de carbono livre na amostra do teste sem blocos foi 41,37% maior que a do teste padrão e a de silício livre foi 56,91%, menor. Com relação à quantidade de sílica, essa amostra também apresentou uma considerável porcentagem, quando comparada com os resultados das amostras dos outros dois testes: 23,92% a mais que a amostra do teste padrão e 18,52% a mais que a amostra do teste de alta potência. As contaminações exógenas podem ter levado a esses resultados. Grafite e material metalúrgico podem ter entrado em contato com as amostras em questão no momento da retirada dos cristais do forno.

A quantidade de magnésio encontrada na amostra do teste padrão foi cerca de 7 vezes menor do que nas amostras da operação de alta potência e sem blocos.

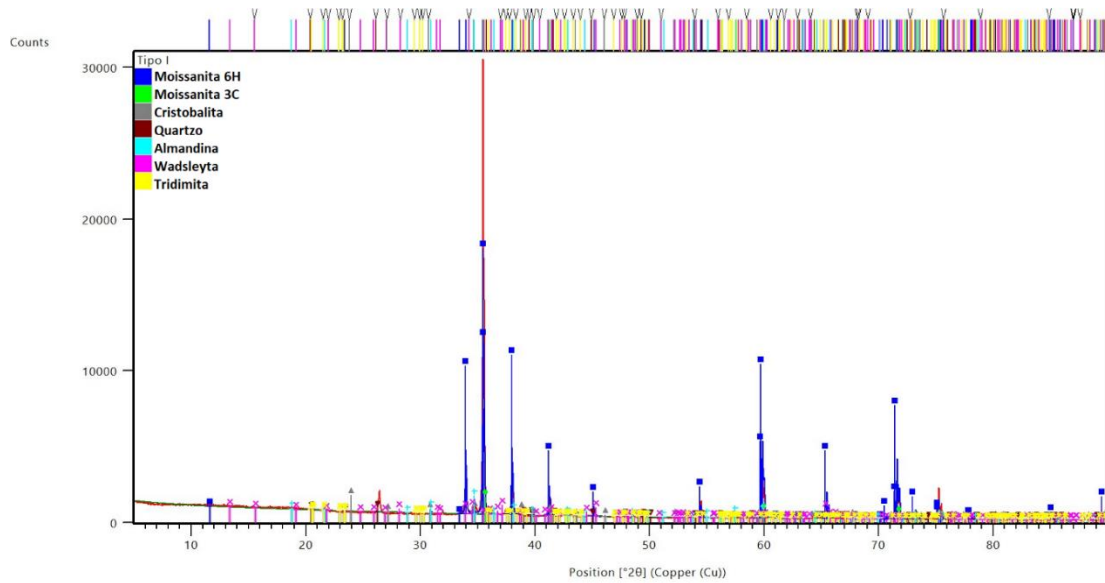
A porcentagem dos outros elementos químicos analisados não variou consideravelmente entre as três amostras.

5.2.2 Análise mineralógica

Os difratogramas das amostras de crudes estão apresentados nas Figuras 27, 28 e 29.

