

Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP Escola de Minas Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Campus Morro do Cruzeiro Ouro Preto – Minas Gerais – Brasil



# MONOGRAFIA DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

## "MODELAMENTO FÍSICO DA DESSULFURAÇÃO DE GUSA EM PANELA COM LANÇA ROTATIVA SUBMERSA: ANÁLISE DOS EFEITOS DO ENTUPIMENTO DE BICO DA LANÇA"

Isabela Cristina Barbosa Fernandes

Ouro Preto, Agosto de 2023

Isabela Cristina Barbosa Fernandes

## "MODELAMENTO FÍSICO DA DESSULFURAÇÃO DE GUSA EM PANELA COM LANÇA ROTATIVA SUBMERSA: ANÁLISE DOS EFEITOS DO ENTUPIMENTO DE BICO DA LANÇA"

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto como parte dos requisitos para a obtenção do Grau de Engenheira Metalurgista.

Orientador: Prof. PhD. Carlos Antônio da Silva Coorientadora: Daniela Barcante Perasoli Coorientador: Rewber Guilherme dos Reis

Ouro Preto, Agosto de 2023



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO REITORIA ESCOLA DE MINAS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE MATERIAIS



#### FOLHA DE APROVAÇÃO

#### Isabela Cristina Barbosa Fernandes

#### MODELAMENTO FÍSICO DA DESSULFURAÇÃO DE GUSA EM PANELA COM LANÇA ROTATIVA SUBMERSA: ANÁLISE DOS EFEITOS DO ENTUPIMENTO DE BICO DA LANÇA

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro Metalurgista

Aprovada em 05 de setembro de 2023

[PhD] -Carlos Antonio da Silva - Orientador(a) Universidade Federal de Ouro Preto [DSc] - Johne Jesus Mol Peixoto - Universidade Federal de Ouro Preto [Eng.] -Amilton Carlos Pinheiro Cardoso Filho - Gerdau

Carlos Antonio da Silva, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 12/09/2023



Documento assinado eletronicamente por **Carlos Antonio da Silva**, **PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 05/09/2023, às 10:02, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8</u> de outubro de 2015.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>http://sei.ufop.br/sei/controlador\_externo.php?</u> <u>acao=documento\_conferir&id\_orgao\_acesso\_externo=0</u>, informando o código verificador **0585911** e o código CRC **B31276B2**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.011899/2023-88

#### **RESUMO**

A indústria siderúrgica é uma importante fornecedora de insumos para diversos outros setores, entre os quais se destacam a indústria automotiva, de bens de capital, naval, de linha branca, entre outras. Os teores de enxofre são determinantes quanto às propriedades dos aços. Para várias aplicações existem fortes restrições quanto à presença de enxofre, por ser deletério às propriedades do aço. Desta forma, processos de dessulfuração são comuns na cadeia produtiva e, entre eles, se destaca o processo de injeção de dessulfurantes via lança rotativa. Neste trabalho, foram estudados os efeitos do entupimento de um dos bicos da lança usada no processo de dessulfuração. Esse entupimento é frequente em plantas de dessulfuração e nem sempre a troca da lança é realizada de imediato devido à indisponibilidade de tempo para essa operação. A metodologia envolveu modelagem física, em escala 1:7, por meio da qual foram realizados estudos para correlacionar as possíveis variáveis que impactam a eficiência do processo de dessulfuração. Os resultados de condutimetria mostraram que quanto maior a vazão de gás, mais rápida é a homogeneização, indicando que o controle adequado das vazões de gás é crucial para garantir a eficiência do processo de dessulfuração. Os efeitos de alteração de velocidade de rotação da lança não são evidentes. Além disso, comprovou-se que a obstrução de um bico não compromete o processo de dessulfuração, pois a reação química ainda ocorre com eficácia. Por fim, a análise comparativa do fluxo de líquido, utilizando filmagens, revelou que há diferenças na dispersão das partículas e na distribuição do fluxo em diferentes regiões da panela, embora as medições de tempo de mistura e de cinética de transferência de massa tenham indicado que essa alteração no fluxo não impacta significativamente o processo.

**Palavras chave:** Enxofre. Dessulfuração em panela de gusa. Lança de injeção rotativa. Entupimento de bico.

#### ABSTRACT

The steel industry is an important supplier to various sectors, including the automotive, capital goods, naval and white-goods appliances. Sulfur is a crucial element concerning the properties of steels since it is detrimental for several applications. As consequence, desulfurization processes are common in the steel production, with the injection of desulfurizing agents through the rotating lance process standing out. In this study, the effects of clogging in one of the lance injection nozzles used in the desulfurization process in a hot metal ladle were investigated. Clogging event is a frequent issue in desulfurization plants, and sometimes, the lance replacement cannot be immediately carried out due to lack of time availability for the operation. The methodology involved physical modeling, in a 1:7 scale. Studies have been made to correlate the possible variables that impact on the desulfurization efficiency process. Conductivity results showed that higher gas flow rates allowed faster homogenization, indicating that proper control of gas flow rates is crucial to ensure the efficiency of the desulfurization process. The effects of lance rotation were not apparent. Furthermore, it was demonstrated that the clogging of one nozzle does not compromise the desulfurization process, as the chemical reaction still occurs effectively. Finally, comparative analysis of the liquid flow through the video recordings revealed differences in particle dispersion and flow distribution in different parts of the ladle. However, measurements of mixing time mass transfer kinetics indicated that this flow alteration does not significantly impact the process.

Keywords: Sulphur. Hot metal ladle desulfurization. Rotating lance. Nozzle clogging.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Desenho esquemático do fluxo de produção do aço (do alto-forno ao co	nvertedor)
Figura 3.2: Partição do enxofre em função do teor de oxigênio no metal	7
Figura 3.3: Influência de elementos de liga no coeficiente de atividade henriana do	enxofre
em ligas de ferro e aço	8
Figura 3.4: Métodos industriais do processo de dessulfuração na panela de ferro-gu	sa9
Figura 3.5: Energia livre de formação de sulfetos	11
Figura 3.6: Diagrama de Ellingham	11
Figura 3.7: Energia livre de formação de cálcicos	13
Figura 3.8: Influência do tamanho da partícula de cal sobre a taxa de dessulfuração	13
Figura 3.9: Efeito da fração de líquido sobre a constante de velocidade de dessulfur	ação do
gusa	
Figura 3.10: Binário CaO-CaF <sub>2</sub>	15
Figura 3.11: Esquema da dessulfuração em Carro Torpedo (CT)	16
Figura 3.12: Representação esquemática do reator KR	18
Figura 3.13: Desenho esquemático de injeção de agente dessulfurante em panela; v	ista lateral,
vista superior e detalhe da lança de injeção	
Figura 3.14: Desenho esquemático de injeção de agente dessulfurante em panela; v	ista lateral
e superior, de um sistema com lança rotativa de injeção	20
Figura 3.15: Zonas de interesse de avaliação do percentual de mistura	23
Figura 3.16: Ilustração representativa do sistema óleo-água, com interface em equil	íbrio local
Figura 3.1 /: Ilustração representativa do sistema oleo-agua	
Figura 4.1: Estrutura da lança rotativa com um furo obstruído	
Figura 4.2: Modelo da paneia de gusa e lança rotativa – Foto Laboratorio de Piromo	etalurgia
do DEMET/EM/UFOP	
Figura 4.3: Fluxograma que resume as principais variaveis, tecnicas, e resultados es	sperados
Eiser 4.4. Discourse and the second s	
Figura 4.4: Diagrama esquematico do aparato experimental com lança submersa rol	tativa e
sistema de injeção de gas para realização de testes de tempo de nomogeneização pe	
La conduitvimetria	
Figura 4.5: Diagrama esquematico do aparato experimental com lança submersa rol	
sistema de injeção de oleo para os testes de transferencia de massa	
Figura 4.6: Estado de agitação no sistema agua/oleo	
Figura 5.1: Resultados dos testes realizados com lança centralizada	
Figura 5.2: Granco reference ao teste de normandade para os valores de tempo de n	instura,
para lança na posição centralizada, varias vazões e rotações	
Figura 5.3: Resultado da analise de variancia para o tempo de nomogeneização con	1 vazoes de
TUL/IIIII, TSL/IIIII e 20L/IIIII, lança centralizada e sem rotação	
rigura 5.4. Resultado da analise de variancia para o tempo de nomogeneização con	1 vazoes de
Light 5.5. Docultado do opólico do voriência nora a terra do homo artico a	
Figura 5.5. Kesunado da analise de variancia para o tempo de nomogeneização con	
10L/IIIII e 15L/min, lança centralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos	40

Figura 5.6: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazão de
20L/min, lança centralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos
Figura 5.7: Resultados dos testes realizados com lança descentralizada
Figura 5.8: Resultado de teste de normalidade para tempos de homogeneização, lança
descentralizada
Figura 5.9: Resultado da análise de variância comparando os tempos médios de
homogeneização para lança descentralizada com um furo, Orpm e vazões de 10L/min,
15L/min e 20L/min
Figura 5.10: Resultado da análise de variância comparando os tempos médios de
homogeneização para lança descentralizada com um furo, Orpm e vazões de 15L/min e
20L/min
Figura 5.11: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazão
de 10L/min, lança descentralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos
Figura 5.12: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazões
de 15L/min e 20L/min, lança descentralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos
Figura 5.13: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança
centralizada e descentralizada para a vazão de 10L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm
Figura 5.14: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança
centralizada e descentralizada para a vazão de 15L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm
Figura 5.15: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança
centralizada e descentralizada para a vazão de 20L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm
Figura 5.16: Determinação da taxa de transferência (K) em função da rotação e vazão53
Figura 5.17: Coeficiente de transferência de massa (k) em função da rotação e vazão54
Figura 5.18: Caracterização da pluma na vazão de 15L/min e lança com um furo,
descentralizada e sem rotação55
Figura 5.19: Caracterização da pluma na vazão de 15L/min e lança centralizada de dois furos
e sem rotação56
Figura 5.20: Caracterização da pluma e dispersão do traçador para a lança descentralizada
com um furo, na vazão de 15L/min e 0rpm (a) frontal e (b) lateral56
Figura 5.21: Dispersão do traçador na vazão de 15L/min e lança centralizada com dois furos e
sem rotação
Figura 5.22: Caracterização da pluma e da dispersão de óleo, na vazão de 15L/min e lança de
um furo, descentralizada e com rotação de 15rpm57
Figura 5.23: Caracterização da pluma e dispersão do traçador para a lança de um furo,
descentralizada, na vazão de 15L/min e 15rpm (a) frontal e (b) lateral

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1: Parâmetros geométricos/operacionais do reator industrial e do modelo	29
Tabela 4.2: Propriedades dos óleos	33
Tabela 5.1: Valor-P com sua respectiva interpretação para cada condição de teste com a	ı lança
centralizada	
Tabela 5.2: Valor-P com sua respectiva interpretação para cada condição de teste com a	ı lança
descentralizada	46

## LISTA DE SIGLAS

- CT Carro Torpedo
- $f_S$  Coeficiente de atividade do enxofre
- HIC Hydrogen Induced Crack
- KR Kambara Reactor
- LD Limite de Detecção
- PVC Policloreto de Vinilo
- ppm Partes por milhão
- rpm Rotação por minuto
- $\Delta G^{\circ}$  Energia livre padrão

## SUMÁRIO

1	IN	ΓRODUÇÃO1
2	OB	JETIVOS
	2.1	Objetivo Geral3
	2.2	Objetivos Específicos
3	RE	VISÃO BIBLIOGRÁFICA4
	3.1	O Efeito do Enxofre no Aço4
	3.2	Processo de Dessulfuração do Gusa Líquido6
	3.2.1	Agentes Dessulfurantes e Insumos Utilizados na Dessulfuração de Gusa10
	3.2.2	O Uso da Cal para Dessulfuração12
	3.3	Dessulfuração em Carro torpedo (CT)15
	3.4	Processo KR17
	3.5	Dessulfuração em Panela com Injeção de Dessulfurante18
	3.5.1	Efeito do Tamanho das Partículas Injetadas19
	3.5.2	Lança Rotativa19
	3.5.3	Custos da Dessulfuração com Injeção por Lança21
	3.6	Modelamento Físico
	3.6.1	Tempo de Homogeneização por Meio da Condutimetria22
	3.6.2	Transferência de Massa23
	3.6.3	Critérios de Similaridade25
	3.7	Testes de Comparação Estatísticos25
	3.8	O Efeito do Entupimento do Bico da Lança26
4	MA	ATERIAIS E MÉTODOS
	4.1 M	ateriais
	4.2	Dados do Modelo Físico29

	4.3	Procedimento Experimental
	4.4	Determinação do Tempo de Homogeneização30
	4.5	Transferência de Massa31
	4.6	Filmagens
5	RE	SULTADOS E DISCUSSÃO35
	5.1	Tempo de Homogeneização35
	5.1.1	Homogeneização com a Lança Centralizada35
	5.1.2	Homogeneização com a Lança Descentralizada42
	5.1.3	Comparação dos Resultados da Lança Centralizada e Descentralizada
	5.2	Taxa de Transferência de Massa53
	5.3	Caracterizações Qualitativa do Fluxo55
	5.3.1	Fluxo por Filmagens da Lança Descentralizada e sem Rotação55
	5.3.2	Fluxo de Óleo e Pluma por Filmagens da Lança Descentralizada com 15rpm57
6	CO	NCLUSÕES
R	EFER	ÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS60

## 1 INTRODUÇÃO

A indústria siderúrgica é fornecedora de insumos para diversos setores da indústria de transformação e para a construção civil. É caracterizada pela presença de grandes empresas, em geral verticalizadas, que operam as diversas fases do processo produtivo, desde a transformação do minério em ferro primário, até a produção de bobinas laminadas a quente, a frio ou galvanizadas para uso em diversos setores, incluindo a indústria automotiva, de bens de capital, naval, de linha branca, entre outras. Os laminados longos, tendo como principal exemplo, o vergalhão, são muito utilizados nos segmentos de habitação e infraestrutura (CARVALHO, MEQUITA e ARAÚJO, 2015).

