

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0708508-7 A2**



(22) Data de Depósito: 01/03/2007
(43) Data da Publicação: 31/05/2011
(RPI 2108)

(51) *Int.Cl.:*

C22B 4/00 2006.01
C22B 5/10 2006.01
C22B 34/12 2006.01
C22B 23/00 2006.01
C21B 13/00 2006.01
H05B 6/46 2006.01
H05B 6/64 2006.01
F26B 3/347 2006.01

(54) Título: **PROCESSO PARA REDUZIR UM MATERIAL CONTENDO METAL, PROCESSO METALÚRGICO EXTRATIVO PARA A REDUÇÃO QUÍMICA DE UM MINÉRIO OU CONCENTRADO CONTENDO FERRO, E, PRODUTO**

(30) Prioridade Unionista: 03/03/2006 GB 0604327.7

(73) Titular(es): Anglo Operations Limited

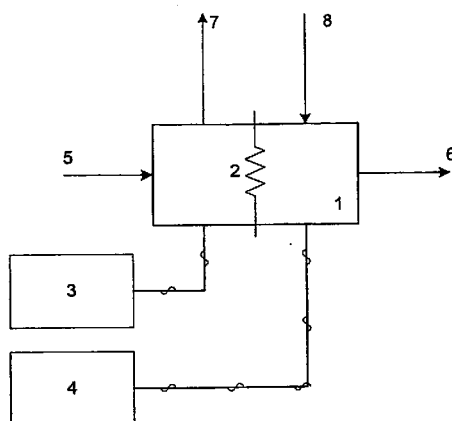
(72) Inventor(es): Jonh Marsh, Ruth Wroe

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT GB2007000704 de 01/03/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/099315 de 07/09/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA REDUZIR UM MATERIAL CONTENDO METAL, PROCESSO METALÚRGICO EXTRATIVO PARA A REDUÇÃO QUÍMICA DE UM MINÉRIO OU CONCENTRADO CONTENDO FERRO, E, PRODUTO É descrito um processo para reduzir um material contendo metal, o processo compreendendo: prover um material contendo metal (5), aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação (2), expor o dito material contendo metal à energia de microondas (3), expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF) e expor o dito material contendo metal a um agente redutor (8). O método, que não envolve aquecimento dielétrico durante a exposição à energia de MW e RF, permite redução química mais eficiente em termos de energia de minérios e concentrados de minério contendo metais e aumenta o rendimento de metalização.



Fluxograma da invenção, mostrando os seguintes componentes: 1, cavidade de reação; 2, elemento de aquecimento; 3, fonte de microonda; 4, fonte RF; 5, alimentação de mineral; 6, descarga de produto; 7, gás de processo redutor; 8, gás de alimentação redutor.

“PROCESSO PARA REDUZIR UM MATERIAL CONTENDO METAL, PROCESSO METALÚRGICO EXTRATIVO PARA A REDUÇÃO QUÍMICA DE UM MINÉRIO OU CONCENTRADO CONTENDO FERRO, E, PRODUTO”

5 A presente invenção diz respeito ao tratamento de metais em minérios e concentrados (por exemplo, óxidos contendo metais) e, em particular, a um processo para a redução química de ferro, por exemplo, em minérios ou concentrados contendo óxidos.

10 Metalurgia extrativa está envolvida com a conversão de minérios, tais como óxidos, sulfetos, cloretos e carbonatos de metais no componente metálico do minério. Isto é normalmente conseguido por um processo que envolve redução química. De importância crítica em todos os processos metalúrgicos extrativos é a necessidade de conseguir redução do minério de metal em uma grande escala de forma econômica.

15 A redução de ferro em várias formas de minério é importante em muitos processos industriais, por exemplo, na produção de ferro e metais não ferrosos, tais como níquel, vanádio e titânio. Exemplos de minérios e concentrados dos quais ferro pode ser extraído por meio de redução incluem ilmenita, magnetita titanífera, magnetita vanadífera, minério de ferro, lateritas
20 limoníticas e lateritas saprolíticas. Em alguns processo industriais, é desejável eliminar uma metal de um minério ou concentrado, por exemplo, a eliminação de impurezas de ferro de ilmenita. Em outros processos industriais, é o metal extraído do minério ou concentrado que é o produto desejado, por exemplo, ferro extraído de minério de ferro.

25 Existem atualmente diversas vias de processo que podem ser aplicadas para separar ferro de óxido de titânio em ilmenita. Essas vias incluem as seguintes:

a) Fusão do minério de ilmenita com metais alcalinos e hidróxido para produzir sais solúveis ácidos;

- b) Lixiviação direta da ilmenita usando ácidos minerais;
- c) Redução da ilmenita seguida por lixiviação do ferro reduzido e impurezas;
- d) Redução carbotérmica e fusão para produzir ferro esponja e escória contendo dióxido de titânio; e
- e) Cloração seletiva do ferro por segregação.

Tradicionalmente, processos de aquecimento e métodos químicos convencionais têm sido usados para reduzir o ferro. Processos de aquecimento convencionais englobam aquecimento por convecção, condução e/ou radiação. Tipicamente, temperaturas de pelo menos 1.000 °C são necessárias para processar minérios contendo ferro. Por exemplo, na redução direta em minério de ferro:

- (i) o processo SL/RN exige uma temperatura de 1.100 °C;
- (ii) o processo DRC exige uma temperatura de 1.100 °C;
- (iii) o processo HyL exige uma temperatura de 1.000 °C; e
- (iv) o processo HIDREX exige uma temperatura de 760 a 930°C.

Mais recentemente, foi sugerido usar energia de microonda (MW) para aquecer o minério. Em particular, US 4.906.290 e US 6.277.168 descrevem processos para a redução de minérios de metais que envolvem a aplicação de energia de MW. US 4.906.290 descreve um método precursor de lixiviação ou fusão para secar e aquecer minérios ou concentrados particulados que foram previamente misturados intimamente tanto com uma forma já ativa de carbono quanto com algum outro material contendo carbono que pode ser prontamente seco e aquecido a temperaturas de carbonização por energia de MW, compreendendo irradiar o composto com energia de MW. A US 6.277.168 descreve um método para a preparação direta de um metal a partir de um minério contendo metal, aplicando energia de MW para extrair metal de massas feitas pela formação de um pó do minério e um agente

reductor opcional.

Entretanto, o uso de aquecimento dielétrico (por exemplo, aquecimento MW) não foi comprovado como economicamente viável em uma grande escala, em vista da complicação e despesa de aquecer volumes substanciais de minérios a altas temperaturas ($> 1.000\text{ }^{\circ}\text{C}$). Portanto, existe um prejuízo econômico em metalurgia extrativa comercial para basear-se em métodos de aquecimento sem ser convecção, condução e/ou radiação.

É um objetivo da presente invenção abordar pelo menos alguns dos problemas e desvantagens da técnica anterior e prover um processo energeticamente eficiente para a redução química de minérios e concentrados contendo metais.

Dessa maneira, a presente invenção fornece um processo para reduzir um material contendo metal, o processo compreendendo:

- prover um material contendo metal;
- aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;
- expor o dito material contendo metal à energia de microondas (MW);
- expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF); e
- expor o dito material contendo metal a um agente reductor.

Em um outro aspecto, a presente invenção fornece um processo metalúrgico extrativo para a redução química de um minério ou concentrado contendo ferro, o processo compreendendo:

- prover um minério ou concentrado contendo ferro;
- aquecer o dito minério ou concentrado por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;
- expor o dito minério ou concentrado a um agente reductor, por meio do que parte ou todo o dito minério ou concentrado é reduzido a ferro;

caracterizado em que o dito minério ou concentrado é também exposto à energia de microonda (MW) e energia de radiofrequência (RF) simultaneamente com o dito aquecimento do dito minério ou concentrado, os níveis de energia de MW e RF sendo selecionados de maneira que haja pouco ou nenhum aquecimento adicional do dito minério ou concentrado, e em que a temperatura do dito minério ou concentrado não excede 850 °C, preferivelmente 650 °C, durante o processo de redução.

