



PRODUÇÃO DE CARBETO DE SILÍCIO EM ESCALA PILOTO

SILVA, L.C.R.¹, RODRIGUES, O.M.S.², MOREIRA, D.F.³,

¹Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Departamento de Engenharia de Minas, Laboratório de Flotação e Laboratório de Processamento de Minérios. e-mail: lidia.rezende@aluno.ufop.edu.br

²Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Departamento de Engenharia de Minas, Laboratório de Flotação e Laboratório de Processamento de Minérios.

³ Carbeto de Silício SIKA Brasil.

RESUMO

A produção de carbeto de silício é influenciada por diversos fatores, entre eles, a potência da operação e o método de montagem do forno. O objetivo do presente trabalho foi entender melhor a influência desses dois fatores na produção de carbeto de silício em escala piloto. Para tanto, foram realizados três testes no forno piloto da empresa Carbeto de Silício SIKA Brasil (antiga Saint-Gobain Materiais Cerâmicos), localizada em Barbacena (MG) e foi feita a caracterização das amostras dos materiais produzidos nestes testes. O primeiro teste foi realizado da maneira padrão, quando o forno é montado com blocos, o segundo consistiu na montagem de um forno sem blocos e no terceiro aumentou-se a potência da operação. Considerando o consumo específico da operação, a quantidade e a qualidade do material, a operação que apresentou os melhores resultados foi a padrão. As amostras das três operações apresentaram quartzo, cristobalita, wadsleyta, moissanita e almandina em sua composição mineralógica. Comparando-se as três amostras, concluiu-se que o material mais denso foi o do teste de alta potência, o menos denso, o do teste padrão e o material do forno sem blocos foi o menos friável.

PALAVRAS-CHAVE: Carbeto de silício; forno piloto; potência.

ABSTRACT

The production of silicon carbide is influenced by many factors, including the operational power and the assembling method of the furnace. The present work aimed to better understand the influence of these two factors in a pilot scale. For this, three tests were conducted in the pilot furnace of Carbeto de Silício SIKA Brasil unit (former Saint-Gobain Ceramic Materials), located in Barbacena (MG), and the three sample tests' were characterized. The first test consisted of mounting a standard furnace, when the furnace is assembled with walls, the second was mounted without the walls and the third was performed with higher power than usual. Considering the specific consumption, the quantity and the quality of the material, the operation that showed the best results was the standard test. Samples of quartz, cristobalite, parsley, moissanite and almandine were identified in the mineralogical composition of the three tests. After analyzing the samples, the most dense material was from the high power test and the less dense was from the standard test; the material from the test without walls was the less friable.

KEYWORDS: Silicon carbide; pilot furnace; power.

1. INTRODUÇÃO

Os benefícios alcançados pela utilização de plantas pilotos na indústria estão cada vez mais em evidência, visto que permitem a identificação de melhorias e a determinação de parâmetros ótimos de operação, possibilitando a redução de incertezas e visualização de oportunidades (SILVA, 2018). A Carbeto de Silício SIKA Brasil, localizada em Barbacena – MG, é uma empresa que possui vinte e um fornos industriais e, além disso, um forno piloto, onde são realizados testes que visam a melhoria de seus processos.

Segundo Izhevskiy et al. (2000), o carbeto de silício (SiC) é um material cerâmico que possui uma combinação de propriedades únicas, devido à ligação química altamente covalente (até 88%) que existe entre seus átomos. São elas: altíssima dureza, alta resistência ao desgaste, à oxidação, corrosão e abrasão, resistência a altas temperaturas, boa resistência ao choque térmico, boa condutividade térmica e baixo coeficiente de expansão térmica. Essas propriedades permitem que o carbeto de silício seja utilizado no setor metalúrgico, siderúrgico, de usinagem de materiais e em semicondutores, o que o torna um mineral de grande importância em processos industriais (BRAGA, 2011).

O carbeto de silício pode ser encontrado no mineral moissanita e é de ocorrência rara na natureza. Em 1891, Edward Goodrich Acheson, enquanto fazia um experimento que visava produzir diamante, conseguiu produzir cristais compostos de sílica e carbono. No entanto, foi Ferdinand Frederick Henri Moissan quem descobriu o mineral em seu estado natural, em 1921, quando identificou cristais de carbeto de silício em fragmentos de um meteorito, encontrado em uma cratera no Arizona, EUA (LINDSTAD, 2002).