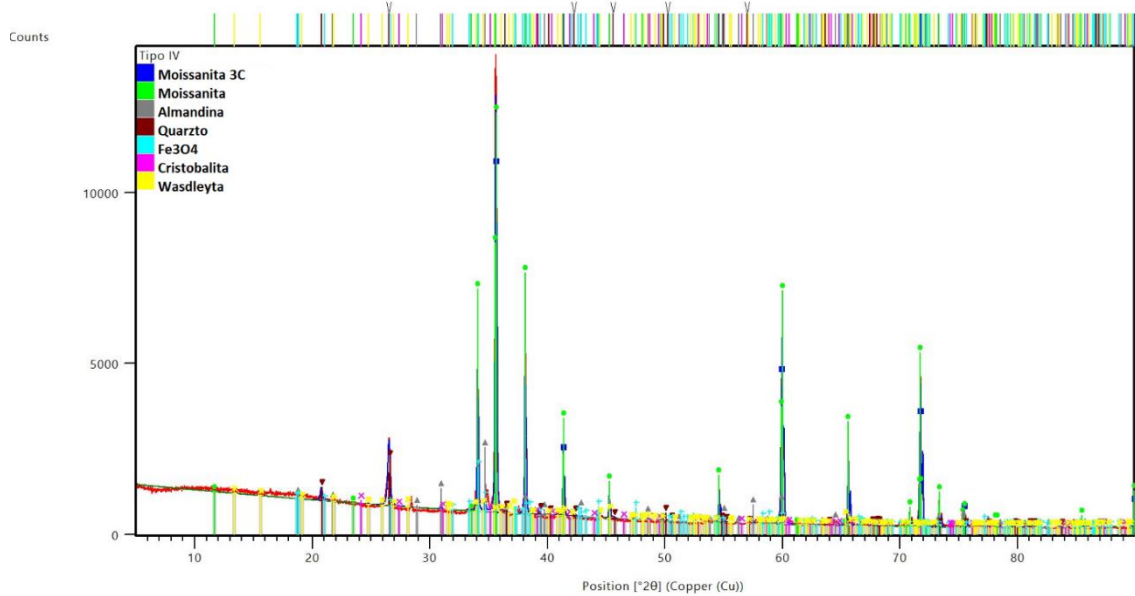
Teste padrão

Figura 26 – Difratograma de raios-X da amostra do teste padrão.



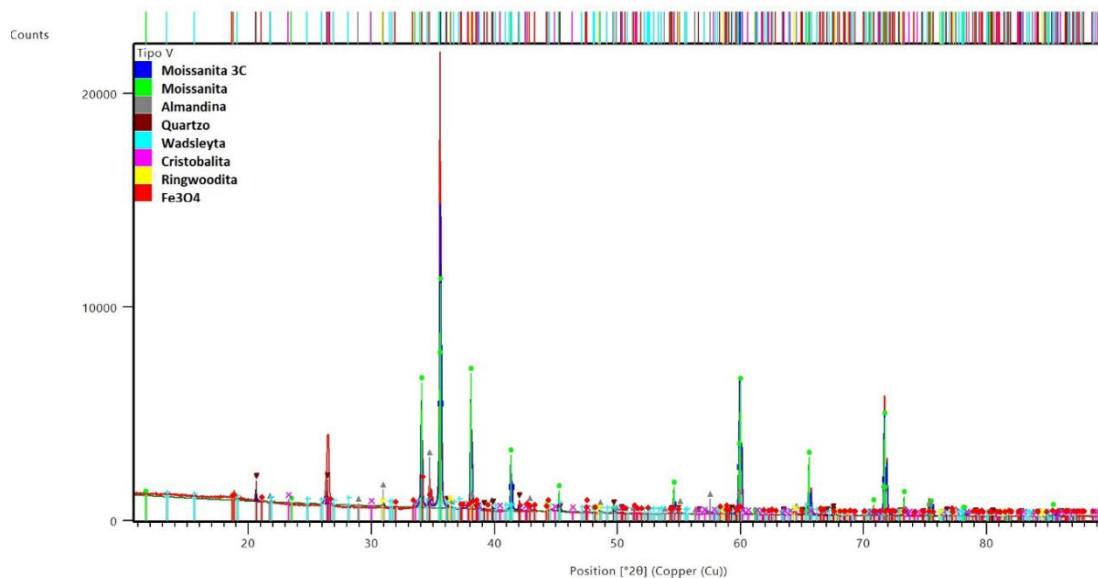
Teste de alta potência

Figura 27 – Difratograma de raios-X da amostra do teste de alta potência.



Teste sem blocos

Figura 28 – Difratoograma de raios-X da amostra do teste sem blocos.



A análise mineralógica das amostras de SiC mostra uma grande semelhança entre os difratogramas gerados, estando presentes os principais politipos do SiC (moissanita 6H e 3C), além de almandina ($\text{Fe}_3\text{Al}_2(\text{Si}_3\text{O}_{12})$), wadsleyta (Mg_2SiO_4) quartzo (SiO_2) e o seu polimorfo, a cristobalita (SiO_2). Nota-se que o mineral ringwoodita (Mg_2SiO_4) foi identificado apenas na amostra do teste sem blocos. A ringwoodita é constituída por silicato de magnésio, pertence à classe dos nesosilicatos e ao grupo da olivina. É formada a partir da olivina, sob altas pressões e é trimorfa com a forsterita e a wadsleyita, os três conhecidos pela presença em meteoritos (BINNS et al., 1969). A presença da ringwoodita no forno sem blocos indica que a mudança no tipo de montagem do forno promoveu a formação de um novo mineral.