A presença de enxofre, exceto em raros casos, é indesejável na composição do aço devido ao impacto negativo que acarreta para as propriedades do produto final. De maneira geral, sua presença resulta na formação de inclusões que comprometem a resistência do material, sendo benéfico somente para a fabricação de componentes que requerem facilidade de corte, alta usinabilidade. O enxofre está presente nas matérias-primas utilizadas na produção do aço, o que torna inevitável a necessidade de sua eliminação ao longo do processo de fabricação. Nesse contexto, com o intuito de atender às exigências do mercado e obter produtos que sejam cada vez mais competitivos, têm sido amplamente conduzidas pesquisas direcionadas ao aprimoramento da eficiência dos processos de dessulfuração, abrangendo tanto o âmbito acadêmico quanto o industrial.

Apesar da remoção expressiva do enxofre nos altos-fornos, os teores de enxofre no gusa líquido usualmente não atendem às especificações. Valores acima de 0,015% são praticamente inaceitáveis, e no caso de aços especiais o limite pode ser da ordem de 0,003% (SILVA, 2012).

A presença de enxofre é indesejável no aço por afetar negativamente algumas de suas propriedades. O enxofre afeta a resistência, ductilidade, conformabilidade, soldabilidade e resistência à corrosão do aço. Desta forma, operações de dessulfuração são partes da rotina de processamento do metal líquido. Carbeto de cálcio e óxido de cálcio são dois agentes comuns de dessulfuração do gusa. Fluorita costuma ser utilizada para fluidificar a escória formada durante a dessulfuração e, assim para facilitar o processamento. Apesar de sua utilidade, a fluorita é temida devido à sua tendência de atacar agressivamente e corromper o revestimento refratário. Além disso, o flúor da fluorita pode se espalhar no meio ambiente e causar danos ambientais. Alguns países empregam a sodalita nefelínica como alternativa à fluorita em

agentes dessulfurantes à base de carbureto de cálcio em carro torpedo. Portanto, é necessário otimizar os processos de dessulfuração (SILVA, 2012).

São vários os processos de remoção de enxofre empregados na indústria. Entre eles se destacam aqueles que empregam a injeção de partículas por meio de lanças imersas no gusa líquido. Nestes processos a obstrução da lança pode ocorrer por vários motivos distintos, variação de vazão durante a injeção, granulometria inadequada do material dessulfurante injetado, falha eletromecânica de válvula durante a injeção e geração de cascão nos bicos durante a injeção.

Devido à dificuldade de troca de lança por falta de disponibilidade de tempo durante o processo industrial, muitas das vezes, a dessulfuração é continuada com apenas um furo até que se consiga realizar a troca da lança. Neste trabalho tem-se por objetivo contribuir para um melhor entendimento do funcionamento de uma planta de dessulfuração, referindo-se ao processo de lança rotativa, operando em condição de anomalia caracterizada por entupimento de um dos bicos da lança, avaliando o tempo de mistura e a taxa de transferência de massa.

## **2 OBJETIVOS**

### 2.1 Objetivo Geral

Determinar via modelamento físico, o efeito do entupimento do bico da lança sobre a eficiência de dessulfuração no processo de injeção por lança submersa rotativa. Os resultados foram determinados através da avaliação de tempo de mistura e taxa de transferência de massa.

### 2.2 Objetivos Específicos

- Determinar via modelamento físico, o tempo de mistura e os valores de coeficiente de transferência de massa quando a lança apresenta obstrução de um dos bicos, em função dos parâmetros operacionais:
  - Vazão de gás;
  - Deslocamento radial da lança (lança centralizada e lança deslocada em 60mm, direção do maior diâmetro e 20mm, direção do menor diâmetro);
  - Influência da rotação da lança (0rpm, 10rpm e 20rpm);
- Contribuir para um melhor entendimento do funcionamento da planta da dessulfuração;
- Caracterização da pluma e da injeção de material pela lança quando há um orifício obstruído.

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 O Efeito do Enxofre no Aço

De acordo com Silva (2012) os teores de enxofre do gusa proveniente dos Altos-Fornos usualmente não conseguem atender as especificações, sendo inaceitáveis valores superiores a 0,015%. Em aços especiais, esses valores são estritamente controlados em uma faixa que varia de 0,001% a 0,003%.

O baixo teor de enxofre no aço traz uma série de vantagens, por exemplo, melhoria da superfície das peças fundidas ou do material de extrusão, melhor deformabilidade e melhor grau de pureza em geral (SILVA, 2012).

Segundo Zhang (2003) o enxofre é geralmente considerado um elemento remanescente prejudicial no aço, causando facilmente a fragilização a quente do aço e reduzindo valores de suas propriedades mecânicas. Uma solução para este problema é aumentar a razão (Mn)/(S) no aço, para melhorar a ductilidade em alta temperatura.

O enxofre em ligas de aço é sempre indesejável, com poucas exceções. Os requisitos de aplicação normalmente exigem níveis abaixo de 50ppm. Isso tem motivado as empresas a minimizar seu carregamento nos convertedores LD, forçando-as a eliminar o enxofre antes desta etapa. Do ponto de vista termodinâmico a remoção do enxofre do gusa liquido é mais favorável, pois a atividade do enxofre no gusa líquido é cinco vezes maior que no aço líquido. Produtos de aço com baixos teores de enxofre alcançam melhores valores de mercado devido aos seus ganhos de qualidades nos requisitos de resistência mecânica na aplicação (KIRMSE, 2006).

Em alguns casos, as práticas operacionais dos altos-fornos podem levar a um aumento significativo do teor de enxofre do ferro-gusa, prejudicando assim o aumento da produção. Isso porque ao reduzir a temperatura do ferro-gusa na saída do alto-forno e injetar ar enriquecido com oxigênio nas ventaneiras, reduz-se a adição de elementos básicos de dessulfuração na carga, tornando a atmosfera do alto-forno mais oxidante e menos propícia à formação de sulfetos (KIRMSE, 2006).

O Japão iniciou o pré-tratamento de gusa líquido em escala industrial em 1982, com o intuito de obter baixos teores de fósforo e enxofre. O pré-tratamento do gusa é realizado no canal de corrida do alto-forno, panela de transferência ou carro torpedo. Para isso, desenvolveram-se métodos de injeção de reagentes e banhos agitados mecanicamente, e o uso de uma variedade de misturas sintéticas. A Figura 3.1 mostra um esquema do processo de

produção de aço, incluindo o tratamento de dessulfuração de ferro gusa, o qual é geralmente realizado em um carro torpedo ou panela de transferência. Em algumas siderúrgicas, o tratamento é realizado em dois reatores. No caso ilustrado, a dessulfuração utiliza-se um sistema de injeção com lança rotativa no carro torpedo e panela de transferência (SILVA, 2012; GRILLO, 2015).



Figura 3.1: Desenho esquemático do fluxo de produção do aço (do alto-forno ao convertedor)

Segundo Koros (1984) as operações de pré-tratamento são de extrema importância, pois permitem também reduzir o volume de escória nos convertedores, diminuir os riscos de projeções, diminuir ou inibir as perdas metálicas na escória, estabilizar a temperatura de tratamento e a composição da carga, além de aumentar o rendimento dos elementos ligas.

A competitividade do mercado torna-se imprescindível a união de qualidade e baixo custo de produção, assim, compreender as variáveis de processo que possam afetar seu rendimento é de extrema importância. Faz-se necessário estudar como condições operacionais e geométricas podem afetar a remoção de impurezas como enxofre (KOROS, 1984).

Tais impurezas devem estar em teores bem controlados, pois em excesso afetam propriedades importantes como resistência mecânica e ductilidade, além de favorecer o aparecimento de trincas. Para se obter pequenos teores destes elementos, é necessária a etapa de refino secundário, mas grande parte do enxofre e fósforo é retirada no refino primário. Portanto, é importante se avaliar aspectos operacionais que possibilitam melhorar este processo (KOROS, 1984).

Após a solidificação do aço, a solubilidade do enxofre diminui e o mesmo se precipita como sulfeto de ferro, FeS, que forma um eutético com ferro gama a 988°C. Este eutético, Fe-

Fonte: (SILVA, 2012).

FeS, forma um filme fino ao longo dos contornos de grão da austenita, o que enfraquece a força de ligação entre eles, resultando na fragilização do aço em temperaturas de deformação a quente, como laminação e forjamento, e baixa tenacidade (ZHANG e THOMAS, 2003; XIAO *et al.*, 2006).

A resistência à fissuração induzida por hidrogênio (HIC), de aços para dutos empregados em ambiente úmido contendo  $H_2S$ , está relacionada à forma e distribuição das inclusões de sulfeto de manganês (MnS) (SHAO *et al.*, 2014). Quando o teor de MnS no aço excede um determinado valor, a resistência ao HIC diminui significativamente.

O teor excessivo de enxofre causará fragilidade a quente e baixa resistência à corrosão do aço, reduzindo assim a qualidade. O pré-tratamento de gusa é o procedimento chave para remover o enxofre (SAMPAIO, 2014).

Em quase todos os casos, o enxofre no produto siderúrgico final está na forma de FeS ou MnS, pois esses sulfetos possuem a menor energia livre de formação ( $\Delta G^{\circ}$ ). Esses sulfetos estão na forma de inclusões de baixo ponto de fusão que se fundem quando o material é submetido a altas temperaturas, criando uma descontinuidade na matriz metálica que torna o material mais frágil (KIRMSE, 2006).

Kirmse (2006) ressalta também que na ausência de manganês no aço, o enxofre formará definitivamente FeS, levando à já mencionada fragilização a quente, além de dificuldades na conformação do material, seja ele forjado ou laminado. Mesmo em aços com baixo teor de enxofre, a relação Mn/S deve ser no mínimo igual a 8 para garantir que o enxofre formará inclusões de MnS, um sulfeto menos nocivo que o FeS.

#### 3.2 Processo de Dessulfuração do Gusa Líquido

De acordo com alguns autores (SILVA, 2012; GRILLO, 2015), a dessulfuração de gusa líquido entre o alto-forno e o convertedor faz parte da tecnologia padrão na indústria do aço há aproximadamente quatro décadas. Esse processo é decisivo para se produzir economicamente aço de alta qualidade.

A Figura 3.2 mostra dados reais da NKK (1999, apud KIRMSE, 2006), sobre a partição de enxofre entre escória (S) e metal [S] em função do nível específico de oxidação e temperatura.



Figura 3.2: Partição do enxofre em função do teor de oxigênio no metal

Fonte: NKK (1999, apud KIRMSE, 2006).

Essa competição entre o oxigênio e o enxofre pode ser visualizado na Figura 3.2 que mostra a relação entre o coeficiente de partição de enxofre e a atividade do oxigênio em diferentes etapas da produção do aço. Outro parâmetro de alta importância à avaliação da retirada de enxofre é a capacidade sulfeto da escória. Esta é uma propriedade da escória que depende da composição e temperatura e descreve o potencial de uma escória líquida e homogênea de retirar o enxofre do metal (ABREU, 2019).

Na Figura 3.3, é mostrada a influência de alguns elementos no coeficiente de atividade henriana do enxofre. Tanto o carbono quanto o silício aumentam o coeficiente de atividade do enxofre. Por exemplo, no gusa líquido com 4,2% de carbono e 1,5% de silício, esse coeficiente é aproximadamente 5. Isso significa que o enxofre é 5 vezes mais ativo que sua concentração sugere. Wilson e McLean (1980) comprovam ainda mais que o ambiente ideal para dessulfuração é o gusa líquido.

Figura 3.3: Influência de elementos de liga no coeficiente de atividade henriana do enxofre em ligas de ferro e



Fonte: (WILSON e MCLEAN, 1980).

A utilização de carvões menos nobres e a injeção de finos de carvão não coqueificáveis também mantiveram a tendência de aumento do teor de enxofre do ferro-gusa dos altos-fornos (KIRMSE, 2006).

Se as práticas operacionais dos altos-fornos favorecem a produção e degradam a qualidade do ferro-gusa com o aumento do teor de enxofre, por outro lado, a demanda por aços com baixo teor desse elemento tem se expandido. A prática da dessulfuração externa ganhou destaque, desde que o teor de enxofre das matérias-primas, em alguns casos, sobe, e, ao mesmo tempo, aumentam as restrições quanto ao teor de enxofre final (KIRMSE, 2006).

Novas tecnologias de dessulfuração do gusa foram e continuarão a ser desenvolvidas para se tornarem cada vez mais eficientes, menos dispendiosas e para manter os requisitos de porcentagem de enxofre na carga do convertedor, que são críticos para a prática de produção de aço (KIRMSE, 2006).

O enxofre do gusa líquido é proveniente das matérias-primas do alto-forno. Ele está presente nos fundentes, no minério de ferro (sínter e pelota) e, em maior quantidade, nos combustíveis (coque, óleo e carvão pulverizado), usados para redução do minério (HÜSKEN, CAPPEL e FECHNER, 2011).

Devido a fatores termodinâmicos, a dessulfuração do gusa é mais benéfico do que a dessulfuração do aço líquido. Por essa razão, assim como o crescente requisito de menores teores de enxofre no aço, o pré-tratamento do gusa tem se tornado presente nas usinas siderúrgicas (PINHO, 2018).

Além de garantir teores muito baixos de enxofre, a dessulfuração do gusa permite uma maior produção do alto-forno. Uma vez que o gusa será tratado em um processo de dessulfuração após o alto-forno, não haverá mais tamanha preocupação em produzir ferrogusa com teores tão baixos de enxofre (PINHO, 2018).

É comum que a dessulfuração seja feita nos carros torpedo e em panelas. No caso de dessulfuração em panelas, destacam-se o processo Reator Kambara (KR) e os processos que empregam injeção de dessulfurante no metal líquido (SILVA, 2012).

Mudanças nos níveis de agitação do banho podem afetar o desempenho do processo de dessulfuração, pois as taxas de transferência de massa, calor e quantidade de movimento podem afetar significativamente a eficiência geral dos processos químicos. A agitação, além da homogeneização térmica e composicional de metais líquidos, também fornece transporte de reagentes para a interface da reação como remoção dos produtos resultantes (SILVA, 2012).

Maiores níveis de agitação do banho resultam em maiores valores de coeficientes de transferência de massa e de calor, maiores taxas de dissolução de partículas sólidas (reagente e produto), maior chance de emulsificação entre metal e escória e maiores níveis de desgaste do revestimento refratário, principalmente na linha de escória (SILVA, 2012).