Os presentes inventores surpreendentemente observaram que a aplicação de energia de microondas (MW) e radiofrequência (RF), juntamente com dispositivos de aquecimento convencionais, atinge redução e/ou metalização de um metal em um material contendo metal a uma menor temperatura e a um menor tempo de permanência do que é possível usando os processos convencionais. Em decorrência disto, a presente invenção permite a redução de minérios/concentrados de metal sem a necessidade de aquecer o minério/concentrado a uma alta temperatura. O processo é portanto eficiente em termos de energia e ambientalmente correto, em virtude de o consumo de energia ser reduzido e o grande gasto de capital em equipamento, que é necessário para operação a altas temperaturas, ser eliminado.

Na presente invenção, o aquecimento do material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação preferivelmente exclui o uso de energia de MW ou RF como uma fonte significativa de energia de aquecimento. Vantajosamente, a exposição de material contendo metal à energia de MW e/ou RF (energia dielétrica) aumenta a temperatura em menos de 50 °C, mais preferivelmente em menos de 20 °C, ainda mais preferivelmente menos de 10 °C, acima de tudo preferivelmente menos de 5 °C.

A aplicação de energia de microondas (MW) e radiofrequência (RF), juntamente com dispositivos de aquecimento convencionais, surpreendentemente tem conseguido obter redução direta e/ou metalização de

um metal em um material contendo metal a uma bebida mais baixa e uma um menor tempo de permanência do que é possível usando os processos convencionais. Este efeito surpreendente é análogo À MW e RF que age como um "catalisador" para a redução do material em questão.

5 O termo "redução direta" é usado para descrever a redução de um metal em um material contendo metal, em que o material contendo metal permanece em um estado sólido por todo o processo de redução.

Na forma aqui usada, o termo "metalização" é usado para descrever a redução de um metal em um estado de oxidação positivo (maior
10 que 0) em um metal com um estado de oxidação zero.

Cada aspecto aqui definido pode ser combinado com qualquer outro aspecto ou aspectos, a menos que claramente indicado ao contrário. Em particular, qualquer recurso indicado como preferido ou vantajoso pode ser combinado com qualquer outro recurso ou recursos indicados como
15 preferidos ou vantajosos.

Os inventores também observaram melhores cinéticas de reação e uma melhor extensão da redução e/ou metalização quando somente uma de energia de MW ou RF é aplicada no material contendo metal, comparadas com processos de redução e/ou metalização convencionais.
20 Entretanto, surpreendentemente, as melhorias em relação aos métodos convencionais são muito maiores quando é aplicada tanto energia de MW quanto RF.

O processo para reduzir materiais contendo metal aqui descrito surpreendentemente mostrou melhorar o processo de redução de materiais
25 contendo metal em relação aos métodos convencionais. Embora sem querer ficar preso à teoria, acredita-se que a exposição de material contendo metal à energia de MW e/ou RF muda a estrutura do material para torná-lo mais fácil de ser reduzido pelo agente redutor. Dessa maneira, percebe-se que as principais etapas de processo podem ser aplicadas a qualquer processo no

qual se deseja uma mudança na estrutura do material. Dessa maneira, a presente invenção também fornece um processo para tratar um material contendo metal, o processo compreendendo:

prover um material contendo metal;

5 aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;

expor o dito material contendo metal à energia de microonda (MW); e

10 expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF).

Este processo pode, por exemplo, ser usado para oxidar, torrar, calcinar e/ou desidroxilar um material contendo metal.

Materiais contendo metal para uso na presente invenção podem incluir, por exemplo, minérios e concentrados.

15 O material contendo metal compreende pelo menos um metal em um estado de oxidação positivo, por exemplo, Fe^{3+} em Fe_2O_3 , que pode ser reduzido a um estado de oxidação inferior, por exemplo, Fe^{2+} ou Fe^0 , usando o processo de redução da presente invenção.

20 Preferivelmente, o material contendo metal compreende um metal de transição, por exemplo, ferro, níquel, cobalto, vanádio, cobre, titânio, cromo e zinco. O metal de transição pode ser na forma de um óxido e/ou sulfeto de metal de transição. Mais preferivelmente, o material contendo metal compreende um minério contendo ferro, mais preferivelmente um minério contendo óxido de ferro. Exemplos de minérios contendo metal para
25 uso na presente invenção incluem ilmenita, magnetita titanífera, magnetita vanadífera, minério de ferro, hematita, lateritas limoníticas e lateritas saprolíticas, incluindo mistura de dois ou mais destes. Um minério preferido é ou compreende ilmenita ou minério de ferro. A composição de ilmenita é discutida resumidamente a seguir.

O termo ilmenita na forma aqui usada inclui o mineral FeTiO_3 . Entretanto, deve-se entender que a composição de ilmenita de depósitos de arena mineral raramente se ajusta à composição estequiométrica, FeTiO_3 (47,4 % FeO e 52,6 % TiO_2). Dessa maneira, deve-se entender que o termo

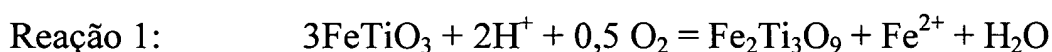
5 ilmenita na forma aqui usada também engloba composições não estequiométricas.

Além disso, ilmenita natural é um mineral rico em FeTiO_3 e contém pequenas quantidades de MnO , MgO , Fe_2O_3 e/ou Ti_2O_3 na sua estrutura, onde parte do ferro ferroso é substituída por Mn^{2+} e Mg^{2+} . A

10 fórmula geral resultante é $(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Mg})\text{TiO}_3$.

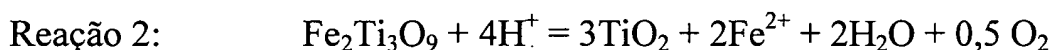
É bem de conhecimento que ilmenita em depósitos de areia de praia passa por uma alteração progressiva na composição e estrutura. O Fe^{2+} na ilmenita é gradualmente convertido a Fe^{3+} em decorrência de exposição atmosférica prolongada. O Fe^{3+} pode ser lixiviado dos grãos minerais por

15 águas naturais. Este processo é denominado intemperismo. Intemperismo enriquece ilmenita em titânio. Intemperismo de ilmenita leva à formação de pseudo-rutilo de acordo com a reação 1.



A alteração continua com a lixiviação de mais ferro do

20 pseudo-rutilo, levando à completa ruptura do pseudo-rutilo e a formação de anatase, conforme mostrado na reação 2.



Em casos extremos, intemperismo resulta na formação de um material amorfo com uma composição próxima de TiO_2 . Este material amorfo

25 é em geral referido como leucoxeno.

Dessa maneira, deve-se entender que o termo ilmenita na forma aqui usada também engloba composições compreendendo ilmenita juntamente com ouros minérios, por exemplo, soluções sólidas de ilmenita-hematita, rutilo e quantidades variáveis de outros óxidos e impurezas de

mineral silicato.

O material contendo metal tipicamente será provido na forma de pequenas peças de minério triturado com diâmetros de menos que aproximadamente 100 mm, e preferivelmente menos que 50 mm. O material
5 contendo metal pode ser provido na forma de pelotas (partículas finas pelotizadas) com diâmetros de 5 a 30 mm, e preferivelmente de 10 a 20 mm. Além do mais, ou alternativamente, o material contendo metal pode ser provido na forma de partículas individuais com diâmetros menores que 5 mm, preferivelmente menores que 1 mm, mais preferivelmente menores que 0,5
10 mm.

O material contendo metal pode ser pré-oxidado antes do processo de redução da presente invenção. Deve-se entender que uma variedade de métodos pode ser usada para pré-oxidar o material contendo metal. Por exemplo, o material contendo metal pode ser oxidado pela
15 exposição a oxigênio (tanto como ar quanto como uma corrente enriquecida com oxigênio). Esta oxidação pode ser realizada, por exemplo, a uma temperatura superior a 800 °C em um reator adequado (um forno rotativo, forno de múltiplas soleiras ou um leito fluidizado circulante).

Sem querer ficar preso a nenhuma teoria particular, considera-
20 se que a pré-oxidação possa melhorar a redução de óxidos de metal, por exemplo, em ilmenita, causando uma mudança na estrutura e reatividade da superfície do óxido.