Segundo Braga (2011), atualmente, a produção de carbeto de silício em escala industrial é realizada em fornos Acheson, onde ocorre o aquecimento de uma mistura rica em carbono (normalmente coque de petróleo) e areia silicosa. Durante o processo de formação, que pode atingir temperaturas de até 2700 °C, ocorre a redução carbotérmica da sílica, graças a passagem de corrente elétrica por uma resistência de grafite, localizada no centro da mistura de coque e areia, onde o mineral é formado (LIMA, 2011).

De acordo com Moraes (2005), a qualidade e economicidade da produção de carbeto de silício depende de parâmetros técnicos e tecnológicos, como pureza, granulometria e modo de mistura das matérias-primas, dimensão dos fornos, tamanho, forma e composição da alma de grafite, potência e tempo de queima. Esse trabalho teve como objetivo o estudo dos materiais produzidos no forno piloto Acheson da empresa Carbeto de Silício SIKA Brasil. Além de gerar material científico sobre o tema, visto que não existem muitos trabalhos realizados. Para tanto, foram realizados testes em que se aumentou a potência média e alterou-se o método de montagem normalmente utilizados nas operações e foi feita a caracterização dos materiais produzidos em cada uma dessas operações.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Foram feitas três operações no forno piloto e procedimentos experimentais foram conduzidos para caracterizar os materiais produzidos. O consumo de energia das três operações realizadas foi de 2800 kWh e o tamanho da alma de grafite foi de 1,6 m (comprimento) x 0,10 m (largura) x 0,07 m (altura). A Figura 1 ilustra a seção longitudinal de um forno Acheson de carbeto de silício, indicando onde está localizada a alma de grafite.

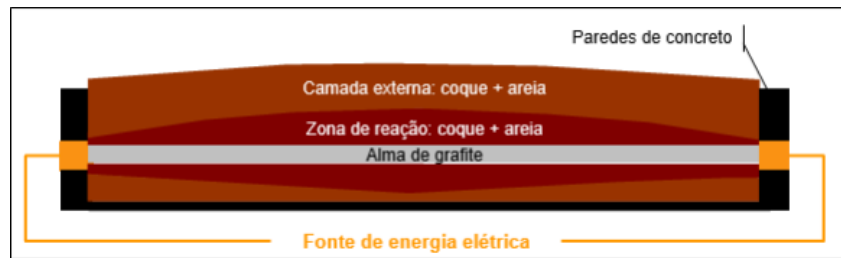


Figura 1. Seção longitudinal de um forno de carvão de silício
Fonte: LIMA, 2011

2.1 Operações no forno piloto

A primeira operação, denominada “Teste padrão”, foi realizada com parâmetros de produção normalmente utilizados pela empresa: forno com blocos e potência média de 300 kW. O tamanho do forno foi de 3 m (comprimento) x 1,3m (largura) x 1,6 m (altura). A Figura 2(a) e (b) mostra o forno piloto montado com blocos.



Figura 2. Forno com blocos: vista frontal (a) e vista superior (b).

A segunda operação, denominada “Teste de alta potência”, visou o aumento da potência média em aproximadamente 80 kW, no intuito de aumentar o valor padrão de potência média por metro (187,5 kW/m). Isso ocorreu para que a potência média por metro dessa operação alcançasse valores próximos aos da potência média por metro dos fornos industriais, (240 kW/metro). O tamanho e tipo de forno foi o mesmo do forno do Teste padrão.

Na terceira operação, denominada “Teste sem blocos”, variou-se o método de montagem e montou-se um forno sem blocos, no intuito de verificar os impactos dessa mudança no tipo de material produzido. A potência escolhida foi a padrão, 300 kW, e o tamanho do forno foi 6,9 m (comprimento) x 4 m (largura) x 2,2 m (altura). A Figura 3 mostra o forno piloto montado sem blocos.



Figura 3. Forno sem blocos: vista lateral (a) e vista frontal (b).

As amostras de material produzidas nas três operações foram britadas no britador de mandíbulas e peneiradas em 3 mm. O produto peneirado (< 3mm) foi homogeneizado no misturador em Y e quarteado com o auxílio de uma lona. Em seguida, amostras representativas foram separadas para análise química, mineralógica e física, que determinaram-se a densidade e a friabilidade dos materiais.

2.2 Caracterização do material produzido

Os métodos utilizados para realizar as análises químicas dos materiais produzidos em cada uma das três operações realizadas no forno piloto estão mostrados na Tabela 1. As análises foram feitas no intuito de identificar porcentagem de SiC, carbono livre, silício livre, SiO₂ livre e óxidos metálicos.

Tabela 1. Métodos de análise química.

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

O teor de SiC foi calculado através da subtração das impurezas encontradas nas amostras. Todos os ensaios foram realizados de acordo com as normas ISO 21068 e ISO 12677.