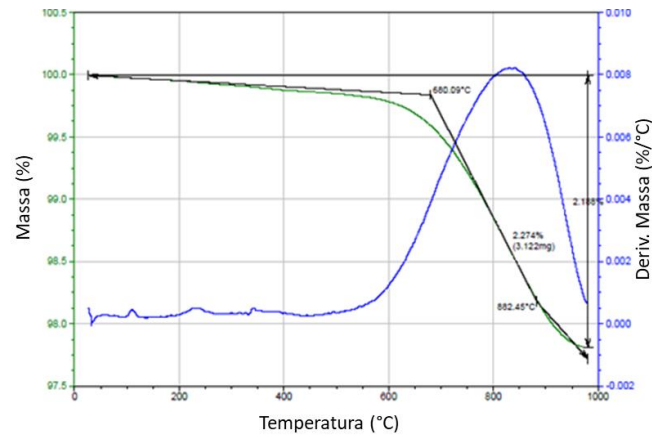
As três amostras apresentaram moissanita 3C, sendo que na amostra do teste padrão também foi identificada moissanita 6H. De acordo com Lindstad (2002), moissanita 6H é o politipo mais comum, puro e estável de α -SiC e pode ser encontrado em crudes que se formaram a altas temperaturas e/ou em crudes onde o SiC se formou a partir de fases gasosas em temperaturas menores que 1600°C . Em temperaturas abaixo de 2000°C , a moissanita 3C, usualmente também chamada de β -SiC é o politipo dominante. A transformação β - para α -SiC pode ocorrer e é considerada irreversível.

5.2.3 Análise térmica

Os termogramas das amostras de crudes estão apresentados nas Figuras 30, 31 e 32.

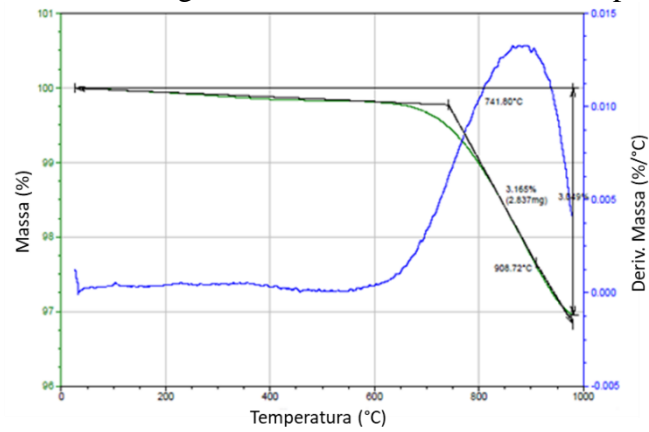
Teste padrão

Figura 29 – Termograma da amostra do teste padrão.



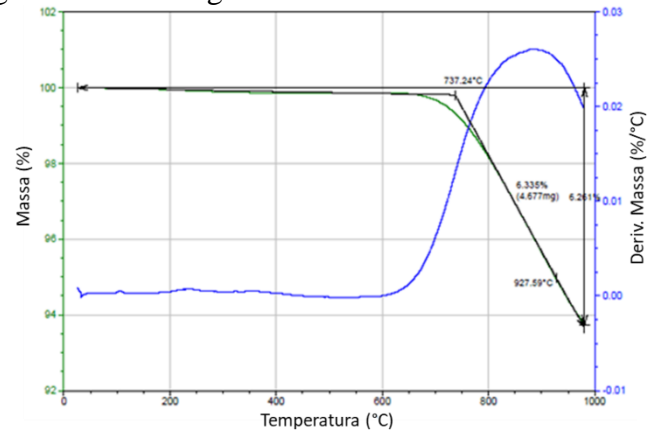
Teste de alta potência

Figura 30 – Termograma da amostra do teste de alta potência.



Teste sem blocos

Figura 31 – Termograma da amostra do teste sem blocos.



Os resultados dos termogramas estão compilados na Tabela 8.

Tabela – 8: Resultados dos termogramas

Operação	TGA	
	Temperatura inicial de decomposição (°C)	Perda de Massa (%)
Teste padrão	680,09	2,18
Teste de alta potência	741,80	3,05
Teste sem blocos	737, 24	6,26

Com base nos termogramas apresentados observa-se que as três amostras apresentam picos em regiões similares. A temperatura em que a decomposição se inicia na amostra do teste de alta potência e na amostra do teste sem blocos foi próxima, aproximadamente 740 °C, enquanto que a da amostra do teste padrão foi 680 °C. Considerando a perda de massa que ocorreu nas três amostras, observa-se que a amostra do teste sem blocos foi a que apresentou o maior valor, 6,26%. Isso pode ser devido à contaminação da amostra, que pode ter ocorrido durante seu preparo. Além disso, a magnetita se decompõe a 800 °C e foi identificada apenas no teste de alta potência. Isso pode ter contribuído para que o valor de perda de massa dessa amostra se apresentasse maior que o do teste padrão.