Deve-se entender que a porcentagem de metal no material contendo metal irá variar dependendo do material particular. Tipicamente, o
25 óxido e/ou sulfeto de metal compreenderá até 95 % em peso do material contendo metal, por exemplo, de 20 a 60 % em peso.

Tipicamente, energia elétrica (por exemplo, elementos de aquecimento por resistência elétrica) ou combustíveis na forma de um sólido, líquido ou gás devem ser usados para aquecer (por convecção e/ou condução

e/ou radiação) o material contendo metal. Esses métodos são bem conhecidos na técnica.

Exemplos de combustíveis sólidos adequados incluem um ou mais de carvão e materiais celulósicos, tal como pó de madeira ou serragem.

- 5 Carvão inclui linhita, carvão betuminoso, coque, antracita e carvão carbonizado.

Exemplos de combustíveis líquidos adequados incluem um ou mais de óleo combustível, óleo combustível leve, óleo combustível pesado, diesel e querosene.

- 10 Exemplos de combustíveis gasosos adequados incluem gás natural, que pode ser tratado para formar gás sintético, gás de produtor ou gás de reformador.

- 15 O material contendo metal é aquecido a uma temperatura inferior ao ponto de fusão do material, de forma que o material contendo metal fique no estado sólido por todo o processo de redução. Preferivelmente, o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura que não excede aproximadamente 1.200 °C, mais preferivelmente uma temperatura que não excede aproximadamente 850 °C, acima de tudo preferivelmente a uma temperatura
- 20 que não excede aproximadamente 650 °C. Por exemplo, o material contendo metal pode preferivelmente ser aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura na faixa de 400 a 850 °C.

- Os inventores observaram que a melhoria mais significativa na cinética e grau de metalização e/ou redução é observada a baixas
- 25 temperaturas, preferivelmente menores que 850 °C, mais preferivelmente menores que 650 °C.

Nessas baixas temperaturas usando métodos de redução convencionais, óxido de ferro que sofreu intemperismo para formar predominantemente óxido de Fe(III) será metalizado tanto por métodos

convencionais quanto dielétricos. Entretanto, não observa-se que ilmenita contendo ferro, que é essencialmente FeO.TiO_2 , na qual o ferro não sofreu intemperismo (oxidou em Fe(III)), é reduzida por métodos convencionais. Observa-se que ela é reduzida somente sob condições dielétricas da presente invenção.

Na presente invenção, o aquecimento do material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação preferivelmente exclui o uso de energia de MW ou RF (aquecimento dielétrico) para aquecer significativamente o metal. Vantajosamente, a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF (energia dielétrica) eleva a temperatura em menos de 50 °C, mais preferivelmente em menos de 20 °C, ainda mais preferivelmente menos de 10 °C, acima de tudo preferivelmente menos de 5 °C.

A energia de MW e RF usada na presente invenção é escolhida de maneira tal que, mediante exposição do material contendo metal a MW e RF, o material e/ou sistema não é significativamente aquecido.

Dependendo do material a ser processado, os inventores observaram que existe uma janela de energias de MW e RF na qual observa-se um aumento significativo na cinética e/ou grau de metalização sem aquecimento substancial do material e/ou do sistema. Fora desta janela, a aplicação de energia de MW e RF aquece o material a um grau significativo. Percebe-se que as densidades de potência para MW e RF são menores do que a que seria exigida para aquecer o material.

Sabe-se bem que radiação RF e MW ocupa seções adjacentes do espectro eletromagnético, com MW tendo maiores frequências do que ondas de rádio. Diversas frequências têm sido excluídas pelo International Treaties, tal como ISM (Industrial, Scientific and Medical). Essas são bandas de frequência internacionalmente acordadas e reconhecidas, conhecidas como bandas ISM, ou Industrial, Scientific and Medical Bands. ISM define banda

RF como:

- (i) 13,56 MHz $\pm 0,05$ %
- (ii) 27,12 MHz $\pm 0,6$ %
- (iii) 40,68 MHz $\pm 0,05$ %

5 e bandas de MW como:

- (i) 896 MHz
- (ii) 915 MHz
- (iii) 2.450 MHz ± 50 MHz

10 Observou-se que a exposição do material contendo metal a bandas ISM de RF e/ou MW supradescrita resulta em um aumento na cinética e/ou porcentagem da reação de redução e/ou metalização sem aquecer significativamente o dito material e/ou sistema. Preferivelmente, a banda RF é 13,56 MHz $\pm 0,05$ %.

15 No caso de grandes máquinas em escala industrial, a banda MW é preferivelmente 896 MHz ou 915 MHz. Entretanto, em máquinas menores em escala de laboratório, é preferível que a banda MW seja 2.450 MHz ± 50 MHz.

20 MW e RF podem ser diferenciadas com referência aos métodos de produção de campos de alta frequência. Sistemas de microondas utilizam magnetrons e klystrons para gerar o campo eletromagnético, e cavidades ressonantes e não ressonantes para aplicar o campo. Sistemas de radiofrequência usam válvulas de alta potência para gerar o campo eletromagnético, e capacitores e eletrodos para aplicar o campo.

25 A energia de MW e RF pode ser aplicada independentemente uma da outra, ou em combinação, em uma faixa de intensidades de campo elétrico e razões de força do campo.

A técnica anterior relacionada ao processamento de minerais em um leito fluidizado energizado por microondas, é preceituado que altas intensidades de campo elétrico, na região de 10^6 Vm⁻¹, são desejáveis. Além

disso, é preceituado que valores Q devem ser os mais altos possíveis. O fator "Q" é a relação de energia eletromagnética armazenada para a energia eletromagnética dissipada. Tipicamente, a técnica anterior preceitua no sentido de mínimos valores de Q de 20.000.

5 Ao contrário da técnica anterior, os inventores observaram que baixos valores Q , preferivelmente na região de 1 a 1.600, são vantajosos. A faixa específica de valores Q para um dado experimento dependerá dos materiais presentes na cavidade. Além disso, é preferível que a RF e MW tenham baixas intensidades de campo magnético.

10 Preferivelmente, a força do campo elétrico de pico da energia de MW aplicada na cavidade não excede 5.000 Vm^{-1} , mais preferivelmente não excede 1.500 Vm^{-1} , acima de tudo preferivelmente não excede 850 Vm^{-1} .

15 Preferivelmente, a força do campo elétrico de pico da energia de MW aplicada na cavidade é na faixa de 300 a 5.000 Vm^{-1} , mais preferivelmente de 500 a 3.000 Vm^{-1} .

Preferivelmente, a força do campo elétrico de pico da energia de RF aplicada nas cavidades não excede 100.000 Vm^{-1} , mais preferivelmente não excede 25.000 Vm^{-1} , acima de tudo preferivelmente não excede 12.000 Vm^{-1} .

20 Preferivelmente, a força do campo elétrico no pico da energia de RF aplicada na cavidade é na faixa de 3.000 a 100.000 Vm^{-1} , mais preferivelmente na faixa de 4.500 a 60.000 Vm^{-1} .

Preferivelmente, a razão de força do campo elétrico de energia de MW: energia de RF é de 1:4 a 1:20.

25 Sem querer ficar preso a nenhuma teoria particular, acredita-se que a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF muda a estrutura do material para torná-lo mais fácil de ser reduzido pelo agente redutor. A níveis de energia relativamente baixos, observou-se surpreendentemente que, embora exista pouco ou nenhum aquecimento

adicional pelas fontes MW e RF, a metalização do minério ou concentrado é significativamente melhorada.

É importante entender que existe uma distinção entre aquecimento por indução e aquecimento dielétrico. No aquecimento por indução, a peça de trabalho ou carga a ser aquecida forma uma resistência secundária de um transformador que tem a bobina de aquecimento por indução como sua primária. Ao contrário, em aquecimento dielétrico, a carga a ser aquecida forma um capacitor com perda, que é acoplado a um capacitor aplicador. No aquecimento por indução, é o campo magnético da bobina que induz as correntes elétricas na carga resistiva, ao passo que, no aquecimento dielétrico, é o campo elétrico produzido entre as placas do capacitor que leva ao efeito de aquecimento. Em decorrência disto, o aquecimento por indução é caracterizado por grandes correntes elétricas (e campos magnéticos), ao passo que o aquecimento dielétrico é caracterizado por altas tensões (e campos elétricos). Preferivelmente, o aquecimento indutivo, que é normalmente gerado com uma fonte de alta frequência, tipicamente com osciladores de alta potência, operando a 106 – 107 Hz, não é usado na presente invenção para aquecer por convecção e/ou condução e/o radiação o material contendo metal na presente invenção. O aquecimento indutivo é excluído na presente invenção do termo "expor o dito material contendo metal à energia de RF". Na presente invenção, preferivelmente aquecimento dielétrico não é usado para aquecer significativamente o material contendo metal.