A difratometria de raios-X (DRX) (método do pó total) foi realizada para identificar a composição mineralógica dos materiais produzidos nas operações. Utilizou-se o difratômetro de raios-X de modelo X'pert3 powder da PANalytical, equipado com tubo de cobre (radiação Cu-K α), pertencente ao Laboratório de Microscopia Ótica e Difração de Raio X do DEMIN/UFOP, na condição de varredura em arranjo 2 θ (5° a 90°).

Para a análise da densidade dos materiais foram feitas análises de densidade solta (norma FEPA), método que consiste em encher um cilindro de volume padrão conhecido com o material a ser ensaiado. Em seguida, a massa obtida ao se preencher todo o volume do cilindro é pesada e o valor encontrado é dividido pelo volume do cilindro. Conforme a fórmula geral de densidade, a densidade do material é calculada dividindo-se a massa pelo volume.

Também foram feitos ensaios de densidade por picnometria. Esse método consiste na determinação da densidade real de materiais sólidos por meio da medição da massa e do volume do sólido em um balão volumétrico, denominado picnômetro, utilizando água.

A friabilidade foi analisada através de um método interno utilizado pela empresa e através do cálculo do *work index* dos materiais. O teste de friabilidade realizado internamente consiste em britar no britador de mandíbulas o material produzido e peneirá-lo em faixas.

Nesta análise, o material é cominuído no moinho de bolas piloto. Em seguida, é realizado um peneiramento do produto da moagem e a porcentagem passante na peneira de 1,18 mm é a que corresponde ao valor da friabilidade da amostra. O *Work Index* (WI), corresponde à resistência do material ensaiado à moagem e é realizado com base na Lei de Bond, seguindo a norma NBR 11376.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

3.1 Operações no forno piloto

A Tabela 2 apresenta os valores de potência, duração, produção e consumo específico de energia das operações que foram realizadas no forno piloto.

Tabela 2. Resultados das operações.

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

Os valores de potência média nos testes padrão e de alta potência apresentaram-se mais altos que o desejado: o valor de potência média por metro obtido no teste padrão, que deveria ser aproximadamente 187,5 kW/m, foi de 210,3 kW/m. No teste de alta potência, o valor de potência por metro deveria ser aproximadamente 240 kW/m (potência por metro dos fornos industriais), porém o valor obtido foi de 213,9 kW/m. Isso provavelmente ocorreu pois, no início da operação a potência aumenta de maneira muito variável e ao final, não se pode mais controlar a mesma. A Figura 4 apresenta a variação da potência em função do tempo.

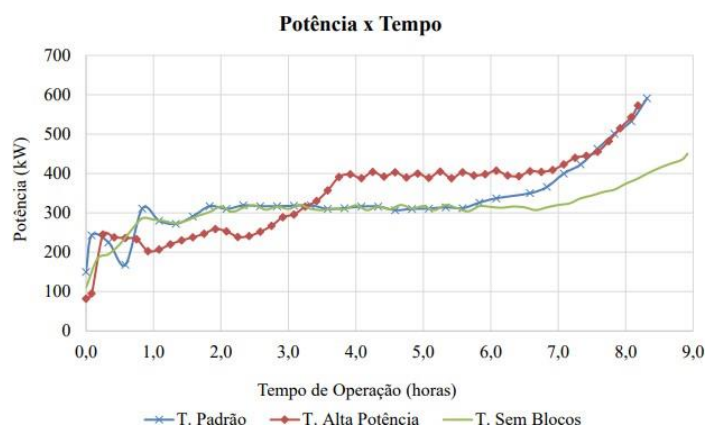


Figura 4. Variação da potência em função do tempo.

Pode-se observar que nas 3 primeiras horas a operação de alta potência apresentou valores variáveis e menores que os das outras duas operações. Porém, após 3,5 horas, o valor de potência estabilizou-se e foi mantido em torno de 400 kW, enquanto que os valores dos outros testes ficaram em torno de 320 kW, permanecendo assim até aproximadamente 7 horas de operação. Assim sendo, pode-se afirmar que o teste de alta potência realmente apresentou maiores valores de potência quando comparado com os outros testes.

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

O teste padrão foi o que apresentou maior quantidade de material produzido e também menor consumo específico de energia, sendo, portanto, o teste que apresentou o melhor resultado entre os três. O teste sem blocos foi o que apresentou o resultado menos promissor.

3.2 Caracterizações dos materiais produzidos

Os resultados da análise química dos materiais produzidos nas três operações estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Resultados das análises químicas.