5.2.4 Análise física

A Tabela 9 apresenta os resultados das análises físicas.

Tabela 9 – Resultados das análises físicas

Operação	Densidade		Grão Magnético (PPM)	Friabilidade	
	Densidade Solta (densidade aparente) (kg/m ³)	Picnometria – (densidade real) (kg/m ³)		% < 1,18 mm	WI (kWh/t)
Teste padrão	1,24	2,75	0,054	94	18,46
Teste de alta potência	1,35	2,83	0,035	90	18,57
Teste sem blocos	1,27	2,81	0,034	90	26,51

Tanto a picnometria, como a densidade solta indicam valores de densidade relativa das amostras e ambos os testes indicaram que o material mais denso é o da operação de alta potência. A densidade real ou relativa considera apenas o volume do conjunto de grãos que compõe a amostra, sem considerar o espaço vazio existente entre os mesmos (SAMPAIO e SILVA, 2010). Apesar disso, a água utilizada no ensaio de picnometria acaba preenchendo parte

desses espaços, fazendo com que o valor do volume medido seja menor do que o volume medido na densidade solta, que considera o volume do conjunto como um todo. Isso explica porque os valores das densidades solta se apresentaram menores que os valores das densidades calculadas por picnometria.

Com base nos resultados de densidade é possível calcular valores de porosidade das amostras subtraindo a densidade real (obtida por picnometria) da densidade aparente (obtida no ensaio de densidade solta) e dividindo o valor encontrado pelo valor da densidade real. Com isso temos os seguintes resultados:

Amostra teste padrão - 54,91%

Amostra teste de alta potência – 52,30%

Amostra teste sem blocos – 54,80%

O material com maior quantidade de grão magnético foi o material do forno padrão (0,054PPM). Esse resultado condiz com os resultados da análise química, que indicou que o material do forno padrão é o que possui maior quantidade de ferro em sua composição.

Os resultados de friabilidade do teste interno da empresa não apresentaram diferenças consideráveis entre si, sendo que de acordo com essa análise os três materiais foram considerados friáveis. No entanto, ao analisar os valores do WI de cada material, observa-se que o material do forno sem blocos é consideravelmente menos friável que os materiais dos outros dois testes.

6. CONCLUSÕES

A potência e o tipo de montagem do forno foram os parâmetros de produção selecionados para serem avaliados neste estudo. Os motivos que levaram à escolha desses parâmetros foram: (i) o interesse em operar o forno de modo que o valor da potência média por metro da operação fosse similar ao dos fornos industriais; (ii) a possibilidade de analisar a influência do aumento de potência e do tipo de montagem do forno nas propriedades dos materiais produzidos.

O teste de alta potência, apesar de ter apresentado o valor final de potência média por metro próximo ao do teste padrão, apresentou, durante 42% do tempo de operação, um valor de potência médio de 400 kW, que é aproximadamente 20% maior que o valor apresentado pelo teste padrão no mesmo período e que é também o acréscimo almejado durante a programação do teste.

O teste que apresentou melhores resultados: maior produção de material, maior porcentagem de SiC e menor consumo específico de energia, foi o teste padrão. O teste sem blocos foi o que apresentou menor produção, menor porcentagem de SiC e maior consumo específico.

Os crudes das três operações apresentaram moissanita, almandina, wadsleyta, quartzo e cristobalita em sua composição mineralógica. No difratograma do teste padrão foi identificado a presença de moissanita 6H, que normalmente é mais estável e é encontrada em crudes mais puros. A ringwoodita, mineral que é formado em altas pressões, foi encontrada apenas na amostra do teste sem blocos. Isso indica que o tipo de montagem do forno influenciou na composição dos materiais produzidos.

Com base nos termogramas, pode-se observar que as três amostras apresentaram picos em regiões similares, apesar de terem apresentado valores diferentes em relação à perda de massa.