O material contendo metal pode ser aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação antes de expor o dito material à energia de MW e/ou energia de RF. Alternativamente, o material contendo metal pode ser exposto à energia de MW e/ou energia de RF antes de o material contendo metal ser aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação. Alternativamente, ou em combinação, o material contendo metal pode ser exposto à energia de MW e/ou RF durante o

aquecimento do dito material pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação.

Preferivelmente, o material contendo metal é exposto à energia de MW, energia de RF, e é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação simultaneamente.

O agente redutor pode ser um sólido, líquido ou gás. Preferivelmente, o agente redutor é um sólido ou um gás, mais preferivelmente um gás.

Exemplos de agentes redutores sólidos adequados incluem um ou mais de carbono, betume, carvão, coque e antracita.

Exemplos de agentes redutores gasosos adequados incluem um ou mais de monóxido de carbono, dióxido de carbono, hidrogênio e hidrocarbonetos. Preferivelmente, o gás redutor compreende monóxido de carbono e/ou hidrogênio, mais preferivelmente o gás é ou compreende hidrogênio.

O agente redutor (sólido e/ou líquido e/ou gás) pode estar compreendido no material contendo metal.

Se o agente redutor for um gás, o gás pode ser introduzido continuamente em uma cavidade de reação, em que o material contendo metal situa-se. O gás redutor reduz o metal oxidado no material contendo metal. O gás de saída pode ser removido continuamente da cavidade de reação.

Preferivelmente, gás redutor suficiente passa sobre o material contendo metal para manter um excesso estequiométrico de gás redutor para íons de metal oxidado no material contendo metal.

Uma modalidade preferida da presente invenção diz respeito a um processo para reduzir óxido de ferro em minérios e/ou concentrados. As reações de redução são preferivelmente conduzidas a uma temperatura de 250 °C a 1.200 °C, mais preferivelmente de 300 °C a 950 °C, e acima de tudo preferivelmente de 400 °C a 850 °C. A reação de redução pode ser realizada

em uma atmosfera de gás redutor, preferivelmente em uma atmosfera de hidrogênio. O material contendo metal é exposto à energia de frequência MW e RF de baixa intensidade, preferivelmente uma energia de MW de aproximadamente 2.450 MHz para reações em pequena escala, e 896 MHz ou
5 915 MHz para reações em grande escala, e energia de RF de aproximadamente 13,56 MHz.

A presente invenção será agora descrita com detalhes, apenas a título de exemplo, com referência aos desenhos seguintes, em que:

10 A figura 1 é um diagrama de blocos de uma modalidade da invenção.

A figura 2 mostra uma comparação das temperaturas do forno e da amostra medidas sob o campo MW e RF aplicado.

15 A figura 3 mostra a cinética para metalização de ilmenita sob hidrogênio em função da temperatura (potência MW é 900 W e a potência RF é 300 W).

A figura 4 mostra o efeito da temperatura na extensão de melhoria da metalização de ilmenita.

A figura 5 mostra o efeito da potência dielétrica na redução de ilmenita.

20 A figura 6 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 850 °C sob 70 % de CO e 15 % de H₂.

A figura 7 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 900 °C sob 70 % de CO e 15 % H₂.

25 A figura 8 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 950 °C sob 70 % de CO e 15 % de H₂.

A figura 9 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 650 °C sob 100 % de hidrogênio.

A figura 10 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 750 °C sob 100 % de hidrogênio.

A figura 11 mostra a cinética de metalização de ilmenita a 850 °C sob 100 % de hidrogênio.

A figura 12 mostra o efeito da temperatura de pré-oxidação na perda de massa (metalização).

5 A figura 13 mostra o efeito da temperatura de redução.

A figura 14 mostra o efeito da potência na redução de ilmenita pré-oxidada a 950 °C e em seguida reduzida sob hidrogênio a 600 °C e 750 °C em um período de 60 minutos.

10 A figura 15 mostra a cinética de redução da ilmenita pré-oxidada calcinada a 600 °C sob hidrogênio depois da pré-oxidação a 950 °C.

A figura 16 mostra o efeito da temperatura na cinética de redução sob hidrogênio depois da pré-oxidação a 950 °C.

A figura 17 mostra o efeito da temperatura de redução na metalização depois da pré-oxidação a 950 °C por 60 minutos.

15 A figura 18 mostra a cinética de metalização de ilmenita pré-oxidada calcinada a 850 °C depois de pré-oxidação a 950 °C.

A figura 19 mostra a distribuição de tamanho de partículas para a amostra de magnetita titanífera. A fração +106 μm – 1.700 μm (sombreada) foi usada em experimentos de reator de leito fluidizado.

20 A figura 20 mostra a metalização de magnetita sob hidrogênio a 600 °C.

A figura 21 mostra a razão de melhoria indicativa em função da temperatura.

25 A figura 22 mostra o efeito da potência de MW na melhoria da metalização de magnetita.

A figura 23 mostra o efeito da potência RF na melhoria da metalização de magnetita. A perda de massa é uma medição direta da redução e metalização.

A figura 24 mostra a redução de finos de minério de ferro

hematita sob hidrogênio. $P_{MW} = 900$ W e $P_{RF} = 300$ W direta.

A figura 25 mostra o efeito da temperatura no valor e cinética da redução de finos de minério de ferro hematita sob monóxido de carbono.

5 A figura 26 mostra a comparação das perdas de massa para a redução de finos de minério de ferro hematita sob hidrogênio e sob monóxido de carbono.

A figura 27 mostra a distribuição de tamanho de partícula da amostra de laterita niquelferrosa limonítica, mostrando as frações de tamanho usadas no teste.

10 A figura 28 mostra a comparação da redução de ferro férrico sob condições convencionais e dielétricas assistidas.

A figura 29 é uma comparação da formação e redução do ferro ferroso sob condições convencionais e dielétricas assistidas.

15 A figura 30 é uma comparação da formação de ferro metálico sob condições convencionais e dielétricas assistidas.

A presente invenção pode ser entendida com mais detalhes com referência ao diagrama de blocos mostrado na figura 1. Este diagrama mostra uma modalidade da presente invenção compreendendo: uma cavidade de reação 4; uma alimentação de mineral 5; uma descarga de produto 6; um gás de saída redutor 7; e um gás de alimentação redutor 8.

Cada componentes deste diagrama será discutido com mais detalhes a seguir.

25 A cavidade de reação 1 é para conter o material contendo metal. Ela também fornece um confinamento tanto para energia de MW quanto RF.

O elemento de aquecimento 2 fica posicionado para permitir que o material contendo metal seja aquecido por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação. O elemento de aquecimento 2 pode utilizar elementos de aquecimento resistivos, combustão de gás, líquido ou sólido.

A fonte de MW 3 e a fonte de RF 4 são acopladas na dita cavidade 1 para permitir que o material contendo metal, quando posicionado na dita cavidade, seja exposto à energia de MW e RF.

5 As energias de MW e RF são preferivelmente controladas independentemente uma da outra, e independentemente do meio de aquecimento por condução e/ou convecção e/ou radiação.

A alimentação de mineral 5 fornece uma entrada para a cavidade 1 pela qual o material contendo metal pode ser introduzido na cavidade.

10 A descarga de produto 6 fornece uma saída pela qual o material reduzido pode ser descarregado. Preferivelmente, este material reduzido compreenderá metal no estado metálico.

A entrada e saída são projetadas para impedir, ou pelo menos minimizar, que radiação MW deixe a cavidade.

15 O gás de alimentação redutor 8 pode ser alimentado continuamente na cavidade de reação 1, onde ele reage com o material contendo metal. O gás de saída redutor pode também ser removido continuamente da dita cavidade 1.