A Figura 3.4 ilustra o processo de injeção pneumática de reagente no seio do metal líquido, provocando agitação suficiente ao misturar o material; o processo de injeção de gás pela parte inferior da panela é mais utilizado em aço, visando aumentar a agitação da interface metal/escória. Por fim, mostra o processo de agitação com o uso de um agitador, processo conhecido como KR (Reator kambara), escórias à base de CaO-CaF<sub>2</sub> são utilizadas neste processo (GRILLO, 2015).





Fonte: (GRILLO, 2015).

#### 3.2.1 Agentes Dessulfurantes e Insumos Utilizados na Dessulfuração de Gusa

Um processo de dessulfuração requer ambiente redutor, e a adição controlada, contínua e uniforme de agentes dessulfurantes (GRILLO, 2015).

As misturas de dessulfuração para carros torpedos e panelas, geralmente consistem de agentes dessulfurantes, agentes desoxidantes e fundentes. Cada empresa determina qual mistura é melhor para as condições da planta (SILVA, 2012).

Kirmse (2006) descreve uma reação de dessulfuração tal que:

$$MA + S \rightleftharpoons MS + A \tag{3.1}$$

$$M + S \rightleftharpoons MS$$
 (3.2)

Onde M é um metal e devem ser obedecidos os requisitos: M e S têm que ter afinidade química o que significa que MS deve ser estável; se MA for mais estável que MS então A deve ser consumido; M e S devem estar em contato.

Alguns materiais são bem conhecidos como agentes dessulfurantes:

#### • Barrilha (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)

Esse material já foi muito utilizado no processo "carbocal", juntamente com calcário (CaCO<sub>3</sub>), porém passou a não ser adequado pelo grande volume de gás e poluição gerados no processo e pelo desgaste refratário da panela de gusa.

#### • Cal (CaO)

Material abundante e com o custo muito vantajoso. É usado puro ou junto com outros materiais como Carbureto de Cálcio  $(CaC_2)$ , Calcário  $(CaCO_3)$  e Magnésio (Mg).

#### • Carbureto de Cálcio (CaC<sub>2</sub>)

Alta eficiência de dessulfuração pode ser obtida usando carbeto de cálcio, contudo, seu custo é elevado e é substância perigosa de manusear, pois, em contato com a água forma o gás acetileno ( $C_2H_2$ ), que apresenta risco de explosão ao ar em uma faixa de concentração entre 2,3 e 73% (OLIVEIRA, 2015).

Consulta ao Diagrama de Ellingham para sulfetos, Figura 3.5, permite observar que o cálcio é ávido formador de sulfeto; de forma análoga, a Figura 3.6 apresenta um Diagrama de Ellingham para óxidos, que permite inferir que o cálcio é também um excelente formador de óxido. Isso leva a uma conclusão de que num processo de dessulfuração com cálcio metálico deverá haver uma competição entre a formação de sulfeto e óxido (WILSON e MCLEAN, 1980).



É prudente dizer que nessa comparação consideram-se elementos puros e por isso numa condição diversa do real, porém não se invalida a conclusão de que o Cálcio é um elemento que possui características especiais na ligação com o enxofre abaixo de 1500°C (REIS, 2017).

Conclui-se que o cálcio é eficaz na formação de sulfetos, ou seja, é um bom elemento para dessulfuração de ferro-gusa, mas a exigência de baixo potencial de oxigênio é essencial, principalmente se o material utilizado para dessulfuração for cal (CaO) (REIS, 2017).



Fonte: (WILSON e MCLEAN, 1980).

É comum o uso de materiais adicionais na dessulfuração do gusa, onde destacam-se: borra de alumínio, alumínio granulado, coque, como materiais desoxidantes; Fluorita (CaF<sub>2</sub>), Sodalita (Na<sub>4</sub>(SiAlO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>Cl) e Nefelina (NaAlSiO<sub>4</sub>), como fundentes (REIS, 2017).

#### 3.2.2 O Uso da Cal para Dessulfuração

A cal é o dessulfurante mais utilizado na indústria, principalmente devido à sua abundância e seu baixo custo em comparação com outros dessulfurantes, como o carbureto de cálcio (CaC<sub>2</sub>), a barrilha (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), o magnésio (Mg) e o calcário (CaCO<sub>3</sub>). Os demais agentes podem ser usados sozinhos ou em combinação. Além do agente dessulfurante, as misturas utilizadas na dessulfuração de gusa são também compostas por agentes desoxidantes (borra de alumínio, alumínio e coque) e fundentes, tendo como exemplo a fluorita. A seleção dos componentes da mistura de dessulfuração é variada de acordo com a prática e composição química da aplicação industrial direcionada para o aço, segundo o autor (OLIVEIRA, 2015).

O baixo preço da cal e sua grande disponibilidade tem sido um grande atrativo na sua utilização como material dessulfurante. Finardi (1997, apud REIS, 2017) destaca que a dessulfuração do gusa líquido pela cal inicialmente ocorre de acordo com a seguinte reação:

$$CaO(s) + S \rightleftharpoons CaS + O$$
 (3.3)

Finardi (1997, apud REIS, 2017) afirma ainda que o teor de oxigênio dissolvido no ferro líquido é muito baixo, a reação inicial é rápida e o oxigênio liberado reage com o silício ou carbono de acordo com a Figura 3.7 e as reações:

$$O + C \rightleftharpoons CO(g)$$
 (3.4)

$$O + \frac{1}{2} \operatorname{Si} \rightleftharpoons \frac{1}{2} (\operatorname{SiO}_2) \tag{3.5}$$



Figura 3.7: Energia livre de formação de cálcicos

Fonte: Finardi (1997, apud REIS, 2017).

Finardi (1997, apud REIS, 2017) salienta que a dessulfuração do ferro com a cal é complicada pela difusão através de camadas de produtos de reação, o que reduz sensivelmente a cinética do processo de dessulfuração. Com isso, há a necessidade que a granulometria da cal seja fina, para aumentar área superficial e facilitar a interação do metal com a massa de cal adicionada. A Figura 3.8, devida a Ohya (1997, apud REIS, 2017) ilustra a influência do tamanho de partícula sobre a taxa de de-S.

Figura 3.8: Influência do tamanho da partícula de cal sobre a taxa de dessulfuração



Fonte: Ohya (1997, apud REIS, 2017).

Niedringhaus (1987, apud REIS, 2017) realizou experiências de dessulfuração de ferro saturado com carbono usando CaO-Ca $F_2$  como agente de de-S. De acordo com o autor, a dessulfuração se dá por meio da seguinte reação:

$$2\text{CaO} + 2\text{S} + \text{Si} \geq 2(\text{CaS}) + (\text{SiO}_2)$$
 (3.6)

Onde SiO<sub>2</sub> e CaF<sub>2</sub> estão dissolvidos na escória líquida. A SiO<sub>2</sub> é também produzida pela oxidação do silício pelo ar atmosférico, sendo que com o aumento da adição de fluorita, a fração da fase líquida aumenta. Entretanto, quanto maior a quantidade de SiO<sub>2</sub>, maior a eventual precipitação do Silicato Tricálcico (Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub>), formando uma carapaça sobre a partícula de cal e impedindo o prosseguimento da reação. Cálculos mostraram que a 1350°C, 10% de fluorita forma 30% de fase líquida e a 1450°C, 5% de fluorita forma 20% de fase líquida é suficiente para evitar a precipitação do Silicato Tricálcico (REIS, 2017).

Na Figura 3.9, ilustra-se que a presença de fase líquida, embora possa resultar no decréscimo da magnitude da capacidade sulfídica, melhora os mecanismos de transferência de massa, resultando em aumento da cinética do processo de dessulfuração (REIS, 2017).



Fonte: Lemos (2011, apud REIS, 2017).

Na Figura 3.10, é mostrado o diagrama CaO-Ca $F_2$  onde se destaca a influência da fluorita no abaixamento do ponto de fusão, nesse binário. Wilson e McLean (1980) destacam a importância da adição desse material para a manutenção da interface de reação de dessulfuração pela cal.

Figura 3.9: Efeito da fração de líquido sobre a constante de velocidade de dessulfuração do gusa





Fonte: (WILSON e MCLEAN, 1980).

Segundo Wilson e McLean (1980), a seleção adequada do tipo e proporção dos componentes do agente dessulfurante, de modo a alcançar um campo de estabilidade de escória líquida, é de vital importância para a otimização e manutenção do desempenho do processo. Maiores domínios de estabilidade de escórias líquidas implicam em maiores habilidades destas últimas em amortecer as flutuações de temperatura e de composição, e, por conseguinte, minimizar ou mesmo evitar a reversão de enxofre bem como a saturação do mesmo na escória.

Sob uma perspectiva química, a obtenção de escórias saturadas em enxofre implica no aproveitamento completo da capacidade sulfídrica do material. Entretanto, a cinética do processo é severamente afetada à medida que se aproxima do limite de saturação, em decorrência da diminuição da força motriz (REIS, 2017).

#### 3.3 Dessulfuração em Carro torpedo (CT)

A dessulfuração de gusa do carro torpedo usa diferentes dessulfurantes (calcário, cal, magnésio, barrilha e misturas destes), sendo que o carbeto de cálcio apresenta o melhor desempenho. Um dos componentes utilizados nos dessulfurantes é o fluoreto de cálcio (fluorita), que atua para fluidificar a escória formada durante a dessulfuração. Existe alguma preocupação com o uso de fluorita devido à erosão que pode ocasionar ao revestimento refratário. Outra limitação desse material, é o flúor contido na escória, que é prejudicial ao meio ambiente e a falta de fluorita de maior qualidade no mercado brasileiro (SILVA, 2012; GRILLO, 2015).

A prática de dessulfuração em CT é muito comum em todo mundo. Porém, são pronunciadas as dificuldades do processo pela própria forma do carro-torpedo que é idealizada para preservar a temperatura do gusa e não para ser um reator para dessulfuração. Existe nesse reator uma dificuldade de homogeneização e uma perda na eficiência do processo pelas menores taxas de agitação do banho, o que provoca uma baixa participação da escória de topo nas reações de dessulfuração e um reator transitório (partículas em ascensão) com rápida participação. Na Figura 3.11 tem-se a apresentação clássica desse tipo de processo (KIRMSE, 2006).



Figura 3.11: Esquema da dessulfuração em Carro Torpedo (CT)

Fonte: (KIRMSE, 2006).

O CT, com gusa líquido proveniente do Alto-Forno, é deslocado para a unidade de dessulfuração, onde o processo operacional de injeção de mistura dessulfurante, em fase densa, através de lança (inclinada ou não) é realizado, sendo que o material e a vazão de injeção são determinantes para a eficiência do processo. Uma característica importante da dessulfuração em CT situa-se no fato de que o volume desse reator deve ser preservado. Isso leva a utilização de agentes que minimizem a formação de "coating" (cascão) na parede refratária (provoca a perda da capacidade de transporte do CT), e que sejam, ao mesmo tempo, eficientes na formação de sulfetos sólidos estáveis e com custos de operação atrativos (KIRMSE, 2006).

#### 3.4 Processo KR

O processo KR (Kambara Reactor), começou a ser desenvolvido na década de 60. Neste a dessulfuração é realizada por agitação mecânica, que combina um processo rápido de redução de enxofre e homogeneização do banho metálico. Inicialmente houveram algumas limitações em relação aos refratários para o rotor (impeller). Porém, devido ao desenvolvimento de inversores e novos refratários, tornou um método atrativo devido ao seu baixo custo operacional, curtos tempos de processamento e alta eficiência (OLIVEIRA, 2015).

A dessulfuração do gusa pode ser realizada, após o vazamento dos Altos-Fornos, no próprio reator de transporte (carro-torpedo) ou em panela de transferência, antes do carregamento nos convertedores. Devido a melhores níveis de eficiência, a prática de dessulfuração em panela tem sido muito difundida, sendo que o Reactor Kambara tem se destacado pela eficiência e baixo custo de operação. Tornando-se assim, importante para as empresas que querem decidir por uma alternativa de dessulfuração de gusa, com eficiência e custo operacional atraentes (KIRMSE, 2006).

Kirmse (2006) comenta que o funcionamento de uma planta industrial para dessulfuração de gusa líquido do tipo KR é, em princípio, simples. Como uma grande planta de mistura, sua ação reside no fato de proporcionar o contato do material dessulfurante com a massa de gusa líquida, através de intensa turbulência conseguida por palhetas rotativas mergulhadas no gusa.

Neste método, a dessulfuração ocorre na própria panela de gusa, onde são adicionados dessulfurantes ao banho e este é agitado mecanicamente por meio de uma pá refratária (impeller). Devido às vantagens que o KR oferece quanto à homogeneização do banho, a cinética das reações é favorecida, o que permite a utilização de misturas dessulfurantes com preços mais acessíveis sem que haja perdas quanto ao tempo de tratamento, proporcionando menores custos operacionais. Além disso, após 10 minutos ou 15 minutos de tratamento, é possível obter taxas de dessulfuração de até 90% (OLIVEIRA, 2015).

A agitação mecânica do gusa líquido, provoca o contato do material dessulfurante com o líquido, conforme ilustra a Figura 3.12. Os mecanismos impeditivos à reação, governada pelo transporte de massa, são suprimidos e/ou minimizados pela vigorosa agitação do banho e pela baixa granulometria do material dessulfurante (KIRMSE, 2006).



Figura 3.12: Representação esquemática do reator KR

Fonte: (KIRMSE, 2006).

Na dessulfuração no KR, são utilizados dessulfurantes de baixo custo, incluindo materiais reaproveitados da usina, os coprodutos. As condições de agitação são excelentes, porém, a perda de temperatura é alta e o tempo de tratamento também, comparando-se em relação à injeção em panela (SILVA, 2012).

#### 3.5 Dessulfuração em Panela com Injeção de Dessulfurante

Segundo Takano (1997, apud SILVA, 2012) o material dessulfurante é carregado pneumaticamente até o seio do metal líquido, provocando assim, a agitação necessária para promover bom contato, garantindo-se maiores velocidades de processo. A injeção é realizada por meio de uma lança vertical, aproximadamente 2,5 metros de profundidade, as taxas de injeção variam de 30kg/min a 60kg/min, conforme Figura 3.13 o gás de arraste é usualmente o nitrogênio.