Com relação à análise física, ambas as densidades, solta e picnometria, indicaram que o material mais denso foi o do teste de alta potência e o menos denso, o do teste padrão. Apesar da variação entre os valores ser singela, pode-se concluir que o aumento da potência contribuiu para o aumento da densidade do crude produzido. Além disso, o teste de alta potência foi o que apresentou maior valor porosidade (52,30%), sendo que as amostras dos testes padrão e sem blocos apresentaram valores aproximados.

O material com maior quantidade de grão magnético foi o material do forno padrão

(0,054PPM), resultado condizente com a análise química.

Analisando-se os valores de friabilidade no teste interno da empresa, não foi possível observar uma variação considerável entre as três amostras. Porém, os valores de work index indicaram que o material do forno sem blocos é consideravelmente menos friável que os materiais dos outros dois testes. Conclui-se, portanto, que análises normatizadas podem fornecer informações mais acuradas.

Com isso, pode-se dizer que o estudo forneceu informações importantes que auxiliam o processo de definição dos parâmetros de produção de carvão de silício, dependendo do material que se deseja produzir, e ainda contribuiu para gerar mais informações sobre o SiC, que é um objeto de estudo não muito explorado na literatura.

7. SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Em função das limitações no número de operações e análises, recomenda-se a repetição e execução de mais testes, uma vez que os conhecimentos obtidos através do desenvolvimento deste estudo podem ser ampliados através de uma análise estatística dos resultados. Como sugestão de pesquisa futura a autora propõe a realização de uma operação sem blocos, configurada para operar com alta potência no intuito de verificar-se, principalmente, a porcentagem de SiC, produção, consumo específico de energia, densidade e friabilidade do material produzido.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 11376. **Moinho de bolas - Determinação do índice de trabalho.** Rio de Janeiro, 1990. 4 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 21068. **Análise química de matérias-primas e produtos refratários contendo carbetos de silício.** Rio de Janeiro, 2016. 52 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR ISO 12677. **Análise química de produtos refratários por fluorescência de raios X (XRF) — Método do corpo de prova fundido.** Rio de Janeiro, 2014. 84 p.

ABEL, J. L. **Obtenção do Carboneto de Silício pela redução carbotérmica da sílica.** São Paulo, 2009. 63p. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo. Disponível em: <<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/85/85134/tde-16112009-133532/en.php>>. Acesso em: 04 de outubro de 2018.

BARRAT, D. e SHERMAN, M. **Factors which influence the selection of comminution circuit.** In: Mular, A. L.; Halbe, D. N. e Barratt, D. J. (Ed.). Mineral processing plant design, practice and control. vol.1. SME, 2002, p.539-565.

BINNS, R.A., DAVIS, R.J., y REED, S.J.B. **Ringwoodite, natural (Mg,Fe)₂SiO₄ spinel in the Tenham meteorite.** Nature, 1969.

BRAGA, S. L. da S. **Análise do comportamento térmico do Forno Acheson e da sua camada de mistura isolante.** São João Del Rei, 2011. 94p. Trabalho de Pós-Graduação. Universidade Federal de São João Del Rei. Disponível em: <http://www.ufsj.edu.br/portal2repositorio/File/mestradoenergia/Dissertacoes/2009/Sidney_Braga.pdf>. Acesso em: 20 de outubro de 2018.

CARLOS, H. A. **Influência do processo de moagem do carbetos de silício na tenificação de materiais cerâmicos a base de argila.** Belo Horizonte, 2016. 58 p. Trabalho Final de Curso. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Disponível em

<http://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCC_2%C2%B0_2016-Helen-Arantes-Carlos-vers%C3%A3o-final.pdf>. Acesso em 23 de novembro de 2018.

CHIMELLI, C. P. **Processamento, caracterização e propriedades do carbetto de silício (SiC) obtido por sinterização de fase líquida.** Rio de Janeiro, 2010. 64 p. Tese de Doutorado. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Disponível em <<http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10003420.pdf>>. Acesso em 28 de novembro de 2018.

GUICHELAR, P.J. Acheson Process. **Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing.** 1. ed. Michigan: Chapman & Hall, 1997.

HERBST, J. A.; LO, Y. C. e FLINTOFF, B. **Size liberation.** In: Fuerstenau, M. C. E Han, K. N. (Ed.). Principles of mineral processing. SME, 2003, p.61-118.