20 Embora fornos convencionais possam ser adaptados para uso na presente invenção, fornos híbridos, tais como os descritos em EP 0 914 752, são preferidos.

EP 0 914 752 descreve um forno assistido por EF e MW. Usos anteriores deste forno híbrido têm sido limitados ao aquecimento de cerâmicas, compósitos cerâmica-metal, componentes de pós metálicos e
25 cerâmicas de engenharia. As fontes MW e RF são controladas independentemente e são aplicadas à câmara do forno. O forno convencional pode ser operado independentemente das fontes MW e RF.

Na técnica anterior, é de conhecimento usar energia de MW para aquecer preferencialmente fases minerais selecionadas de minérios. Ao

contrário disto, o dispositivo de aquecimento usado na presente invenção evita substancialmente aquecer preferencialmente fases específicas do material contendo metal. Pode-se ver na figura 2 que a energia de MW e RF aplicada na ilmenita não aquece notavelmente a ilmenita acima da temperatura do forno.

O processo da presente invenção para reduzir material contendo metal tem inúmeras vantagens em relação aos processos conhecidos da técnica anterior. Uma vantagem é a melhor cinética de redução observada usando o processo aqui descrito. Em particular, observou-se que a cinética de redução das reações realizadas a altas temperaturas e na ausência de campos dielétricos (MW e RF) são mais lentas que as cinéticas de redução de reações realizadas na presença de energia de MW e energia de RF a temperaturas inferiores exigidas para a presente invenção. O corolário disto é economia significativa de energia em processo de metalurgia extrativa e menores emissões. Em particular, menores emissões gasosas são observadas, que estão ligadas ao menor consumo específico de energia da presente invenção. Além disso, o processo consegue um maior grau de metalização a uma dada temperatura e também permite metalização a temperaturas inferiores às atualmente possíveis.

Isto está exemplificado na figura 3, que mostra uma melhoria significativa na cinética e grau de metalização de ilmenita a baixas temperaturas, comparada com o uso de processos de redução convencionais (isto é, na ausência de energia de MW e RF). A melhoria pode ser observada a 850 °C. Entretanto, a melhoria é mais significativa a 750 °C, e ainda mais a 650 °C.

A presente invenção será ilustrada ainda mais com referência aos exemplos não limitantes seguintes.

Um procedimento geral para os experimentos aqui descritos é dado a seguir.

O gerador de MW (2,0 kW a 2,450 GHz) usado nos

experimentos foi um SAIREM modelo GMP 20 t.

O gerador de RF (1 kW a 13,56 MHz) usado nos experimentos foi um RF Power Products Model R10S (75 207 09 040).

5 A RF Matching Box (13,56 MHz) foi uma RF Power Products Model SPR876 (76 226 59 010).

O sistema de aquecimento radiante foi um Kanthal Super 1800 com valores nominais de 11,8 V, 0,58 kW. Seis elementos foram necessários para uma carga de 3,5 kW a 48 A com os elementos instalados em série.

As dimensões do elemento radiante foram as seguintes:

10 LU 180 mm de comprimento de terminal;

LE 200 mm de comprimento da zona de aquecimento;

Uma distância de 30 mm entre centros da espiga; e

Aproximadamente 69 g de peso.

15 O sistema de controle usou um Eurotherm Thyristor Model 461 240V, 25A. Foram usados o controlador de temperatura do circuito duplo Eurotherm modelo 900EPC e termopar tipo R.

O forno teve as seguintes dimensões: 460 x 480 x 540 mm.

20 A cavidade usada nos experimentos foi projetada para ser um aplicador eficiente para o campo de microonda, minimizando as perdas de energia eletromagnética para a concha da cavidade e maximizando a dissipação de energia eletromagnética para a carga da cavidade. Adicionalmente, a cavidade contém o aplicador de radiofrequência na forma de eletrodos, ou de outra forma. A cavidade é projetada de maneira tal a impedir que o campo de microonda acesse os componentes de sintonia de radiofrequência, tais como indutores e capacitores casados.

25 Dentro da cavidade existe uma placa de fibra isolante (Rath KVS 161/302), elementos de aquecimento por resistência Superkanthal, um silenciador de quartzo e, quando a amostra é inserida, um cadinho de quartzo e linha de suprimento de gás de quartzo. A amostra de mineral de interesse

apóia-se no cadinho.

A temperatura do forno é ajustada na temperatura especificada. É dado tempo para que as condições do forno estabilizem. A amostra é pesada e vertida no suporte de amostra. O suporte de amostra contendo a amostra é montado no tubo de suprimento de gás na câmara da amostra e a câmara da amostra é fechada. A câmara da amostra e o silenciador são purgados com nitrogênio antes de a mistura de gás apropriada ser introduzida. Onde aplicável, MW e/ou RF são introduzidos na cavidade do forno neste estágio. Nos exemplos, quando MW e/ou RF foram aplicadas, os geradores de MW e/ou RF foram ligados antes da inserção da amostra na cavidade. No início do experimento, o suporte da amostra foi levado no forno. Dados relevantes são registrados durante o experimento. Depois do tempo de reação especificado, a amostra é abaixada para fora do forno na câmara da amostra. A câmara da amostra e o silenciador são purgados com nitrogênio e a amostra é resfriada naturalmente. A amostra é pesada depois do experimento e a perda de peso é calculada. Amostras selecionadas são preparadas para análise de amostra.

Com referência às intensidades de campo específicas, foram aplicados níveis de potência de microondas e RF direta. Os níveis de potência direta do gerado e os níveis de potência refletida foram medidos. Em todos os experimentos, a menos que de outra forma declarado, todos níveis de potência referidos são níveis de potência direta. Adicionalmente, potência MW foi ajustada a 900 W e potência RF foi ajustada a 300 W.

A força do campo elétrico real na amostra não foi medida. Em vez disso, a força do campo elétrico do pico foi calculada de acordo com a equação seguinte:

$$P = \frac{E_{\max}^2 V_c \omega \epsilon_0}{4Q_0}$$

onde:

$E_{\max}$ é a máxima força do campo elétrico;

P é a potência do campo dissipada;

V_C é o volume da cavidade do campo;

Q_0 é o "fator de qualidade" da cavidade do campo. O fator Q para cavidades assistidas por RF e MW quando a cavidade está vazia é baixo, entre 2 e 20, com média de 9, já que a maior parte da energia é dissipada dentro da carga dielétrica e não armazenada na própria cavidade;

$2\pi f$, onde f é a frequência;

$f = 915$ MHz ou 2.450 MHz para microondas;

$f = 13,56$ MHz para radiofrequência.

Nos exemplos seguintes, dados de perda de massa quantitativos e análises de Mössbauer foram usadas para determinar a extensão da metalização. Medições de Mössbauer de ^{57}Fe foram realizadas em geometria de transmissão convencional. Um motor linear K3 Austin Associates acionado por uma forma de onda de referência triangular foi usado para varrer o perfil de ressonância. Um contador proporcional de Kr-CO₂ (2 atm) foi usado para detectar a radiação ressonante de 14,4 keV transmitida por uma fonte radioativa de 50 mCi $^{57}\text{Co}(\text{Rh})$.

Cada amostra foi montada em um suporte de fixação de pó especialmente projetado ($\Phi = 1,5$ cm). Quantidades de amostra de 4-50mg foram moídas sob acetona em um almofariz e pilão de ágata, completamente misturadas com material de amortecimento inorgânico e a mistura da amostra e amortecedor distribuída no suporte de amostra para formar um disco de espessura uniforme para medições de Mössbauer de transmissão.

Velocidades de contagem típicas na janela do discriminador ajustadas para selecionar a radiação ressonante de 14,5 keV foram na faixa de 10.000 contagens/segundo. A aquisição de dados de cada espectro e sua imagem especular continuaram por um período de 6 – 12 horas para obter diversos milhares de centenas em cada dos 1.024 canais de um analisador multicanais baseado em PCA. A calibração de velocidade (energia) na escala

X foi por meio de uma película de Fe- α de 25 μm de espessura medida antes e depois da série de medições que deu uma largura de linha de $\Gamma = 0,27 \text{ mm/s}$. Antes da análise, cada espectro foi dobrado com sua imagem especular e canais adjacentes subsequentemente adicionados. Isto serve para remover

5 distorções da linha base geométricas e reduz a dispersão estatística ($\sqrt{n}$) no conjunto de dados final para análise. O programa de ajuste, NORMOS, foi usado para ajuste teóricos dos dados como formas de linha Lorentziana para desconvoluir vários subcomponentes (fases) no espectro.