Figura 3.13: Desenho esquemático de injeção de agente dessulfurante em panela; vista lateral, vista superior e detalhe da lança de injeção

Fonte: (SILVA, 2012).

Os tempos de tratamento variam de 10 minutos a 20 minutos, dependendo dos níveis de enxofre iniciais e do alvo, o que se deve à vantagem de utilizar um reator de formato mais adequado a uma boa homogeneização comparando-se a um torpedo. Além disso, as panelas de transferência possuem menos regiões de zonas mortas e maior facilidade de remoção de escória ao término do tratamento (SILVA, 2012).

#### 3.5.1 Efeito do Tamanho das Partículas Injetadas

A adição de carbonatos ao reagente representa uma abordagem econômica e eficiente para produzir partículas finas de CaO. Essas partículas são geradas durante a decomposição térmica do subreagente carbonatado, oferecendo benefícios cinéticos significativos para o processo de pré-tratamento do gusa. Além disso, essa prática contribui para reduzir a vazão de gás de arraste, resultando em vantagens econômicas (SILVA, 1999).

Ao utilizar partículas menores injetadas no processo, desde que evitada a aglomeração, é esperado que haja um aumento nas áreas de interface sólido-líquido, favorecendo a cinética da dessulfuração. Isso implica em menores teores residuais de enxofre estimados para um determinado cenário operacional. Observou-se que para tamanhos de partículas iniciais médias de 150 mícrons, 300 mícrons e 450 mícrons, as taxas globais iniciais de dessulfuração foram de -0,0245; -0,0238 e -0,0233 moles de enxofre por tonelada por segundo, respectivamente (SILVA, 1999).

Segundo Silva (1999) a contribuição relativa das partículas dispersas no metal líquido diminuiu à medida que o tamanho médio das partículas aumentou, devido à redução da área de interface entre o metal e as partículas dispersas. Em dimensões de partículas de 150 mícrons e 450 mícrons, a contribuição relativa à escória de topo foi de 72% e 69%, respectivamente. Enquanto isso, para essas dimensões de partículas, a contribuição relativa das partículas dispersas no metal líquido foi de 2% e 0,5%, respectivamente, principalmente devido à acentuada diminuição da área de interface metal-partícula.

#### 3.5.2 Lança Rotativa

O emprego de uma lança rotativa, assim como no caso do impeller do KR, conduz a uma agitação mais eficiente do banho metálico, permitindo maior contato do agente dessulfurante injetado com o gusa líquido, e consequentemente, melhores resultados de dessulfuração (SILVA, 2012).

O processo de dessulfuração consiste das seguintes etapas: amostragem e análise do gusa, cálculo da dosagem do agente de dessulfuração, entrega do agente de dessulfuração (regulação de vazão), injeção do agente de dessulfuração (magnésio, cal e carbeto de cálcio) e rotação da lança.

Wu *et al.* (2021) estudaram os efeitos de dois métodos de agitação: agitação com rotação de lança em sentido único e agitação pulsada e rotativa em sentidos opostos. De acordo com os resultados experimentais existe uma grande diferença entre as mecânicas de arrastamento. Quando a lança gira em um sentido único, um grande vórtice espiral é formado no centro do banho, em função do líquido ser empurrado para borda pela força centrífuga atuante, e assim, a altura do nível do líquido central diminui formando o vórtice espiral.

Devido ao aumento do nível do líquido na borda e da velocidade de rotação central ser maior do que na borda, o agente dessulfurante se concentra no centro do banho e gira com o líquido. No entanto, poucas partículas de agente dessulfurante entram no líquido, a maioria delas fica suspensa sobre a superfície do líquido. Quando a agitação pulsada e rotativa com sentidos opostos é adotada, o líquido do centro e da borda se move em direções diferentes, permitindo que a diferença de velocidade aumente em comparação com a rotação unidirecional (WU *et al.*, 2021).

De acordo com os testes comparativos relatados por SILVA (2012), a eficiência de dessulfuração ao usar o sistema de lança rotativa mostrou-se 20% superior se comparado com lança fixa como mostra a Figura 3.14. Os testes foram realizados usando como agentes dessulfurantes CaO-Mg e CaC<sub>2</sub>-Mg. Dessa forma, o consumo de agentes dessulfurantes poderia ser reduzido, assim como o tempo de tratamento quando o equipamento permite a utilização de vazão de injeção mais elevada.



Figura 3.14: Desenho esquemático de injeção de agente dessulfurante em panela; vista lateral e superior, de um sistema com lança rotativa de injeção

Fonte: (SILVA, 2012).

#### 3.5.3 Custos da Dessulfuração com Injeção por Lança

Ao determinar o custo total do tratamento de dessulfuração leva-se em consideração, além do custo das misturas dessulfurantes, da lança e sua vida média, dos refratários usados no revestimento das panelas, do nitrogênio utilizado, os custos referentes à perda de temperatura durante o processo, da perda de metal durante a dessulfuração, de limpeza dos gases gerados, de remoção e estocagem de escórias, da mão-de-obra e do tempo necessário para promover a dessulfuração (SILVA, 2012).

Portanto, estimar os custos de dessulfuração baseando-se apenas no custo do dessulfurante, pode levar a conclusões equivocadas. Por exemplo, o arraste de metal quando da remoção da escória pode ser significativo, impactando os custos (SILVA, 2012).

Segundo Silva (2012) a adição de fluidificantes comuns, geralmente baseados em álcalis ou de fluorita, nos agentes produtos de dessulfuração, cal e carbureto de cálcio, resulta em maior consumo de reagentes. Mas levam a um menor teor de ferro da escória de dessulfuração, comparado com a operação com substâncias puras. Segundo os relatos de Silva (2012) os gastos com produtos de dessulfuração aumentaram em aproximadamente 10%, as perdas metálicas foram reduzidas em mais da metade, tornando o custo do processo de dessulfuração menor em 20%.

Ainda de acordo com Silva (2012) as despesas com a lança representam uma pequena parte dos gastos com produtos de dessulfuração e perfazem aproximadamente um a dois por cento da despesa total. Através a melhoria contínua de materiais e componentes refratários, bem como do processo de montagem, a vida útil da lança pode aumentar, reduzindo seu impacto nos custos gerais.

#### 3.6 Modelamento Físico

O modelamento físico é uma técnica de estudo de processos e consiste da construção de réplicas de instalações industriais, seguindo critérios de similaridade possibilitando e assegurando a reprodução das características do sistema estudado. A grande vantagem da utilização de modelos físicos é a possibilidade de mudanças operacionais e a verificação de seus resultados sem a necessidade de interferência na produção industrial e em consequência, a otimização dos processos e a redução de custos conforme comentado por SILVA (2012).

#### 3.6.1 Tempo de Homogeneização por Meio da Condutimetria

O estudo dos tempos de homogeneização tem sido um componente essencial na investigação das condições macroscópicas de fluxo em sistemas complexos. Essa análise fornece indicativos valiosos sobre a existência de gradientes de concentração ou temperatura, permitindo compreender de forma mais abrangente as características do meio em questão. A abordagem mais comum para avaliar esses tempos é através da adição de um traçador, como o cloreto de potássio (KCl), que é introduzido no sistema na forma de pulso, permitindo acompanhar sua dispersão no meio em função do tempo transcorrido desde a adição do traçados (KIRMSE, 2006).

A utilização de traçadores é uma prática amplamente empregada para analisar a eficiência de processos de mistura em diversos campos, como engenharia química, metalurgia, meio ambiente e processos industriais. Ao adicionar o KCl em um sistema, podese observar como ele se espalha no meio, fornecendo informações sobre a dinâmica do fluxo e a homogeneidade das condições de mistura. A monitorização dessa dispersão é geralmente realizada por meio de condutivímetros, que detectam variações nas propriedades elétricas do meio à medida que o traçador se espalha (KIRMSE, 2006).

A partir dos resultados obtidos com os testes de tempos de mistura, é possível identificar padrões de escoamento, identificar zonas de estagnação ou turbulência e avaliar a eficiência dos sistemas de mistura empregados. Essas informações são cruciais para otimizar processos industriais, garantir maior eficiência de reações químicas, melhorar a qualidade dos produtos e reduzir o desperdício de recursos (COSTA, 2022).

Bhattacharya *et al.* (2015, apud COSTA, 2022) apresenta uma abordagem interessante para medir a eficiência da mistura de fluidos em uma determinada área de estudo. A avaliação do tempo de mistura em um fluido é realizada introduzindo um traçador com características idênticas ao fluido em análise quando este atinge um estado quase estacionário. Essa estratégia permite monitorar a concentração dos traçadores ao longo do tempo em áreas específicas de interesse.

A Figura 3.15 apresentada no estudo mostra as regiões de interesse onde a variação da concentração dos traçadores é investigada ao longo do tempo. O tempo de mistura obtido pode variar conforme alguns parâmetros, como a altura da lança e a vazão de gás de arraste. Portanto, é essencial analisar cuidadosamente esses parâmetros para determinar o conjunto mais adequado que minimize o tempo de mistura. A rapidez na homogeneização do banho é crucial para a eficiência do processo (COSTA, 2022).



Figura 3.15: Zonas de interesse de avaliação do percentual de mistura

Segundo Costa (2022), a avaliação do comportamento em diferentes regiões é de grande importância. Isso inclui tanto as áreas próximas da lança e no fluxo principal da injeção de material e gases, onde se espera que o tempo de mistura seja menor, quanto as possíveis zonas mortas, onde a mistura pode ser mais lenta.

Essa abordagem de estudo é relevante para diversas aplicações industriais e tecnológicas. Ao compreender melhor o tempo de mistura e os fatores que o influenciam, é possível otimizar os processos, garantindo maior eficiência na homogeneização do fluido. Dessa forma, a pesquisa de Bhattacharya *et al.* (2015, apud COSTA, 2022) contribui significativamente para o avanço do conhecimento nessa área e pode ter implicações importantes para melhorias em diversos campos de aplicação.

Perasoli *et al.* (2023) também utilizaram esse método de condutimetria que consiste em uma injeção pulsada de solução salina (KCl) no reator enquanto os medidores de condutividade estão posicionados no fundo e nas paredes laterais da panela continuamente monitorando a variação da concentração de sal, por meio da variação da condutividade da água.

#### 3.6.2 Transferência de Massa

A transferência de enxofre entre o gusa e o reagente de dessulfuração pode ser simulada no modelo físico, empregando óleo e timol; nestes experimentos timol é transferido desde a água até o óleo. Ao iniciar o procedimento de injeção de óleo, um conjunto inicial de gotas se dispersa na solução aquosa. Essa população de gotas é continuamente substituída devido à injeção contínua e, finalmente, quando as gotas alcançam a superfície, elas são incorporadas em uma camada superior (SILVA, 2023). As gotas dispersas constituem o chamado reator transitório; a camada superficial é denominada reator permanente.

Fonte: (COSTA, 2022).

É possível postular que o perfil de concentração próximo à interface gota de óleo – solução aquosa seja como representado na Figura 3.16. Se o tempo de residência da gota é relativamente curto, outra suposição, de que a concentração na fase aquosa não se altera de forma significativa durante o trajeto da gota até o reator permanente, permite descrever matematicamente o processo de transferência no reator transitório (SILVA, 2023).



Figura 3.16: Ilustração representativa do sistema óleo-água, com interface em equilíbrio local

A contribuição do reator permanente pode ser incorporada, admitindo-se um perfil de concentração próximo à superfície, como mostrado na Figura 3.17 (SILVA, 2023).



Figura 3.17: Ilustração representativa do sistema óleo-água

Fonte: (SILVA, 2023).

Fonte: (SILVA, 2023).

#### 3.6.3 Critérios de Similaridade

Os critérios de similaridade estabelecem as diretrizes para que um modelo seja a réplica das instalações industriais. A similaridade geométrica ocorre quando a razão entre dimensões correspondentes nos dois sistemas é constante. Já em relação à similaridade mecânica, o conceito está atrelado com a similaridade das forças, quantidade de movimento e velocidades. A similaridade dinâmica preocupa-se em garantir a equivalência entre as forças que retardam ou aceleram o movimento dos fluidos e ocorre quando as forças que atuam em locais e tempos correspondentes nos dois sistemas apresentam razões fixas (SILVA, 2012).

### 3.7 Testes de Comparação Estatísticos

O teste de igualdade, é utilizado para comparar duas populações independentes, ou seja, comparar duas amostras retiradas de forma independente de cada uma das populações em estudo.

Os testes para populações independentes são muitas vezes utilizados em situações nas quais os indivíduos são divididos em grupos nomeados de controle e experimental. Este é o caso tratado neste trabalho, no qual, os testes de tempo de homogeneização e testes de transferência de massa foram divididos entre o grupo controle, para realizar a análise estatística Bussab e Morettin (2013, apud RAPOSO, 2016).

Para esse tipo de estudo, as respostas obtidas do grupo controle e as respostas extraídas do grupo experimental são variáveis aleatórias independentes. Além disso, as respostas do grupo controle são independentes das respostas do grupo experimental. Para a comparação de duas populações normais tem-se as amostras independentes X1, ..., X<sub>n</sub> da população P1~ N ( $\mu_1$ ;  $\sigma_1^2$ ) e Y1, ..., Y<sub>m</sub> da população P2 ~ N ( $\mu_2$ ;  $\sigma_2^2$ ).

Neste caso, tem-se como objetivo comparar as médias dessas populações para verificar se podem ser consideradas iguais ou não.

As hipóteses do teste são:

 $\begin{cases} H_0: \ \mu_1 = \mu_2 \\ H_1: \ \mu_1 \text{ diferente de } \mu_2. \end{cases}$ 

O teste de igualdade é aplicado quando as variâncias populacionais não são conhecidas. Ainda, essas variâncias podem ser iguais ou diferentes, resultando em dois testes distintos. A
avaliação da igualdade das variâncias pode ser feita através do teste F de comparação de duas variâncias Bussab e Morettin (2013, apud RAPOSO, 2016).