IZHEVSKYI, V. A.; Genova L.A; Bressiani J.C.; Bressiani A. H. A. **Review article: silicon carbide. Structure, properties and processing.** Cerâmica, São Paulo, v. 46, n. 297, p. 4-13, Mar. 2000. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132000000100002&lng=en&nrm=iso>. Acesso em 30 set. 2018. <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132000000100002>.

LINDSTAD, L.H. **Recrystallization of Silicon Carbide.** Department of Materials Technology and Electrochemistry. Norwegian University of Science and Technology, 2002.

LIMA, T. **Estudo da utilização de briquetes de matéria prima na produção de carbureto de silício.** Ouro Preto, 2011. 109p. Tese de Mestrado. Universidade Federal de Ouro Preto. Disponível em: <<http://200.239.128.16/handle/123456789/2836>>. Acesso em: 29 de setembro de 2018.

LIMA, T. C. F.; TENÓRIO, J.A.S. **Utilização de matéria-prima aglomerada na produção de carbureto de silício em escala-piloto.** Revista da Escola de Minas, Ouro Preto, 64(3), 341-345, 2011.

LUCHE, J. R. D. **Modelos e algoritmos para a otimização do planejamento da produção**

de grãos eletrofundidos. São Carlos, 2011. 148 p. Tese de Pós Graduação. Universidade Federal de São Carlos. Disponível em <<https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/3396/4224.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acesso em 15 de novembro de 2018.

MEDEIROS, N. M. N. **Obtenção de carbetos de silício através da redução carbotérmica de sílica via irradiação de micro-ondas.** Florianópolis, 2016. 38 p. Trabalho Final de Curso. Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em <<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/167255/TCC%20%20-NAT%C3%81LIA%20MARIA%20NUNES.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acesso em 22 de novembro de 2018.

MEHRWALD, K. H. **History and economic aspects of industrial SiC manufacture.** Ceramic forum international, 1992.

MORAIS, T. L. M. **Inteligência competitiva aplicada a tecnologias do carbetos de silício para o setor de abrasivos.** São Carlos, 2005. 184 p. Dissertação (Pós-Graduação). Universidade Federal de São Carlos. Disponível em <<https://repositorio.ufscar.br/bitstream/handle/ufscar/945/DissTLMM.pdf?sequence=1&isAllowed=y>>. Acesso em 17 de novembro de 2018.

MOURA, G de C. **Análise técnica e econômica da recuperação de gases para geração de energia elétrica em fornos Acheson.** São João del Rei, 2014. 90 p. Trabalho de Pós-Graduação. Universidade de São João del Rei. Disponível em: <<http://www.ufsj.edu.br/portal2repositorio/File/mestradoenergia/Dissertacoes/2010/Dissertacao%20Gustavo%20de%20Carvalho%20Moura.pdf>>. Acesso em: 14 de outubro de 2018.

NASSAU, K. **Synthetic Moissanite: a new man-made jewel.** Current Science, v. 79, n. 11, Dec. 2000.

SAMPAIO, J. A.; DA SILVA, F. A. N. G. **Determinação das densidades de sólidos e de polpa.** In: LUZ, Adão Benvindo; SAMPAIO, João Alves; FRANÇA, Sílvia Cristina. Tratamento de Minérios. 5. ed. Rio de Janeiro: CETEM, 2010. cap. 2, p. 37-51.

SANTANA, J. G. A. **Desenvolvimento de cerâmicas multicamadas de carbeto de silício destinadas a aplicações térmicas**. Guaratinguetá, 2010. 202p. Tese de Doutorado. Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá. Disponível em: <<http://repositorio.unesp.br/handle/11449/103760>>. Acesso em: 26 de setembro de 2018.

SANTOS, P. H. T. S. **Influência da adição de carbeto de silício em matriz cerâmica à base de alumina**. Belo Horizonte, 2017. 66 p. Trabalho de Conclusão de Curso – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Disponível em < http://www.demat.cefetmg.br/wp-content/uploads/sites/25/2018/06/TCCII_Vers%C3%A3o-corrigida_Pedro-Henrique-Thiayamiti-Santos-201312070048.pdf>. Acesso em 16 de outubro de 2018.

SILVA, R. P. **Estudo do processamento e da microestrutura de carbeto de silício ligado por reação**. Rio de Janeiro, 2009. 69 p. Projeto de Graduação. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Disponível em <<http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10003630.pdf>> Acesso em 29 de novembro de 2018.