Nos exemplos 1 a 4, uma amostra de concentrado de ilmenita

10 foi reduzida usando o processo da presente invenção. Os resultados foram comparados com experimentos conduzidos nas mesmas condições, mas na ausência de energia de MW ou RF. A amostra de ilmenita usada nos experimentos 1 a 4 está descrita a seguir.

A distribuição de tamanho de partículas da amostra de ilmenita

15 determinada por seleção a seco está mostrada na tabela 1.

Tabela 1: Distribuição de tamanho de partícula da amostra de ilmenita

Faixa de tamanho da peneira / μm	massa / %
+300	0,61
-300 +212	1,27
-212 + 150	5,48
-150 + 106	42,22
-106 + 75	46,88
-75	3,54

O teor de umidade da amostra de ilmenita, determinado por um analisador de umidade Mettler Toledo HR73 a 120 $^{\circ}\text{C}$, é 0,32 %. A perda de peso a 950 $^{\circ}\text{C}$ em uma atmosfera de N_2 é 0,60 %. O tempo de teste a 950

20 $^{\circ}\text{C}$ foi de 60 minutos.

A análise de mineral na tabela 2 conduzida na amostra de ilmenita revelou que as fases principais presentes são ilmenita (80,36 %), ilmenita alterada (4,73 %), Ti-hematita (11,48 %) e rutilo (0,41 %). A análise de Mössbauer suporta a análise de mineral indicando a presença de 73 % Fe^{2+}

25 e 11 % Fe^{3+} como ilmenita e 16 % Fe^{3+} como hematita.

Tabela 2 – Composição química e análise de mineral da amostra de ilmenita

Parâmetro	Concentração / %
Análise química	
Ti	28,50
Fe	37,53
Si	0,99
Mg	0,28
Al	0,27
Abundância de mineral	
Ilmenita	80,36
Ilmenita alterada	4,73
Ti - hematita	11,48
Rutilo	0,41
Ferro metálico	0,00
Abundância de fase Fe	
Fe ⁰ como ferro metálico	0,00
Fe ⁺² como ilmenita	73,00
Fe ⁺³ como ilmenita	11,00
Fe ⁺³ como hematita	16,00

Exemplo 1**Redução de ilmenita sob CO/H₂**

Testes foram conduzidos a temperaturas entre 850 °C e 1.050 °C sob uma atmosfera redutora composta de 70 % CO, 15 % H₂ e 2 % CO, com o equilíbrio composto de nitrogênio. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. As reações de redução foram conduzidas em condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e em condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura de potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras seguintes (4 a 8).

Exemplo 2**Redução de ilmenita sob hidrogênio**

Testes foram conduzidos a temperaturas entre 650 °C e 850 °C sob uma atmosfera redutora composta de 100 % H₂. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. Reações de redução foram conduzidas sob condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e sob condições dielétricas

(isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras seguintes (9 a 11).

Exemplo 3

5 Redução de ilmenita pré-oxidada sob hidrogênio

Ilmenita foi pré-oxidada a temperaturas entre 600 °C e 950 °C sob ar antes de ser reduzida a 600 °C sob 100 % de hidrogênio sob condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e sob condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF).

10 O efeito da temperatura de oxidação e da aplicação de assistência dielétrica durante a redução subsequente no grau de metalização está mostrado na figura 12.

Amostras pré-oxidadas a 950 °C sob ar por 60 minutos foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido.

15 As amostras foram então reduzidas sob 100 % de hidrogênio a temperaturas entre 550 °C e 750 °C. As reações de redução foram conduzidas sob condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e sob condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram

20 investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras 13 a 16 seguintes.

Exemplo 4

Redução da ilmenita calcinada pré-oxidada sob CO

Amostras re-oxidadas a 950 °C sob ar por 60 minutos foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno

25 híbrido. As amostras foram então reduzidas sob 100 % CO a temperaturas entre 750 °C e 950 °C. As reações de redução foram conduzidas sob condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e sob condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e da potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram

investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras 17 a 18 seguintes.

No exemplo 5, um minério de magnetita titanífero foi reduzido sob hidrogênio e monóxido de carbono usando o processo da presente invenção. Os resultados foram comparados com experimentos conduzidos nas mesmas condições, mas na ausência de energia de MW e RF. A amostra de magnetita usada nos experimentos 5 está descrita a seguir.

Titanomagnetita e titanomaghemita são as principais fases que têm ferro no minério, constituindo até 85 % combinados da massa de minério e contendo mais de 96 % do ferro. O minério contém um componente maghemita substancial ($\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$). A maghemita está intimamente associada e intensamente entrelaçada com a magnetita original. Maghemita é metaestável e converte a hematita ($\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$) com o aquecimento (200 a 700 °C).

Titânio no minério é predominantemente hospedado por titanomagnetita e titanomaghemita (93 %), com os demais 7 % hospedados por ilmenita. Combinadas, a titanomagnetita e titanomaghemita contêm uma média de $\pm 8,2$ % de titânio em massa.

Vanádio no minério é também predominantemente hospedado por titanomagnetita e titanomaghemita (>85 %). Não foi identificada nenhuma outra fase com V ou rica em V definida e distinta.

A distribuição de tamanho de partículas e a composição química do minério estão mostrados na tabela 3 e na figura 19.

Tabela 3: Composição química da fração +106 μm – 1.700 μm da amostra de magnetita titanífera

Elemento	Concentração / %
Fe	54,5
Ti	7,82
Si	2,65
Al	2,36
Mg	1,21
V	1,16
Cr	0,243
Mn	0,21
Ca	0,11

Exemplo 5

Redução sob hidrogênio

Testes foram conduzidos a temperaturas entre 600 °C e 900 °C sob uma atmosfera redutora composta de 100 % H₂. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. Reações de redução foram conduzidas em condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e em condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e da potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras 20 a 23 seguintes.

Nos exemplos 6 e 7, uma amostra de hematita foi reduzida usando o processo da presente invenção. Os resultados foram comparados com experimentos conduzidos nas mesmas condições, mas na ausência de energia de MW ou RF. A amostra de hematita usada nos experimentos 6 e 7 está descrita a seguir.

A amostra consiste predominantemente em hematita (±91 %), com o restante compreendendo basicamente silicatos (7,1 %) e fosfatos compostos (1,0 %). Os silicatos consistem basicamente em quartzo, mica (muscovita) e caolinita/pirofilita. O mineral fosfato composto parece ser uma fase em solução sólida de esvambergita-woodhouseita.

Hematita é assim a principal fase contendo ferro no minério, sendo entre 99 e 100 % do ferro hospedados por hematita e uma quantidade muito desprezível de goetita associada. O ferro associado com o quartzo e mica é basicamente atribuído à hematita, que é intensamente emaranhada com essas fases. A composição química está mostrada na tabela 4.

Tabela 4: Composição química da amostra de minério de ferro (hematita)

Elemento	Concentração
Fe	59,2
Si	4,70
Al	0,908
V	0,193
Ca	0,095
Mg	0,093
Ti	0,06
P	0,053

Exemplo 6

Redução de hematita (finos) sob hidrogênio

Testes foram conduzidos a temperaturas entre 400 °C e 600 °C sob uma atmosfera redutora composta de 100 % H₂. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. As reações de redução foram conduzidas em condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e em condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado na figura 24 seguinte.

Exemplo 7

Redução de finos sob monóxido de carbono

Testes foram conduzidos a temperaturas entre 600 °C e 800 °C sob uma atmosfera redutora composta de 100 % Co. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. As reações de redução foram conduzidas em condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e em condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras 25 e 26 seguintes.

No exemplo 8, uma amostra de laterita limonítica foi reduzida usando o processo da presente invenção. Os resultados foram comparados com experimentos conduzidos nas mesmas condições, mas na ausência de energia de MW ou RF. A amostra de laterita limonítica usada no experimento 8 está descrita a seguir.