### 3.8 O Efeito do Entupimento do Bico da Lança

A obstrução de lança e/ou linha em reatores de injeção de materiais micropulverizados em vasos de pressão através de arraste por nitrogênio é um problema comum em processos industriais que envolvem a produção e mistura de materiais finos e pulverizados, como a metalurgia, a cerâmica e a indústria química. Nesses casos, o uso do nitrogênio como gás transportador é comum para impulsionar os materiais pulverizados para dentro do reator.

As partículas micropulverizadas, devido ao seu tamanho reduzido, têm maior tendência a se aglomerar e formar obstruções em lanças de injeção e linhas de transporte. A obstrução pode ocorrer de várias maneiras:

- Aglomeração de partículas: As partículas finas podem se aglomerar facilmente durante o transporte através do nitrogênio, resultando em blocos e obstruções na lança e na linha de injeção;
- ii. Acúmulo de material nas superfícies internas: O arraste do material pulverizado pode levar ao acúmulo de partículas nas superfícies internas da lança e da linha de transporte, criando depósitos que bloqueiam o fluxo;
- iii. Incompatibilidade de materiais: A interação química entre o material pulverizado e o nitrogênio pode levar à formação de compostos insolúveis que se acumulam e obstruem a lança e a linha de injeção;
- iv. Velocidade inadequada de transporte: A velocidade do nitrogênio pode influenciar na formação de aglomerados e na obstrução. Velocidades muito altas podem aumentar a turbulência e a formação de aglomerados.

Para evitar a obstrução de lança e/ou linha em reatores de injeção de materiais micropulverizados através de arraste por nitrogênio, algumas medidas podem ser tomadas:

 Pré-tratamento adequado: Realizar um pré-tratamento adequado do material pulverizado, como a secagem e a adição de agentes antiaglomerantes, pode reduzir a formação de aglomerados;

- Controle da velocidade de transporte: Ajustar a velocidade do nitrogênio de acordo com as características do material e do processo pode reduzir a formação de aglomerados e minimizar a obstrução;
- Uso de materiais resistentes à obstrução: Utilizar lanças e linhas de injeção feitas de materiais resistentes à obstrução, como aço inoxidável ou materiais cerâmicos, pode reduzir a adesão das partículas e evitar o acúmulo de material;
- iv. Monitoramento contínuo: Implementar sistemas de monitoramento contínuo para detectar obstruções em estágios iniciais e tomar medidas corretivas imediatas;
- v. Limpeza regular: Realizar limpezas periódicas das lanças e linhas de injeção para remover possíveis acúmulos de material e prevenir obstruções.

Com a adoção dessas medidas preventivas e corretivas, é possível evitar ou minimizar a obstrução de lança e/ou linha em reatores de injeção de materiais micropulverizados em vasos de pressão através de arraste por nitrogênio, garantindo um processo industrial mais eficiente e seguro.

# **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

### 4.1 Materiais

O efeito do entupimento do bico da lança, como mostrado esquematicamente na Figura 4.1, sobre a eficiência de dessulfuração no processo de injeção por lança submersa rotativa, foi determinado via modelamento físico. A lança rotativa foi confeccionada em PVC, e um dos furos foi obstruído.







O estudo foi desenvolvido utilizando um modelo físico em escala (1:7) de reator industrial de 245t de gusa, como mostrado na Figura 4.2. Utilizou-se água para simular o comportamento de ferro-gusa, óleo de soja para simular o reagente de dessulfuração, ar comprimido para representar o gás inerte, solução salina como traçador nos testes de condutimetria, e traçador orgânico timol, solubilizado em água, para avaliar a taxa de transferência de massa entre a solução e o óleo. Os resultados de simulação com a lança obstruída (um furo apenas) foram comparados com resultados de trabalhos anteriores (envolvendo os dois furos em atividade). A faixa de variação de parâmetros operacionais foi definida em acordo com a equipe do Laboratório de Pirometalurgia e Simulação – DEMET/EM/UFOP, tal como consta em Perasoli *et al.* (2023).

Figura 4.2: Modelo da panela de gusa e lança rotativa – Foto Laboratório de Pirometalurgia do DEMET/EM/UFOP



Fonte: a autora.

O efeito de parâmetros como vazão de gás de arraste, posição da lança rotativa (centralizada e deslocada do centro), velocidade de rotação também foram avaliados a fim de obter condições que favoreçam a transferência de massa.

# 4.2 Dados do Modelo Físico

Alguns dos dados geométricos e operacionais do reator industrial em que o modelo foi baseado são mostrados nas Tabela 4.1, bem como dados operacionais do modelo.

Dados	Parâmetro	Reator Industrial	Modelo Físico
	Fluido	Ferro Gusa líquido	Água
Dados operacionais	Densidade do fluido (kg/m3)	6700	1000
	Temperatura do líquido (°C)	1400	25
	Comprimento (mm)	6390	92
Dados da lança	Diâmetro (mm)	230	34
	Profundidade de imersão (mm)	5500	Variável
	Velocidade de rotação (rpm)	10	0, 10 e 15
	Diâmetro superior a (mm)	3958	560
	Diâmetro superior a (mm)	3652	520
Dados da panela	Diâmetro inferior a (mm)	3273	470
	Diâmetro inferior b (mm)	2973	430
	Volume 245t (L)	36600	~106.71
Injeção de gás	Gás	Nitrogênio (Nm³/h)	ar (NL/ min)
	Vazão	120	10, 15 e 20

Tabela 4.1: Parâmetros	geométricos/ope	eracionais do	reator industrial	e do modelo
	0			

Fonte: a autora.

### 4.3 Procedimento Experimental

O trabalho foi conduzido em diferentes etapas, conforme apresentado na Figura 4.3. Envolveram três técnicas experimentais, condutimetria para aferição de tempos de mistura, transferência de massa (timol) entre água e óleo, filmagens para detalhamento do padrão de fluxo, que serão descritas a seguir.

Figura 4.3: Fluxograma que resume as principais variáveis, técnicas, e resultados esperados deste projeto de pesquisa

# Estratégia Experimental

Experimentos de modelagem física de dessulfuração em escala 1:7



Fonte: a autora.

# 4.4 Determinação do Tempo de Homogeneização

A determinação do tempo de mistura foi feita a partir de medições da condutividade da água após a injeção de solução salina (concentração de 300g/L de KCl). Foram utilizados 15ml de solução em cada teste. A medição de condutividade foi realizada utilizando-se três condutivímetros acoplados no modelo: um no centro da base da panela, e dois em lados opostos com uma distância de 300mm em relação ao fundo, conforme ilustrado na Figura 4.4.

Figura 4.4: Diagrama esquemático do aparato experimental com lança submersa rotativa e sistema de injeção de gás para realização de testes de tempo de homogeneização pelo método da condutivimetria



Fonte: a autora.

Os condutivímetros são ligados a uma placa de aquisição de dados (A/D), acoplada a um computador, o que permitiu seguir a evolução da dispersão de sal ao longo de cada teste. Ao término do teste, o programa gera uma curva característica que representa a variação da condutividade em função do tempo, para cada condutivímetro. O critério de conclusão da mistura foi arbitrado entre 0,95 e 1,05 da concentração nominal de traçador.

Os testes foram realizados com vazões de gás de 10L/min, 15L/min e 20L/min, e duas posições de lança: centralizada e descentralizada (seguindo a escala industrial, ~ 0,25 de raio) e com uma imersão de 40mm (Li).

# 4.5 Transferência de Massa

Timol dissolvido na água foi utilizado para emular a transferência de enxofre entre o gusa e os reagentes de dessulfuração. Inicialmente, o modelo, como mostrado na Figura 4.5 foi preenchido com água mantida a 25°C; em seguida a concentração de timol foi ajustada para 110ppm.

Figura 4.5: Diagrama esquemático do aparato experimental com lança submersa rotativa e sistema de injeção de óleo para os testes de transferência de massa



Fonte: a autora.

Após essa etapa inicial, a lança foi posicionada e, em seguida, os sistemas de rotação e injeção de gás foram acionados. Após um período de espera de 5 minutos (necessário para se atingir regime de fluxo macroscopicamente permanente), tem início a experiência de transferência de massa.

Para a injeção do óleo no sistema, utilizou-se uma bomba peristáltica; a quantidade de óleo foi controlada para manter a média de operação em torno de 160 mililitros por minuto. A taxa de injeção de óleo é uma variável que influencia a taxa de transferência de massa, mas não foi considerada como um parâmetro de estudo neste trabalho.

O material coletado durante o experimento foi submetido a um processo de filtragem utilizando filtros de papel. Esse procedimento tem como objetivo reter eventuais resíduos de óleo que poderiam interferir na leitura e análise das amostras.

A medição da concentração de timol nas amostras foi realizada utilizando um espectrofotômetro modelo UV-5100, fabricado pela Metash Instruments. A interpretação dos resultados obtidos foi realizada por meio do programa MetaSpec Pro, versão 2.2.13.0720.

Com base nas medições realizadas, foram construídas curvas que retratam a queda da concentração de timol em função do tempo. O procedimento experimental foi conduzido em triplicata.

Um modelo descritivo do processo de transferência de massa pode ser adaptado (LEHNER *et al*, 1991). De acordo com este modelo o decaimento de concentração de timol segue a expressão de acordo com a equação:

$$\ln \frac{C}{C_o} = -K t$$
 Eq.1

Onde C é a concentração ao tempo t, Co é a concentração inicial e K é o parâmetro cinético que permite comparar a eficiência da operação de transferência de massa, quando as condições experimentais são alteradas.

As propriedades relevantes dos óleos selecionados para os testes podem ser observadas na Tabela 4.3. Os valores de coeficiente de partição de timol (entre óleo e água) foram aqueles determinados por (PEIXOTO, 2019).

Tabela 4.2: Propriedades dos óleos							
Densidade	Viscosidade	Tensão interfacial	Coeficiente de				
(kg/m³)	(mPa.s)	com água (mN/m)	partição de timo				
998	1	-	-				
914,3	52,2	15,57	439,2				
	Ta <i>Densidade</i> <i>(kg/m³)</i> 998 914,3	Tabela 4.2: Propriedade           Densidade         Viscosidade           (kg/m³)         (mPa.s)           998         1           914,3         52,2	Tabela 4.2: Propriedades dos óleosDensidadeViscosidadeTensão interfacial(kg/m³)(mPa.s)com água (mN/m)9981-914,352,215,57				

\*valores obtidos por Peixoto (2019)

### 4.6 Filmagens

Com o intuito de representar o estado de agitação no sistema de água/óleo, foram efetuadas filmagens utilizando uma câmera de alta definição Sony HDRCX-405, sob a iluminação proporcionada por refletores LED. Essas filmagens foram empregadas para a análise e descrição da pluma gasosa no modelo e da dispersão de gotas de óleo (óleo de soja colorido com anilina azul), injetadas através da lança, para representar o fluxo do dessulfurante na panela com a lança, conforme ilustrado na Figura 4.6.



Figura 4.6: Estado de agitação no sistema água/óleo

Fonte: a autora.

Em seguida, os resultados obtidos nas filmagens foram comparados com simulações matemáticas. Essas simulações são modelos teóricos que ajudam a prever como fenômenos físicos, como a dispersão de partículas, podem acontecer em diferentes situações.

# **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Nessa seção são apresentados e discutidos os resultados referentes ao tempo de homogeneização e ao coeficiente de transferência de massa, tanto para a lança centralizada quanto descentralizada, e também o efeito da vazão de injeção. Por fim, foi realizada uma comparação dos resultados obtidos neste trabalho e resultados disponíveis na literatura.

# 5.1 Tempo de Homogeneização

### 5.1.1 Homogeneização com a Lança Centralizada

A Figura 5.1 apresenta o tempo de homogeneização para a lança centralizada obtido por condutimetria; adicionalmente são incluídos os dados de Perasoli *et al.* (2023a).





Comparando-se os resultados apresentados entre diferentes vazões para cada velocidade de rotação da lança pode-se afirmar que:

i. Orpm: A vazão de 20L/min apresenta o menor tempo médio de homogeneização (25,77 segundos), seguido por 15L/min (28,06 segundos) e, por último, 10L/min (34,67 segundos). Em termos de consistência, os resultados para a vazão de 15L/min apresentam o menor desvio padrão (3,09 segundos), enquanto para a vazão de 10L/min tem-se o maior desvio padrão

(4,86 segundos). O desvio padrão referente à vazão de 20L/min foi de 3,80 segundos;

- ii. 10rpm: Como antes o tempo médio de homogeneização diminui com o aumento da vazão de gás, 25,75 segundos (20L/min), 29,93 segundos (15L/min) e 33,59 segundos (10L/min). Os desvios padrão foram de 2,34 segundos (20L/min), 2,78 segundos (15L/min) e 5,83 segundos (10L/min);
- iii. 15rpm: Os tempos de homogeneização foram 26,64 segundos (20L/min), 26,92 segundos (15L/min) e, por último, 35,14 segundos (10L/min); os desvios-padrão foram, respectivamente, 4,04 segundos, 2,45 segundos, 4,36 segundos.
- iv. Quando comparados com a lança de dois furos centralizada (PERASOLI *et al.*, 2023a), os tempos médios de homogeneização com um furo apenas se mostraram consistentemente menores em todas as condições.

Apesar dos tempos médios de homogeneização apontarem tendências, apenas uma análise estatística permite identificar se existe diferença entre tempos de mistura. Para isso, foram realizados testes estatísticos com o auxílio do *software* Minitab<sup>TM</sup>.

A primeira avaliação foi com relação à distribuição normal dos dados. A Figura 5.2 apresenta os resultados referentes ao teste de normalidade para os tempos de homogeneização obtidos nas diferentes condições de rotação de lança e vazões com a lança centralizada.



Figura 5.2: Gráfico referente ao teste de normalidade para os valores de tempo de mistura, para lança na posição centralizada, várias vazões e rotações

Fonte: a autora.

Conforme mostrado na figura 5.2, todas as condições de teste atenderam a distribuição normal, uma vez que o valor-P foi maior que 0,05 em todas elas.

Uma vez confirmada a distribuição normal dos dados, foi utilizado o método de análise de variância (ANOVA) para comparar o tempo médio de homogeneização para cada condição avaliada. A Figura 5.3 apresenta o resultado dessa análise para a condição de lança centralizada e sem rotação (0rpm) e diferentes vazões (10L/min, 15L/min e 20L/min).