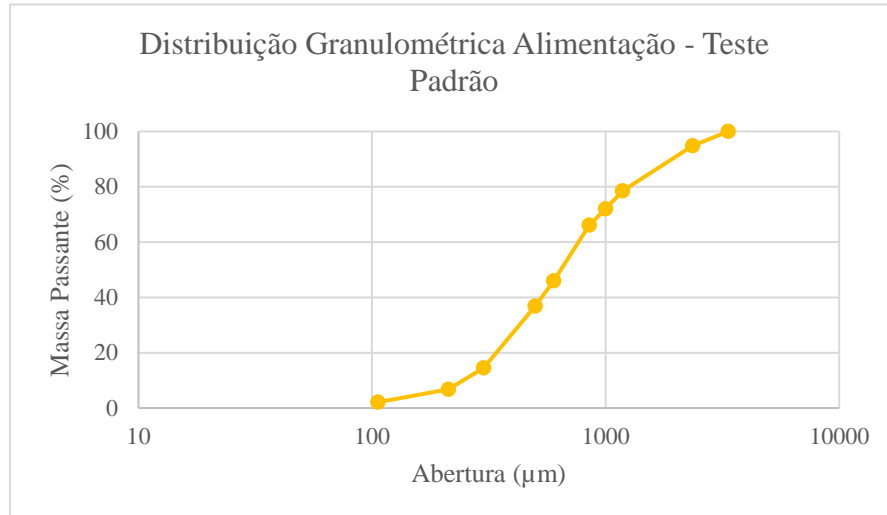
WEIMER, A. W. **Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing**. London: Chapman & Hall, 1997.

YANNUO. **Silicon Carbide**. 2018. Disponível em <<http://pt.yn-corundum.com/>>. Acesso em 17 de outubro de 2018.

APÊNDICE

A. Work Index

A.1 Teste Padrão



Ensaio 1

M= 885 g
AAR= 252,8571

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	262,845	285	600	337,155	347,1429	2,2477
2	33	178,2	520	365	186,8	112,14	5,6240
3	26	108,405	620	265	156,595	12,14	6,0967
4	29	78,705	655	230	151,295	-22,86	5,2966
5	35	68,31	665	220	151,69	-32,86	4,3535
6	43	65,34	650	235	169,66	-17,86	3,9390
7	46	69,795	635	250	180,205	-2,86	3,8775
8	46	74,25	635	250	175,75	-2,86	3,8155

Ensaio 2

M= 885 g
AAR= 252,8571

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	262,845	270	615	352,155	362,1429	2,3477
2	30	182,655	595	290	107,345	37,14	3,5898
3	46	86,13	615	270	183,87	17,14	3,9589
4	44	80,19	620	265	184,81	12,14	4,2374
5	41	78,705	655	230	151,295	-22,86	3,6812
6	50	68,31	630	255	186,69	2,14	3,7240
7	48	75,735	630	255	179,265	2,14	3,7690

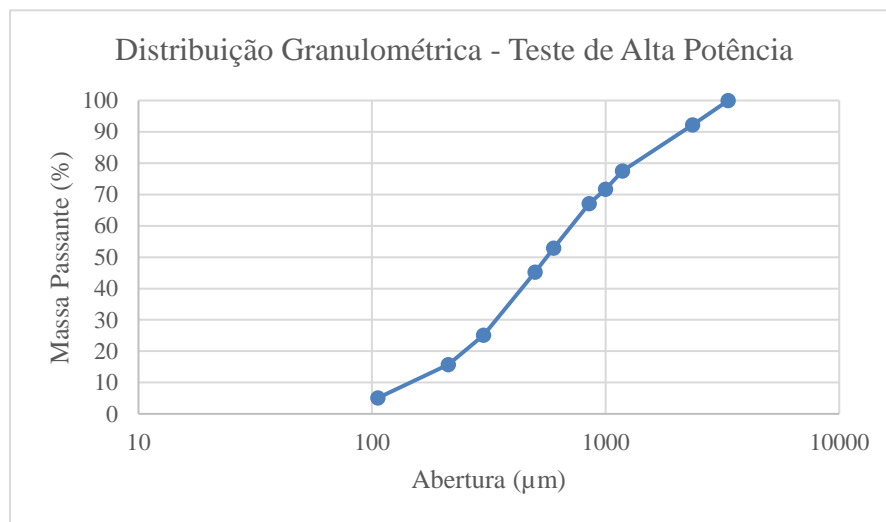
Resultados

Am	500 μm
Mob	3,88
P	415,20 μm
F	1288,59 μm
WI	18,17

Am	500 μm
Mob	3,82
P	421,89 μm
F	1288,59 μm
WI	18,75

Média	18,46
-------	-------

A.2 Teste de Alta Potência



Ensaio 1

M= 1140 g

AAR= 325,7143

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	286,14	660	480	193,86	154,2857	1,2924
2	159	120,48	730	410	289,52	84,29	1,8232
3	122	102,91	810	330	227,09	4,29	1,8582
4	131	82,83	815	325	242,17	-0,71	1,8528