A amostra foi seca e a fração -1.180 + 425 µm removida para o teste exigido. Esta fração foi considerada a mais adequada a fim de limitar a

perda de finos do reator de leito fluidizado. Infelizmente, as outras frações de tamanho foram excluídas do teste por causa de limitação deste equipamento. A distribuição de tamanho de partícula da amostra de laterita niquelferrosa limonítica está mostrada na figura 27, ilustrando as frações usadas no teste. O teor de umidade da amostra, determinado por um analisador de umidade Mettler Toledo HR73 a 120 °C é 3,23 %. A perda de peso (depois de 15 minutos) a 700 °C em uma atmosfera de nitrogênio é 14,58 %. A perda de peso não é somente atribuída à perda de umidade livre, mas também à perda de água quimicamente ligada e reações de desidroxilação.

10 Tabela 5: Composição química da laterita niquelferrosa limonítica

Elemento	Concentração / %
Fe	46,20
Ni	0,37
Co	0,05
Si	4,73
Mg	0,43
Cr	1,93
Al	5,37
Mn	0,40
Ti	0,28
C	0,88
S	0,04

A composição química da amostra do título está de acordo com a composição química típica de um minério de laterita de níquel limonítica (tabela 5). O teor de Si da amostra do título é maior que a concentração de Si típica de um minério de laterita de níquel limonítica.

15 A amostra de laterita niquelferrosa limonítica consiste principalmente em goetita, hematita, magnetita, quartzo e cromita. A amostra é caracterizada por abundante limonita com menores quantidades de goetita, hematita, magnetita, quartzo e Cr-espinélio. Limonita é em geral uma fase mal definida basicamente por causa de sua natureza amorfa. Ela é no geral descrita como um óxido de ferro intensamente hidratado e amorfo. Limonita
20 forma uma matriz na qual grãos e fragmentos de magnetita parcial a completamente hematitizada, Cr-espinélio e quartzo situam-se. Nesta amostra,

limonita é a fase que contém Fe e Ni dominante. Ela também contém quantidades relativamente grandes de Al e Si e geralmente traços ou menores quantidades de Ti e Cr. Goetita e goetita-hematita estão presentes tanto na matriz de limonita quanto como nódulos oolíticos secundários discretos. Os nódulos de goetita são normalmente envoltos por um filme de limonita. A goetita hospeda algum Ni.

Os fragmentos e grãos de magnetita foram hematitizados em vários graus. Inclusões muito finas de Ni metálico ocorreram na magnetita remanescente preservada e são possivelmente um componente geológico inerente da rocha.

Fragmentos e grãos de cromita (Cr-espinério) são bastante comuns e ocorrem basicamente como inclusões na matriz de limonita. A cromita é geralmente transposta por veias de magnetita parcialmente hematitizada. A cromita é ocasionalmente envolta por um filme de goetita rico em Cr. O Cr-espinélio tipicamente contém quantidades substanciais de Al, Fe e Mg.

Exemplo 8

Redução da amostra de laterita niquelferrosa limonítica

Testes foram conduzidos a 700 °C em uma atmosfera redutora composta de 18 % CO, 50 % H₂, 2 % CO₂ e o equilíbrio nitrogênio. Amostras foram colocadas em um reator de leito fluidizado, que foi então inserido no forno híbrido. As reações de redução foram conduzidas em condições convencionais (isto é, na ausência de qualquer campo MW e RF) e em condições dielétricas (isto é, na presença de campos MW e RF). Os efeitos da temperatura e potência dielétrica no grau de metalização e na cinética de metalização foram investigados e comparados, conforme mostrado nas figuras 28 a 30 seguintes.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para reduzir um material contendo metal, caracterizado pelo fato de que compreende:

prover um material contendo metal;

5 aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;

expor o dito material contendo metal à energia de microondas (MW);

10 expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF); e

expor o dito material contendo metal a um agente redutor.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal compreende um minério ou um concentrado.

15 3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal compreende ferro.

4. Processo de acordo com a reivindicação 2 ou reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o minério é selecionado de um ou mais de ilmenita, magnetita titanífera, minério de ferro, lateritas limoníticas, 20 magnetita, maghemita, hematita e lateritas saprolíticas.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura que não excede aproximadamente 1.200 °C.

25 6. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura que não excede 850 °C.

7. Processo de acordo com a reivindicação 5 ou reivindicação

6, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura na faixa de 400 a 850 °C.

5 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF não aquece significativamente o dito material.

10 9. Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF aquece o dito material menos que 10 °C.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que a força do campo elétrico no pico da energia aplicada na cavidade é na faixa de 300 a 5.000 Vm⁻¹.

15 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que a força do campo elétrico no pico da energia de RF aplicada na cavidade é na faixa de 3.000 a 100.000 Vm⁻¹.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o agente redutor compreende um gás selecionado de monóxido de carbono e/ou hidrogênio.

20 13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, caracterizado pelo fato de que o agente redutor compreende um material sólido compreendendo carbono.

25 14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que o agente redutor é compreendido no material contendo metal.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação antes de expor o dito material à energia de MW e/ou energia de RF.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é exposto à energia de MW e/ou RF durante o aquecimento do dito material pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação.

5 17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é exposto à energia de MW e energia de RF simultaneamente.

18. Processo metalúrgico extrativo para a redução química de um minério ou concentrado contendo ferro, o processo compreendendo:

10 prover um minério ou concentrado contendo ferro;

aquecer o dito minério ou concentrado por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;

expor o dito minério ou concentrado a um agente redutor, por meio do que parte ou todo o dito minério ou concentrado é reduzido a ferro;

15 caracterizado pelo fato de que o dito minério ou concentrado é também exposto à energia de microonda (MW) e energia de radiofrequência (RF) simultaneamente com o dito aquecimento do dito minério ou concentrado, os níveis de energia de MW e RF sendo selecionados de maneira que haja pouco ou nenhum aquecimento adicional do dito minério ou concentrado, e em que a temperatura do dito minério ou concentrado não
20 excede 850 °C, preferivelmente 650 °C, durante o processo de redução.

19. Produto, caracterizado pelo fato de ser obténível por um processo como definido em qualquer uma das reivindicações anteriores.

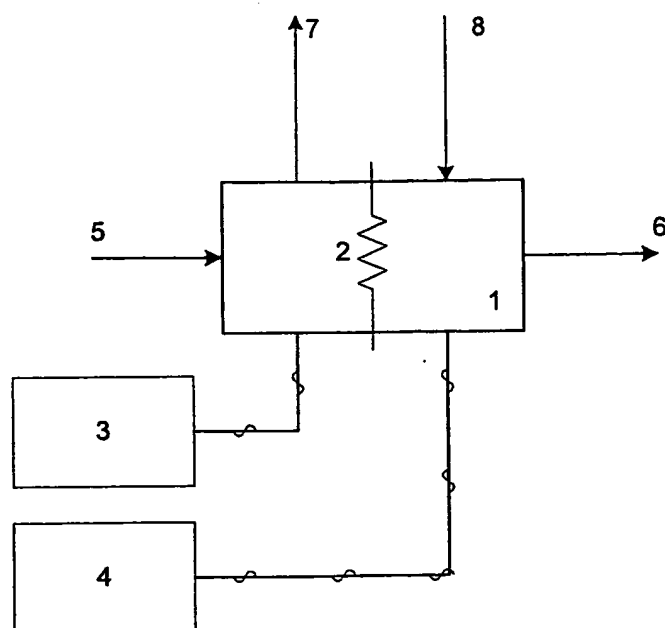


Figura 1: Fluxograma da invenção, mostrando os seguintes componentes: 1, cavidade de reação; 2, elemento de aquecimento; 3, fonte de microonda; 4, fonte RF; 5, alimentação de mineral; 6, descarga de produto; 7, gás de processo redutor; 8, gás de alimentação redutor.