Figura 5.3: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazões de 10L/min, 15L/min e 20L/min, lança centralizada e sem rotação

ANOVA com um fator: Central - 10 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 20 l/min 0 rpm

#### Método

Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância α = 0,05 Linhas não usadas 4

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

### Informações dos Fatores

Fator Níveis Valores

Fator 3 Central - 10 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 20 l/min 0 rpm

#### Análise de Variância

 Fonte
 GL
 SQ
 (Aj.)
 QM
 (Aj.)
 Valor F
 Valor-P

 Fator
 2
 404,6
 202,30
 10,73
 0,001

 Erro
 23
 433,6
 18,85
 10,73
 0,001

 Total
 25
 838,2
 10,73
 10,73
 10,73
 10,73

#### Sumário do Modelo

#### S R2 R2(aj) R2(pred)

4,34187 48,27% 43,77% 34,65% Médias

Fator	Ν	Média	DesvPad	IC de 95%
Central - 10 l/min - 0 rpm	10	34,67	5,13	(31,83; 37,51)
Central - 15 l/min - 0 rpm	7	28,06	3,34	(24,67; 31,46)
Central - 20 l/min 0 rpm	9	25,77	4,04	(22,77; 28,76)

DesvPad Combinado = 4,34187



Fonte: a autora.

A análise de variância comparou os tempos médios de homogeneização para as vazões de 10L/min, 15L/min e 20L/min. Como o valor-P é igual a 0,001, ou seja, menor que 0,05, a hipótese de que todas as médias são iguais foi rejeitada. Há pelo menos uma média com diferença estatística. Avaliando o intervalo de confiança do tempo de homogeneização para cada uma das três vazões, observa-se que o tempo referente a vazão de 10L/min, pode ser o tempo com diferença estatística. Para comprovar essa hipótese uma nova análise de variância foi realizada comparando os tempos de homogeneização para as vazões de 15L/min e 20L/min (Figura 5.4).

```
Figura 5.4: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazões de 15L/min e 20L/min, lança centralizada e sem rotação
```

ANOVA com um fator: Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 20 l/min 0 rpm

### Método

Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância α = 0,05 Linhas não usadas 4

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

### Informações dos Fatores

 Fator
 Níveis Valores

 Fator
 2 Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 20 l/min 0 rpm

#### Análise de Variância

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Fator	1	20,67	20,67	1,47	0,246
Erro	14	197,06	14,08		
Total	15	217,73			

### Sumário do Modelo

 S
 R2
 R2(aj)
 R2(pred)

 3,75175
 9,50%
 3,03%
 0,00%

Médias

Fator	Ν	Média	DesvPad	IC de 95%
Central - 15 l/min - 0 rpm	7	28,06	3,34	(25,02; 31,10)
Central - 20 l/min 0 rpm	9	25,77	4,04	(23,09; 28,45)

DesvPad Combinado = 3,75175



Fonte: a autora.

Como o valor-P foi igual 0,246, ou seja, maior que 0,05, a hipótese das médias serem iguais foi aceita, indicando que não há diferença estatística entre o tempo de homogeneização para as vazões de 15L/min e 20L/min. Dessa forma, é possível afirmar que, para a condição de lança centralizada e sem rotação (0rpm), o tempo de homogeneização é estatisticamente menor quando a vazão aumenta de 10L/min para 15L/min e, a partir daí, não apresenta mais diferença estatística quando comparado à vazão de 20L/min.

Análises estatísticas similares à anterior foram realizadas para comparar o efeito do aumento da vazão para as condições de rotação da lança com 10rpm e 15rpm. A Tabela 5.1 apresenta o resumo das análises, com o valor-P de cada condição avaliada e a respectiva confirmação de igualdade.

Lança	Rotação	Vazão (L/min)	Tempo médio (s)	Valor-P	Interpretação do valor-P	
		10	33,59		Pelo menos um dos tempos de	
Centralizada	10rpm	15	29,93	0,001	homogeneização para as vazões	
		20	25,75		avaliadas é estatisticamente diferente	
Controlizodo	10,000	15	29,93	0,004	Há diferença estatística entre os	
Centralizada	Torpin	20	25,75		vazões avaliadas	
	15 rpm	10	35,14	0,000	Pelo menos um dos tempos de	
Centralizada		15	26,92		homogeneização para as vazões	
		20	26,64		avaliadas é estatisticamente diferente	
Controlizodo	15	15	26,92	0.964	Não há diferença estatística entre os	
Centralizada	rərpin	20	26,64	0,864	vazões avaliadas	

Tabela 5.1: Valor-P com sua respectiva interpretação para cada condição de teste com a lança centralizada

Fonte: a autora.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.1, quando a rotação é de 10rpm, a medida que a vazão aumenta, o tempo médio de homogeneização diminui, sendo essa diferença estatisticamente comprovada. Contudo, quando a rotação passa para 15rpm, a única variação estatisticamente comprovada, ocorre quando a vazão aumenta de 10L/min para 15L/min, ou seja, entre 15L/min e 20L/min, não há diferença estatística.

Em seguida foi realizada a comparação dos dados experimentais obtidos neste trabalho, com aqueles fornecidos em Perasoli *et al.* (2023a). A Figura 5.5 (a e b) apresenta os resultados da análise de variância para comparação dos tempos médios de homogeneização

em ambos os trabalhos com a lança sem rotação (0rpm) e vazões de 10L/min e 15L/min, respectivamente.

Figura 5.5: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazões de 10L/min e 15L/min, lança centralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos

(a) ANOVA com um fator: Per. Central - 10 l/min - 0 rpm; Central - 10 l/min - 0 rpm	(b) ANOVA com um fator: Per. Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 0 rpm
Método	Método
Hipótese nula       Todas as médias são iguais         Hipótese alternativa       Nem todas as médias são iguais         Nível de significância α = 0,05       Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise         Informações dos Fatores       Fator Níveis Valores         Fator       2 Per. Central - 10 l/min - 0 rpm; Central - 10 l/min - 0 rpm	Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância α = 0,05 Linhas não usadas 3 <i>Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise</i> Informações dos Fatores Fator Níveis Valores Fator 2 Per. Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 0 rpm
Análise de Variância	Análise de Variância
Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P	Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P
Fator 1 186,9 186,91 9,26 0,007 Erro 18 363,2 20,18 Total 19 550,1 <b>Sumário do Modelo</b>	Fator 1 79,50 79,50 5,37 0,037 Erro 13 192,47 14,81 Total 14 271,97 <b>Sumário do Modelo</b>
S R2 R2(aj) R2(pred)	S R2 R2(aj) R2(pred)
4,49216 33,98% 30,31% 18,49%	3,84778 29,23% 23,79% 6,22%
Médias	Médias
Fator N Média DesvPad IC de 95%	Fator N Média DesvPad IC de 95%
Per. Central - 10 I/min - 0 rpm         40,78         3,75 (37,80; 43,77)           Central - 10 I/min - 0 rpm         10         34,67         5,13 (31,69; 37,65)           DesvPad Combinado = 4,49216         5,13 (31,69; 37,65)         5,13 (31,69; 37,65)	Per. Central - 15 l/min - 0 rpm         8         32,67         4,24 (29,74; 35,61)           Central - 15 l/min - 0 rpm         7         28,06         3,34 (24,92; 31,20)           DesvPad Combinado = 3,84778         7         28,06         3,34 (24,92; 31,20)
Gráfico de Intervalos de Per. Central; Central - 10 IC de 95% para a Média	Gráfico de Intervalos de Per. Central; Central - 15 IC de 95% para a Média



Fonte: a autora utilizando a base de dados de Perasoli et al. (2023a).

Pode-se observar na Figura 5.5(a), no qual o valor-P foi de 0,007, que os tempos médios de homogeneização com a lança centralizada, sem rotação (0rpm) e vazão de 10L/min obtidos nesse trabalho (1 furo) tem diferença estatística quando comparados aos resultados na mesma condição de teste do trabalho realizado por Perasoli *et al.* (2023a), (2 furos). Com a lança centralizada, sem rotação e vazão de 10L/min, o tempo de homogeneização médio com um furo foi menor do que o tempo obtido com a lança com dois furos, Perasoli *et al.* (2023a).

Resultado similar é mostrado na Figura 5.5(b), para a condição de vazão de 15L/min no qual o valor-P foi de 0,037, indicando que há diferença estatística entre os tempos de homogeneização.

A Figura 5.6 apresenta o resultado da análise de variância para comparação dos tempos médios de homogeneização obtidos nesse trabalho e aqueles obtidos por Perasoli *et al.* (2023a) para a lança sem rotação (0rpm) e vazão de 20L/min.

Figura 5.6: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazão de 20L/min, lança centralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos

ANOVA com um fator: Per. Central - 20 I/min 0 rpm; Central - 20 I/min 0 rpm Método

Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância α = 0,05 Linhas não usadas 1

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

### Informações dos Fatores

Fator Níveis Valores

Fator 2 Per. Central - 20 l/min 0 rpm; Central - 20 l/min 0 rpm Análise de Variância

#### Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P

 Fator
 1
 20,22
 20,22
 1,76
 0,202

 Erro
 17
 195,17
 11,48
 100
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 110
 <

### S R2 R2(aj) R2(pred)

3,38834 9,39% 4,06% 0,00% Médias

Fator		Média	DesvPad	IC de 95%		
Per. Central - 20 l/min 0 rpm	10	27,835	2,685	(25,574;	30,096)	
Central - 20 l/min 0 rpm	9	25,77	4,04	(23,39;	28,15)	

DesvPad Combinado = 3,38834



Fonte: a autora utilizando a base de dados de Perasoli et al. (2023a).

Pode-se observar na Figura 5.6, no qual o valor-P foi de 0,202, que o tempo médio de homogeneização com a lança centralizada, sem rotação (0rpm) e vazão de 20L/min obtido nesse trabalho (1 furo) não apresenta diferença estatística quando comparado aos resultados na mesma condição de teste do trabalho realizado por Perasoli *et al.* (2023a), (2 furos).

### 5.1.2 Homogeneização com a Lança Descentralizada

A Figura 5.7 apresenta os resultados de tempo de homogeneização com lança descentralizada, obtidos neste trabalho. Adicionalmente foram incluídos os dados de Perasoli *et al.* (2023a).





Comparando-se os resultados apresentados entre diferentes vazões para cada velocidade de rotação da lança pode-se afirmar que:

i. Orpm: para a vazão de 20L/min foi obtido o menor tempo médio de homogeneização (26,87 segundos), seguida pela vazão de 15L/min (29,99 segundos) e, por último, a vazão de 10L/min (37,37 segundos). Em termos de consistência, os resultados para a vazão de 10L/min apresentaram o menor desvio padrão (3,20 segundos), enquanto para a vazão de 20L/min tem-se o maior desvio padrão (3,69 segundos). O desvio padrão referente à vazão de 15L/min foi de 3,26 segundos;

- ii. 10rpm: para a vazão de 20L/min foi obtido o menor tempo médio de homogeneização (27,80 segundos), seguida pela vazão de 15L/min (30,47 segundos) e, por último, a vazão de 10L/min (36,61 segundos). Os desvios padrão foram de 2,73 segundos (20L/min), 4,06 segundos (15L/min) e 4,04 segundos (10L/min);
- iii. 15rpm: para a vazão de 20L/min foi obtido o menor tempo de homogeneização (26,62 segundos), seguida pela vazão de 15L/min (29,98 segundos) e, 10L/min (35,58 segundos); os desvios-padrão foram, 2,39 segundos, 2,80 segundos, 4,34 segundos, respectivamente;

Como mostra a Figura 5.7 existem similaridades quantos aos tempos de homogeneização, quando comparados com aqueles reportados por PERASOLI *et al.* (2023a), que realizou testes em condições semelhantes, com lança de dois furos. Assim como no item 5.1.1, neste item foram realizadas análises estatísticas para avaliar se há diferenças entre os tempos médios de homogeneização obtidos para cada condição.

A Figura 5.8 apresenta os resultados referentes ao teste de normalidade para os tempos de homogeneização obtidos nas diferentes condições de rotação de lança e vazões com a lança descentralizada.



Uma vez confirmada a distribuição normal dos dados, foi utilizado o método de análise de variância (ANOVA) para comparar o tempo médio de homogeneização para cada

condição avaliada. A Figura 5.9 apresenta o resultado dessa análise para a condição de lança descentralizada e sem rotação (0rpm) e diferentes vazões (10L/min, 15L/min e 20L/min).

Figura 5.9: Resultado da análise de variância comparando os tempos médios de homogeneização para lança descentralizada com um furo, 0rpm e vazões de 10L/min, 15L/min e 20L/min

ANOVA com um fator: Descentral - 10 l/min - 0 rpm; Descentral - 15 l/min - 0 rpm; Descentral - 20 l/min 0 rpm

Método Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância  $\alpha$  = 0,05 Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise Informações dos Fatores Fator Níveis Valores 3 Descentral - 10 l/min - 0 rpm; Descentral - 15 l/min - 0 rpm; Descentral - 20 Fator l/min 0 rpm Análise de Variância Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P Fator 582,0 290,99 22,75 0,000 2 Erro 27 345,3 12,79 Total 29 927.3 Sumário do Modelo R2 R2(aj) R2(pred) S

3,57629 62,76% 60,00% 54,02%

### Médias

Fator	Ν	Média	DesvPad	IC de 95%
Descentral - 10 l/min - 0 rpm	10	37,37	3,38	(35,05; 39,69)
Descentral - 15 l/min - 0 rpm	10	29,99	3,44	(27,66; 32,31)
Descentral - 20 l/min 0 rpm	10	26,86	3,89	(24,54; 29,19)

DesvPad Combinado = 3,57629



Como o valor-P foi 0,000, ou seja, menor que 0,05, é correto afirmar que há pelo menos um tempo médio com diferença estatística, sendo provavelmente, o tempo obtido na vazão de 10L/min. Para confirmar essa afirmação, foi realizada outra análise de variância, dessa vez comparando as vazões de 15L/min e 20L/min (Figura 5.10).