Ensaio 2

M= 1140 g

AAR= 325,7143

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	286,14	650	490	203,86	164,2857	1,359067
2	149	122,99	760	380	257,01	54,29	1,7230
3	134	95,38	815	325	229,62	-0,71	1,7177
4	142	81,575	795	345	263,425	19,29	1,8533
5	129	86,595	820	320	233,405	-5,71	1,8091
6	136	80,32	810	330	249,68	4,29	1,8406

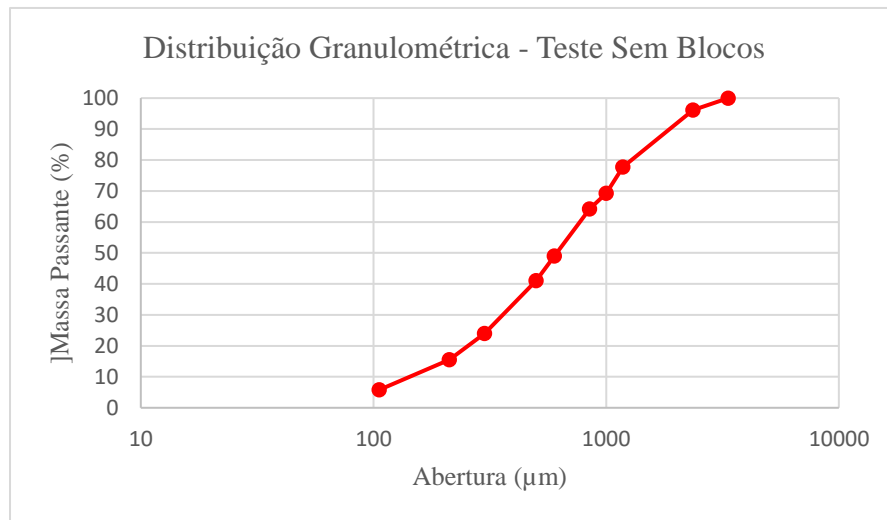
Resultados

Am	300 μm
Mob	1,84
P	248,82 μm
F	2527,23 μm
WI	18,38

Am	300 μm
Mob	1,83
P	254,52 μm
F	2527,23 μm
WI	18,77

Média
18,57

A.3 Teste Sem Blocos



Ensaio 1

M= 1045 g

AAR= 298,5714

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	250,8	675	370	119,2	71,42857	0,794667
2	264	88,8	595	450	361,2	151,43	1,3683
3	139	108	735	310	202	11,43	1,4504
4	155	74,4	730	315	240,6	16,43	1,5567
5	143	75,6	745	300	224,4	1,43	1,5666
6	145	72	750	295	223	-3,57	1,5419

Ensaio 2

M= 1045 g

AAR= 298,5714

Ciclo	NR	MAi	MAR	MAP	MAL	Desvio	Mob
1	150	250,8	655	390	139,2	91,42857	0,928
2	221	93,6	630	415	321,4	116,43	1,4551
3	137	99,6	750	295	195,4	-3,57	1,4290
4	159	70,8	725	320	249,2	21,43	1,5634
5	142	76,8	745	300	223,2	1,43	1,5735
6	144	72	745	300	228	1,43	1,5834

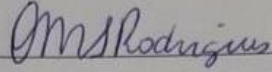
Resultados

Am	300 μm
Mob	1,555
P	261,53 μm
F	1327,5 μm
WI	26,69

Am	300 μm
Mob	1,573
P	260,27 μm
F	1327,5 μm
WI	26,33

Média
26,51

Certifico que a aluna Lídia Cristina de Rezende Silva, autora do trabalho de conclusão de curso intitulado "PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM ESCALA PILOTO", efetuou as correções sugeridas pela banca examinadora e que estou de acordo com a versão final do trabalho.



(Otávia Martins Silva Rodrigues)

Orientador(a)

Ouro Preto, 21 de dezembro 2018.