Material	SiC (%)	Carbono livre (%)	Silício livre (%)	SiO ₂ (%)	Fe (%)	Al (%)	Ca (%)	Mg (%)	Ti (%)
Teste padrão	98,125	0,345	0,625	0,678	0,093	0,060	0,006	0,020	0,048
Teste de alta potência	97,954	0,432	0,754	0,525	0,080	0,034	0,008	0,153	0,062
Teste sem blocos	95,653	0,835	0,356	2,833	0,065	0,042	0,007	0,158	0,053

O teste padrão apresentou a maior porcentagem de SiC, 98,125%, e o teste sem blocos a menor, 95,653%. A porcentagem de carbono livre na amostra do teste sem blocos foi 2,41 vezes maior que a do teste padrão e a de silício livre foi 43,04%, menor. Com relação à quantidade de sílica, essa amostra também apresentou uma considerável porcentagem, quando comparada com os resultados das amostras dos outros dois testes: 317,84% a mais que a amostra do teste padrão e 439,62% a mais que a amostra do teste de alta potência. As contaminações exógenas podem ter levado a esses resultados. Grafite e material metalúrgico podem ter entrado em contato com as amostras em questão no momento da retirada dos cristais do forno.

A análise mineralógica das amostras de SiC mostra uma grande semelhança entre os difratogramas gerados, estando presentes os principais politipos do SiC (moissanita 6H e 3C), além de almandina (Fe₃Al₂(Si₃O₁₂)), wadsleyta (Mg₂SiO₄) quartzo (SiO₂) e o seu polimorfo, a cristobalita (SiO₂). Nota-se que o mineral ringwoodita (Mg₂SiO₄) foi identificado apenas na amostra do teste sem blocos. A ringwoodita é constituída por silicato de magnésio, pertence à classe dos nesosilicatos e é formada sob altas pressões. Sua presença no material do forno

sem blocos indica que a mudança no tipo de montagem do forno promoveu a formação de um novo mineral.

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

A Tabela 4 apresenta os resultados das análises de densidade friabilidade do material.

Tabela 4. Resultados das análises físicas

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

Tanto a picnometria como a densidade solta indicam valores de densidade relativa das amostras e ambos os testes indicaram que o material mais denso é o da operação de alta potência. Os valores das densidades solta se apresentaram menores que os valores das densidades calculadas por picnometria, a água utilizada no ensaio de picnometria acaba preenchendo parte desses espaços, fazendo com que o valor do volume medido seja menor do que o volume medido na densidade solta.

Com base nos resultados de densidade é possível calcular valores de porosidade das amostras subtraindo a densidade real (obtida por picnometria) da densidade aparente (obtida no ensaio de densidade solta) e dividindo o valor encontrado pelo valor da densidade real. Com isso temos os seguintes resultados: amostra teste padrão - 54,91%, amostra teste de alta potência – 52,30% e amostra teste sem blocos – 54,80%.

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

4. CONCLUSÕES

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

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

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

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

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

5. AGRADECIMENTOS

À Escola de Minas de Ouro Preto e à UFOP. À Saint Gobain, em especial ao setor de PED e Processo. Aos técnicos dos laboratórios do DEMIN/UFOP e ao Joan Kayk e Victor Dias pelo auxílio durante a realização dos testes.

6. REFERÊNCIAS

- BRAGA, S. L. S. Análise do comportamento térmico do Forno Acheson e da sua camada de mistura isolante. [Tese de Pós-Graduação]. Universidade Federal de São João Del Rei, São João Del Rei; 2011.
- Izhevskiy, V. A., Genova L.A, Bressiani J.C., Bressiani A. H. A. Review article: Silicon Carbide. Cerâmica [Internet] 2000; [citado 2000 Mar]; 46(297): 4-13. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S0366-69132000000100002>
- Lima, T. Estudo da utilização de briquetes de matéria prima na produção de carbureto de silício. [Tese de Mestrado]. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto; 2011.
- Lindstad, L.H. Recrystallization of Silicon Carbide. Department of Materials Technology and Electrochemistry. [Tese de Doutorado]. Norwegian University of Science and Technology, Norway; 2002.
- Morais, T. L. M. Inteligência competitiva aplicada a tecnologias do carbetto de silício para o setor de abrasivos. [Tese de Pós-Graduação]. Universidade Federal de São Carlos, São Carlos; 2005.
- Moura, G de C. Análise técnica e econômica da recuperação de gases para geração de energia elétrica em fornos Acheson. [Tese de Pós-Graduação]. Universidade de São João Del Rei, São João del Rei; 2014.
- Silva L. C. R. Produção de carbetto de silício em escala piloto. [Monografia]. Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto; 2018.