Figura 5.10: Resultado da análise de variância comparando os tempos médios de homogeneização para lança descentralizada com um furo, 0rpm e vazões de 15L/min e 20L/min

ANOVA com um fator: Descentral - 15 l/min - 0 rpm; Descentral - 20 l/min 0 rpm

### Método

 $\begin{array}{lll} Hipótese nula & Todas as médias são iguais \\ Hipótese alternativa & Nem todas as médias são iguais \\ Nível de significância $\alpha$ = 0,05 \\ \end{array}$ 

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise Informações dos Fatores

### Fator Níveis Valores

Fator 2 Descentral - 15 l/min - 0 rpm; Descentral - 20 l/min 0 rpm

#### Análise de Variância

 Fonte
 GL SQ (Aj.)
 QM (Aj.)
 Valor F
 Valor-P

 Fator
 1
 48,67
 48,67
 3,61
 0,074

Erro 18 242,80 13,49 Total 19 291,47

### Sumário do Modelo

### S R2 R2(aj) R2(pred)

3,67272 16,70% 12,07% 0,00% Médias

Fator	Ν	Média	DesvPad	IC de 95%
Descentral - 15 l/min - 0 rpm	10	29,99	3,44	(27,54; 32,43)
Descentral - 20 l/min 0 rpm	10	26,86	3,89	(24,42; 29,31)

DesvPad Combinado = 3,67272



Como o valor-P foi igual 0,074, ou seja, maior que 0,05, a hipótese das médias serem iguais foi aceita, indicando que não há diferença estatística entre o tempo de homogeneização para as vazões de 15L/min e 20L/min. Dessa forma, é possível afirmar que, para a condição de lança descentralizada e sem rotação (0rpm), o tempo de homogeneização é estatisticamente menor quando a vazão aumenta de 10L/min para 15L/min e, a partir daí, não apresenta mais diferença estatística quando comparado à vazão de 20L/min.

Análises estatísticas similares à anterior foram realizadas para comparar o efeito do aumento da vazão para as condições de rotação da lança com 10rpm e 15rpm. A Tabela 5.2 apresenta o resumo das análises, com o valor-P de cada condição avaliada e a respectiva confirmação de igualdade.

Lança	Rotação	Vazão (L/min)	Tempo médio (s)	Valor-P	Interpretação do valor-P			
		10	36,61		Pelo menos um dos tempos de			
Descentralizada	10	15	30,47	0,000	homogeneização para as vazões			
		20	27,8		avaliadas é estatisticamente diferente			
Descentralizada	10	15	30,47	0.152	Não há diferença estatística entre os			
Descentralizada	10	20	27,8	0,155	0,155	0,155	vazões avaliadas	
		10	35,58		Pelo menos um dos tempos de			
Descentralizada	15	15	29,98	0,000	homogeneização para as vazões			
		20	26,62		avaliadas e estatisticamente diferente			
Descentralizado	15	15	29,98	0.014	Há diferença estatística entre os			
Descentranzada	15	20	26,62	0,014	vazões avaliadas			

Tabela 5.2: Valor-P com sua respectiva interpretação para cada condição de teste com a lança descentralizada

Fonte: a autora.

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 5.2, para a rotação de 10rpm, quando a vazão aumenta de 10L/min para 15L/min, o tempo médio de homogeneização diminui e essa diferença é estatisticamente comprovada. No entanto, quando a vazão varia de 15L/min para 20L/min, não há diferença nos tempos médios de homogeneização. Para a rotação de 15rpm, à medida que a vazão aumenta, o tempo médio de homogeneização diminui, sendo essa diferença estatisticamente comprovada para todas as vazões.

Em seguida foi realizada a comparação dos dados experimentais obtidos neste trabalho, com aqueles fornecidos em Perasoli *et al.* (2023a). A Figura 5.11 apresenta os resultados da análise de variância para comparação dos tempos médios de homogeneização em ambos os trabalhos com a lança descentralizada sem rotação (0rpm) e vazão de 10L/min.

Figura 5.11: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização com vazão de 10L/min, lança descentralizada e sem rotação: 1 bico versus 2 bicos

ANOVA com um fator: Per. Desc - 10 l/min - 0 rpm; Descentral - 10 l/min - 0 rpm Método

Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância α = 0,05

Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise

### Informações dos Fatores

#### Fator Níveis Valores

Fator 2 Per. Desc - 10 l/min - 0 rpm; Descentral - 10 l/min - 0 rpm Análise de Variância

#### -----

### Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P

Fator 1 48,55 48,547 6,38 0,021 Erro 18 137,07 7,615 Total 19 185,62

#### Sumário do Modelo

S	R2	R2(aj)	R2(pred)
2,75956	26,15%	22,05%	8,83%

### Médias

Fator	Ν	Média	DesvPad	IC de	95%
Per. Desc - 10 l/min - 0 rpm	10	34,253	1,959	(32,420;	36,086)
Descentral - 10 l/min - 0 rpm	10	37,37	3,38	(35,54;	39,20)

DesvPad Combinado = 2,75956



Fonte: a autora utilizando a base de dados de Perasoli et al. (2023a).

Pode-se observar na Figura 5.11, que o valor-P foi de 0,021, que o tempo médio de homogeneização com a lança descentralizada, sem rotação (0rpm) e vazão de 10L/min obtido nesse trabalho (1 furo) possui diferença estatística quando comparado aos resultados na mesma condição de teste do trabalho realizado por Perasoli *et al.* (2023a). O tempo médio de homogeneização com um furo é estatisticamente maior que o tempo médio obtido Perasoli *et al.* (2023a) para a lança com dois furos. Vale destacar que esse resultado é divergente daquele

obtido quando a lança estava centralizada. Nesse último caso, o tempo médio de homogeneização para a lança com um bico foi estatisticamente menor.

A Figura 5.12 (a e b) apresenta o resultado da análise de variância para comparação dos tempos médios de homogeneização obtidos nesse trabalho e aqueles obtidos por Perasoli *et al.* (2023a) para a lança descentralizada, sem rotação (0rpm) e vazões de 15L/min e 20L/min.





Fonte: a autora utilizando a base de dados de Perasoli et al. (2023a).

Pode-se observar na Figura 5.12 (a), no qual o valor-P foi de 0,399, que o tempo médio de homogeneização com a lança descentralizada, sem rotação (0rpm) e vazão de 15L/min obtido nesse trabalho (1 furo) não possui diferença estatística quando comparado aos resultados na mesma condição de teste do trabalho realizado por Perasoli *et al.* (2023a). De maneira similar, a Figura 5.12 (b), na qual o valor-P foi de 0,313, mostrou que também não há diferença estatística para a vazão de 20 L/min. Esses resultados apontam para o fato de que,

com a lança descentralizada, o aumento da vazão passa a compensar o efeito da obstrução de furo.

# 5.1.3 Comparação dos Resultados da Lança Centralizada e Descentralizada

Comparando-se os resultados da lança centralizada e lança descentralizada de um furo, para uma mesma vazão e rotação, percebe-se que na grande maioria das condições não há diferença estatística entre os tempos médios de homogeneização. Essa afirmação foi comprovada pelo resultado da análise de variância aplicada aos tempos médios de homogeneização de cada condição. A única exceção foi para a condição de 15L/min e rotação de 15rpm. Nessa condição, os tempos médios com a lança centralizada e descentralizada apresentam diferença estatística. A Tabela 5.3 apresenta um resumo desses resultados, com a respectiva interpretação do valor-P.

descentral	lizada
T	

Lança	Rotação	Vazão (L/min)	Tempo médio (s)	Valor-P	Interpretação do valor-P
Centralizada	0	10	34,67	0.101	Não há diferença estatística ent
Descentralizada	0	10	37,37	0,181	a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	0	15	28,06	0.200	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	0	15	29,99	0,209	a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	0	20	25,77	0,555	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	0	20	26,86		a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	10	10	33,59	0,218	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	10	10	36,61		a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	10	15	29,92	0,756	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	10	15	30,47		a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	10	20	25,75	0,125	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	10	20	27,8		a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	15	10	35,14	0,838	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	15	10	35,58		a rotação e vazões avaliadas
Centralizada	15	15	26,92	0,024	Há diferença estatística entre os
Descentralizada	15	15	29,98		rotação e as vazões avaliadas
Centralizada	15	20	26,64	0,989	Não há diferença estatística entre
Descentralizada	15	20	26,62		a rotação e vazões avaliadas

Fonte: a autora.

Por fim, comparou-se o efeito apenas da rotação tanto para a lança centralizada quanto para a lança descentralizada. Para tanto, fixou-se a vazão em 10L/min, 15L/min e 20L/min, respectivamente, e variou-se apenas a rotação, tanto para a condição de lança centralizada, quanto para a lança descentralizada. Os resultados são mostrados nas Figuras 5.13 a 5.15.

Figura 5.13: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança centralizada e descentralizada para a vazão de 10L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm ANOVA com um fator: Central - 10 l/min - 0 rpm; Central - 10 l/min - 10 rpm; Central - 10 l/min - 15 rpm; Descentra

Método		0 1/1111	o ipin, central - io i, min - io ipin, centra
Hipótese nula Todas as Hipótese alternativa Nem too Nível de significância a = 0,05 Linhas não usadas 1	a mé das a	dias são i as médias	guais são iguais
Assumiu-se igualdade de variân	ncias	para a an	álise
Fator Níveis Valores	-		
Fator 6 Central - 10 l/min 15 rpm; Descentra Descentral - 10 l/r Análise de Variância	- 0 i al - 1 min -	rpm; Centr 0 l/min - ( - 15 rpm	al - 10 l/min - 10 rpm; Central - 10 l/min - ) rpm; Descentral - 10 l/min - 10 rpm;
Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Val	or F	Valor-P	
Fator 5 91,92 18,38	0,81	0,547	
Erro 53 1201,96 22,68			
Total 58 1293,87			
Sumário do Modelo			
S R2 R2(aj) R2(pred 4,76219 7,10% 0,00% 0,00% Médias	<u>4)</u> %		
Fator	Ν	Média D	esvPad IC de 95%
Central - 10 l/min - 0 rpm	10	34,67	5,13 (31,65; 37,69)
Central - 10 l/min - 10 rpm	10	33,59	6,15 (30,57; 36,61)
Central - 10 l/min - 15 rpm	10	35,14	4,59 (32,12; 38,16)
Descentral - 10 l/min - 0 rpm	10	37,37	3,38 (34,35; 40,39)
Descentral - 10 l/min - 10 rpm	10	36,61	4,26 (33,59; 39,63)
Descentral - 10 l/min - 15 rpm DesvPad Combinado = 4 76219	9	35,58	4,60 (32,39; 38,76)



Fonte: a autora.

A análise de variância comparando os tempos médios de homogeneização para as condições de lança centralizada e descentralizada, e com vazão de 10L/min, mostrou que não há diferença estatística em função da rotação da lança.

Figura 5.14: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança centralizada e descentralizada para a vazão de 15L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm

ANOVA com um fator: Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 10 rpm; Central - 15 l/min - 15 rpm; Descentra

Método Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância  $\alpha = 0.05$ Linhas não usadas 4 Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise Informações dos Fatores Fator Níveis Valores 6 Central - 15 l/min - 0 rpm; Central - 15 l/min - 10 rpm; Central - 15 l/min -Fator 15 rpm; Descentral - 15 l/min - 0 rpm; Descentral - 15 l/min - 10 rpm; Descentral - 15 l/min - 15 rpm Análise de Variância Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P Fator593,7618,75Erro50546,6610,93 1,72 0,148 Total 55 640,42 Sumário do Modelo R2 R2(aj) R2(pred) s 3,30654 14,64% 6,10% 0.00% Médias N Média DesvPad IC de 95% Fator Central - 15 l/min - 0 rpm 7 28.06 3.34 (25.55: 30.57) Central - 15 l/min - 10 rpm 9 29,929 2,950 (27,715; 32,143) Central - 15 l/min - 15 rpm 10 26,922 2,583 (24,822; 29,022) Descentral - 15 l/min - 0 rpm 10 29,99 3,44 (27,88; 32,09) Descentral - 15 l/min - 10 rpm 10 30,47 4,28 (28,37; 32,57) Descentral - 15 l/min - 15 rpm 10 29,978 2,952 (27,878; 32,078) DesvPad Combinado = 3,30654



Fonte: a autora.

A análise de variância comparando os tempos médios de homogeneização para as condições de lança centralizada e descentralizada, e com vazão de 15L/min, também mostrou que não há diferença estatística em função da rotação da lança. O efeito relevante no tempo médio de homogeneização continuou sendo aquele da vazão.

Figura 5.15: Resultado da análise de variância para o tempo de homogeneização da lança centralizada e

descentralizada para a vazão de 20L/min e rotação variando de 0rpm à 15rpm

ANOVA com um fator: Central - 20 l/min 0 rpm; Central - 20 l/min 10 rpm; Central - 20 l/min 15 rpm; Descentral Método Hipótese nula Todas as médias são iguais Hipótese alternativa Nem todas as médias são iguais Nível de significância  $\alpha$  = 0,05 Linhas não usadas 4 Assumiu-se igualdade de variâncias para a análise Informações dos Fatores Fator Níveis Valores Fator 6 Central - 20 I/min 0 rpm; Central - 20 I/min 10 rpm; Central - 20 I/min 15 rpm; Descentral - 20 l/min 0 rpm; Descentral - 20 l/min 10 rpm; Descentral -20 l/min 15 rpm Análise de Variância Fonte GL SQ (Aj.) QM (Aj.) Valor F Valor-P Fator 5 25,52 5,103 0.44 0.821 Erro 50 584,97 11,699 Total 55 610.49 Sumário do Modelo S R2 R2(aj) R2(pred) 3.42044 4.18% 0.00% 0.00% Médias Fator N Média DesvPad IC de 95% Central - 20 l/min 0 rpm Central - 20 l/min 10 rpm 9 25,77 10 25,748 4,04 (23,48; 28,06) 2,467 (23,575; 27,921) Central - 20 l/min 15 rpm 9 26,64 4,28 (24,35; 28,93) Descentral - 20 l/min 0 rpm 10 26,86 3,89 (24,69; 29,04) Descentral - 20 l/min 10 rpm 8 27,80 2.92 (25.37: 30.23) Descentral - 20 l/min 15 rpm 10 26,621 2,523 (24,448; 28,794) DesvPad Combinado = 3.42044 Gráfico de Intervalos de Central - 20; Central - 20; ... IC de 95% para a Média 31 30 29 28 Dados 27 26 25 24



20 Unin 5 rpm

.20 1min

23

P

20 Unino rom

20 Vinin Drpm

- 20 Unin 5 10m

Por fim, a análise de variância comparando os tempos médios de homogeneização para as condições de lança centralizada e descentralizada, e com vazão de 20L/min, também mostrou que não há diferença estatística em função da rotação da lança.

De um modo geral, as avaliações estatísticas dos tempos médios de homogeneização evidenciaram que, em praticamente todas as condições, as vazões de injeção influenciam de maneira muito mais relevante nos resultados do que a posição da lança ou mesmo a rotação da mesma.

O desvio padrão combinado foi usado para calcular os intervalos

Fonte: a autora.

### 5.2 Taxa de Transferência de Massa

Neste estudo, foram realizados experimentos com o objetivo de investigar os efeitos da rotação da lança e vazão na velocidade de transferência de massa. A velocidade de transferência de massa, representada pela inclinação da reta  $\ln(C_0 / C)$  versus tempo (t), foi utilizada como um parâmetro cinético para avaliar a taxa de transferência entre o reagente injetado na panela (óleo) e o líquido presente na panela (água com Timol).

Os resultados dos ensaios são apresentados na Figura 5.16.



Figura 5.16: Determinação da taxa de transferência (K) em função da rotação e vazão

#### Fonte: a autora.

Pode-se observar nos gráficos que há uma correlação entre a taxa de transferência de massa e a variação de rotação e/ou vazão de gás. À medida que a vazão de gás aumenta, observa-se um aumento de valores do coeficiente de transferência (k) de massa. Quanto à rotação, a taxa de transferência de massa também aumenta quando a velocidade de rotação aumenta.

Esse estudo foi conduzido em um modelo reduzido em escala 1:7 de um reator de dessulfuração de gusa, operando em condições similares ao trabalho realizado por (PERASOLI *et al.*, 2023b), exceto pela obstrução de um dos bicos da lança, volume e posição descentralizada da lança. Os resultados de (PERASOLI *et al.*, 2023b) são apresentados na Figura 5.17.



Figura 5.17: Coeficiente de transferência de massa (k) em função da rotação e vazão

Fonte: PERASOLI et al. (2023b).

Comparando-se os resultados obtidos, não se percebe diferença significativa entre os coeficientes de transferência de massa, para um ou dois furos. Isso significa que, mesmo com o bico obstruído na primeira configuração, a vazão de 15L/min foi suficiente para manter a eficiência do processo de transferência de massa em níveis similares aos da segunda configuração, que contava com dois bicos.

Esses resultados indicam que a presença de um bico obstruído descentralizado não impediu a efetiva dispersão do material em relação à configuração de dois bicos descentralizados.

### **5.3 Caracterizações Qualitativa do Fluxo**

Neste estudo, o fluxo de dispersão de óleo foi avaliado por meio de filmagens que registraram a dinâmica do processo em diferentes momentos. Duas configurações de lança com um dos bicos obstruído foram investigadas: uma lança sem rotação e descentralizada, e outra lança também descentralizada, mas desta vez com uma rotação constante de 15 rotações por minuto (rpm). Os tempos analisados foram 2s, 3s, 5s, 10s e 15s.

### 5.3.1 Fluxo por Filmagens da Lança Descentralizada e sem Rotação

Na Figura 5.18, pode-se observar que, no ensaio realizado com a lança de um furo, fixa e descentralizada, o óleo disperso exibiu uma evolução significativa ao longo do tempo. Conforme os tempos de dispersão avançavam, a dispersão do óleo se intensificava e se espalhava em diferentes direções, cobrindo uma área maior. Essa configuração mostrou-se efetiva em promover a dispersão do óleo, mesmo sem a presença de rotação.



Figura 5.18: Caracterização da pluma na vazão de 15L/min e lança com um furo, descentralizada e sem rotação

Além disso, é possível avaliar a pluma por meio da dispersão do gás. A pluma ascendente está concentrada apenas onde o bico não está obstruído, neste caso, no lado esquerdo.

Perasoli *et al.* (2023a) realizou aquisição de imagens, com lança com dois furos, apresentadas na Figura 5.19.





A pluma ascendente com uma concentração maior de gás pode ser observada ao redor da lança, bem como a penetração do gás na direção das paredes do modelo. O comportamento transitório da pluma, devido à turbulência, foi notado: a pluma não era simétrica, às vezes havia um deslocamento para o lado direito (imagem em 3s, como exemplo), e em seguida, a pluma era deslocada para o lado esquerdo (imagem em 15s).

Na Figura 5.20 percebe-se a o fluxo da dispersão da anilina na cor azul, com lança de um furo também descentralizada, sem rotação nos tempos: 1s, 2s, 3s, 5s e 10s.



Figura 5.20: Caracterização da pluma e dispersão do traçador para a lança descentralizada com um furo, na vazão de 15L/min e 0rpm (a) frontal e (b) lateral

**3**s

2s

5s Fonte: a autora.

15s

10s

Há dispersão inicial da anilina do lado esquerdo, onde se localiza o bico não obstruído. A partir de 5 segundos nota-se a anilina em direção às extremidades e por final, preenchendo todo o líquido da panela (15 segundos).

Perasoli *et al.* (2023b) realizou testes de aquisição de imagens também utilizando anilina azul, porém, com lança com dois furos, conforme ilustra a Figura 5.21.

Figura 5.21: Dispersão do traçador na vazão de 15L/min e lança centralizada com dois furos e sem rotação



Fonte: (PERASOLI et al., 2023b).

# 5.3.2 Fluxo de Óleo e Pluma por Filmagens da Lança Descentralizada com 15rpm

No caso da lança com um furo, descentralizada e com rotação de 15rpm, observou-se uma dinâmica ainda mais intensa de dispersão do óleo. As imagens da Figura 5.18 (que podem ser comparadas com as imagens da Figura 5.22) demonstram que a rotação contínua da lança impulsionou a fragmentação do óleo em partículas, favorecendo uma dispersão mais ampla e uniforme. Em tempos mais curtos, os efeitos da rotação se mostraram melhores, com uma cobertura maior da superfície afetada pelo óleo.

2s 3s 5s 10s 15s

Figura 5.22: Caracterização da pluma e da dispersão de óleo, na vazão de 15L/min e lança de um furo, descentralizada e com rotação de 15rpm

Fonte: a autora.

Por fim, a Figura 5.23 apresenta imagens de dispersão de anilina, para lança de um furo descentralizada, com a rotação de 15rpm.

Figura 5.23: Caracterização da pluma e dispersão do traçador para a lança de um furo, descentralizada, na vazão de 15L/min e 15rpm (a) frontal e (b) lateral



A análise comparativa do fluxo de líquido, utilizando filmagens, revelou que há diferenças na dispersão das partículas e na distribuição do fluxo em diferentes regiões da panela, embora as medições de tempo de mistura e de cinética de transferência de massa tenham indicado que essa alteração no fluxo não impacta significativamente o processo.

# 6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados e discussões realizadas nesse trabalho pode-se concluir que:

Os resultados obtidos nos testes de condutimetria, mostram que a vazão de gás de injeção é o parâmetro mais relevante para o tempo de homogeneização. Quanto maior a vazão, mais rápida é a homogeneização. No entanto, as análises realizadas no *software* Minitab<sup>TM</sup> mostram que na maioria das vezes não há diferença estatística no tempo de homogeneização para vazões de 15L/min e 20L/min, indicando que pode haver um ponto a partir do qual já não há mais necessidade de aumentar a vazão para se atingir a máxima eficiência. Isso indica que o controle adequado das vazões de gás é crucial para garantir a eficiência e a eficácia do processo de dessulfuração.

Em relação à rotação da lança, seu efeito é menos evidente. Em nenhum dos testes comprovou-se diferença estatística significativa no tempo de homogeneização.

A obstrução de um bico da lança não parece comprometer significativamente o processo de dessulfuração, pois a reação química ainda ocorre com eficácia. Dessa forma, é possível realizar o planejamento do momento mais adequado do processo para a troca da lança, evitando paradas desnecessárias ou interrupções durante momentos cruciais da produção de aço.

A análise comparativa do fluxo de líquido através das filmagens revelou que há diferenças na dispersão de anilina azul e na distribuição do fluxo em diferentes partes da panela. Observou-se uma dinâmica ainda mais intensa de dispersão quando aumenta a vazão. Contudo, é importante ressaltar que, apesar de existir uma clara diferença na dispersão de corante, as medições de tempo de mistura e taxa de transferência de massa indicaram que essa alteração no fluxo não teve um impacto significativo no comportamento do sistema.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

ABREU, S.G.P.T. Modelamento Físico de Transferência de Massa Aplicado ao Refino do Aço. 2019. 42 folhas. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2019.

CARVALHO, P.S.L.; MESQUITA, P.P.D.; ARAÚJO, E.D.G. Sustentabilidade da siderurgia brasileira: eficiência energética, emissões e competitividade. **BNDES Setorial**, Rio de Janeiro, v. 41, p. 181-236, 2015.

COSTA, H.J. Otimização do Processo de Dessulfuração de Gusa em Panela Através de Simulações Numéricas Computacionais. 2022. 75 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2022.

GRILLO, F.F. Estudo da Substituição da Fluorita por Alumina ou Sodalita e de Cal por Resíduo de Mármore em Escórias Sintéticas Dessulfurantes. 2015. 156 folhas. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo – SP. 2015.

HÜSKEN, R.; CAPPEL, J.; FECHNER, R. Use of Hot Metal with High Phosphorus Content in Combined Blowing BOF Converters. **Iron Steel & Technology.** v.8, n. 11, p. 46-57, 2011.

KIRMSE, O.J. Estudo do Comportamento Metalúrgico do Reator Kambara Através de Modelagem Física. 2006. 119 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais – REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2006.

KOROS, P.J. Hot Metal Pretreatment - An Overview Summary. **Iron Steelmak**, v. 11, n. 8, p. 32-35, 1984.

LEHNER, T.; KOROS, P.J.; RAMACHANDRAN, V.; RAMACHANDRAN, V. Injection in Process Metallurgy. California: Metals and Materials Society, v.2, 1991,

OLIVEIRA, S.M.D. Desenvolvimento de metodologia para prever a eficiência de dessulfuração do ferro-gusa através da termodinâmica computacional. 2015. 114 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Instituto Federal do Espírito Santo, Vitória, 2015.

PEIXOTO, J.J.M. Análise da turbulência e do comportamento metal-escória no interior de um reator RH e sua influência sobre a reação de dessulfuração do aço. 2019. 185 folhas. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2019.

PERASOLI, D.B.; GONÇAVES, A.S.; SILVA, C.L.; FILHO, C.B.; SILVA, C.A.; PEIXOTO, J.J.M. Desenvolvimento de Simulação de Fluidos na Panela com Injeção de Lança Submersa. 52° Seminário de Aciaria – Internacional ABM, Ouro Preto, 2023. São Paulo: ABM, 2023. (a)

PERASOLI, D.B.; SILVA, C.L.; FILHO, C.B.; SILVA, M.C.S.; PEIXOTO, J.J.M.; SILVA, C.A. Physical Modeling of Hot Metal Desulfurization Through Submerged Rotativa Lance. AISTech 2023 - Proceedings of the Iron & Steel Technology Conference, Detroit, Mich., USA, 2023. (b)

PINHO, A.B.B. Estudo da Redução do Consumo de Fundentes no Processo de Dessulfuração em Planta KR. 2018. 81 folhas. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2018.

RAPOSO, T.S. ANOVA Mista de dois Fatores com Medidas Repetidas ou Teste t Não Pareado da Diferença dos Escores. Uma Aplicação em Dados de um Treinamento de Equilíbrio em Jogadores de Basquete. 2016. 73 folhas. Monografia (Graduação em Estatística) – Departamento de Estatística - Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

REIS, R.G. Substituição de Fluorita por Nefelina no Processo de Dessulfuração de Gusa no KR. 2017. 39 folhas. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Faculdade Santa Rita – FASAR, Conselheiro Lafaiete, 2017.

SAMPAIO, R.A. Utilização dos Softwares de Termodinâmica Computacional no Estudo das Etapas de Pré-tratamento do Ferro-gusa. 2014. 151 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Instituto Federal do Espírito Santo, Vitória – ES, 2014.

SHAO, P.; ZHANG, T.; ZHANG, Z.; LIU, Y. Numerical Simulation on Gas-Liquid Flow in Mechanical-Gas Injection Coupled Stirred System. **ISLJ International**, v. 54, n. 7, p. 1507-1516, 2014.

SILVA, I.A. Modelamento Matemático e Simulação do Pré-Tratamento do Gusa por Injeção de Fluxantes. 1999. 213 folhas. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1999.

SILVA, M.A. Avaliação da Utilização de Agentes Dessulfurantes a Base de Carbureto de Cálcio Contendo Sodalita em Substituição à Fluorita em Carro Torpedo. 2012. 98 folhas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2012.

SILVA, C.L. Modelagem Física da Dessulfuração de Ferro Gusa em Panela com Lança Submersa Rotativa. 2023. 57 folhas. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2023.

WILSON, W.G.; MCLEAN, A. Desulfurization of Iron and Steel and Sulfide Shape Control. **The Iron & Steel Society of AIME**. Warrendale, USA, p. 1-41, 1980.

WU, R.; HU, Q.; LI, M.; CAI, S.; CHEN J. Evaluation of the forming limit of incremental sheet forming based on ductile damage. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 287, p. 116497, 2021.

XIAO, F.; LIAO, B.; SHAN, Y.; QIAO, G.; ZHONG, Y.; ZHANG, C.; YANG, K. Challenge of mechanical properties of an acicular ferrite pipeline steel. **Materials Science and Engineering: A**, v.421, n.1-2, p. 41- 52, 2006.
ZHANG, L.; THOMAS, B.G. State of the Art in Evaluation and Control of Steel Cleanliness - **ISIJ International**, v. 43, n. 3, p. 271-291, 2003.