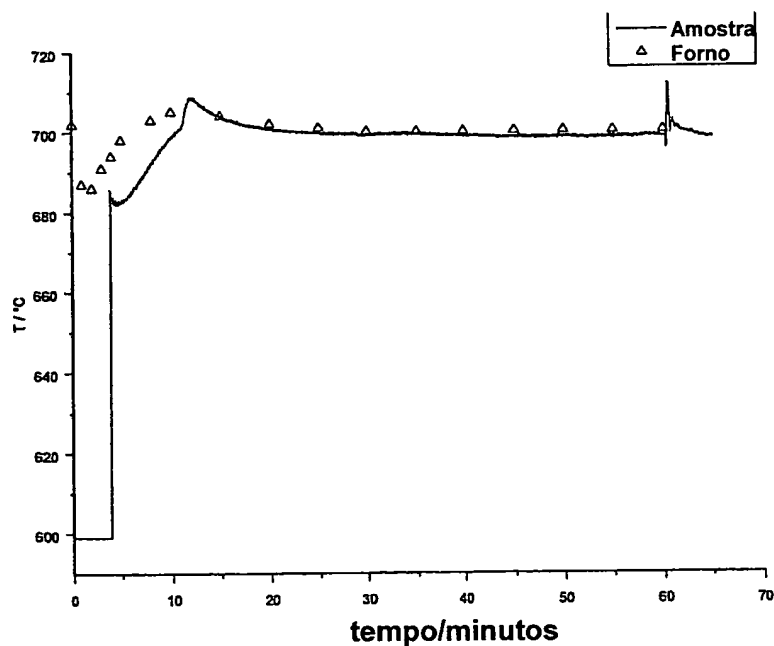


Figura 2: Comparação das temperaturas do forno e da amostra medidas sob um campo de microonda e radiofrequência aplicado.

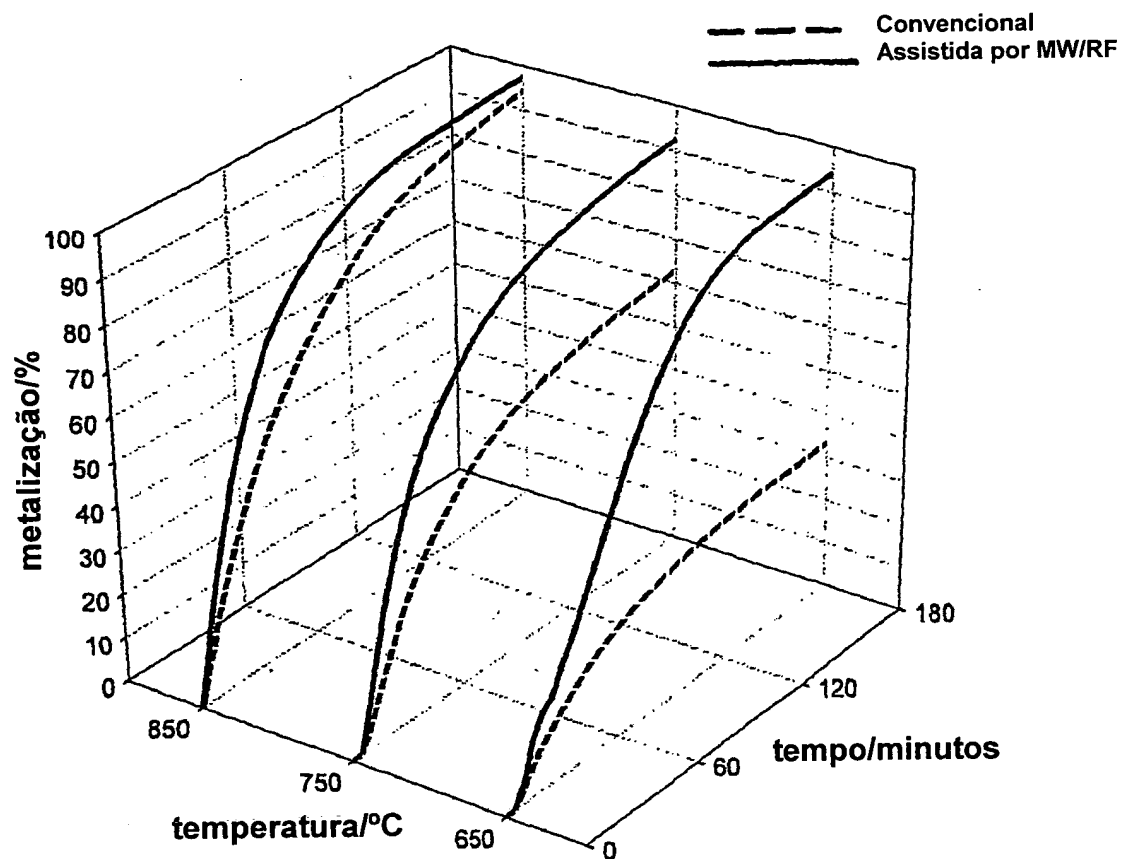


Figura 3: Cinética da metalização de ilmenita sob hidrogênio em função da temperatura. Potência MW = 900 W, potência RF = 300 W

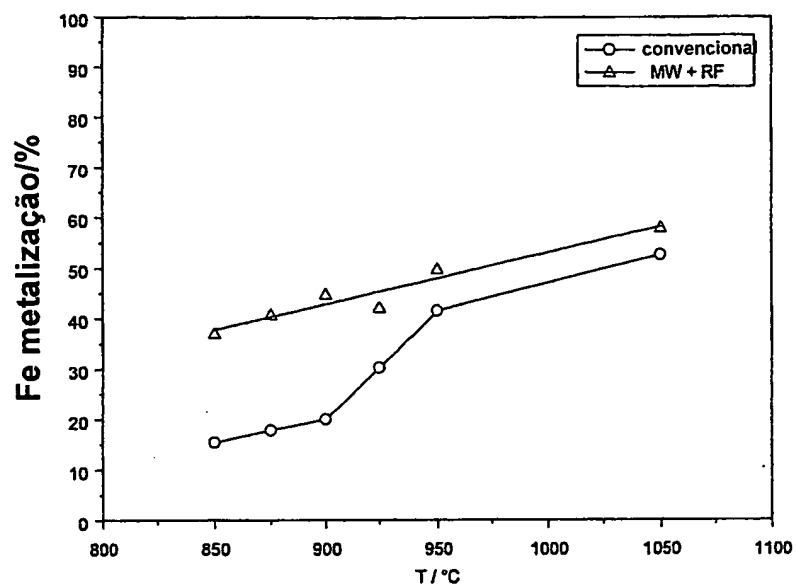


Figura 4: Efeito da temperatura no grau de melhoria da metalização de ilmenita. Tempo de reação foi 60 minutos, PMW = 900 W, PRF 300 W

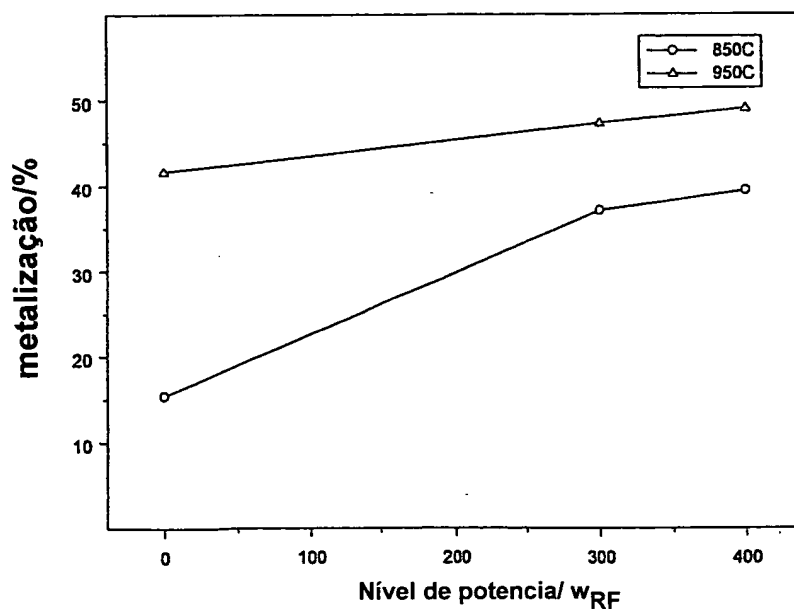


Figura 5: Efeito da potência dielétrica na redução de ilmenita. Tempo de reação foi 60 minutos e a razão da potência MW para potência RF foi 3:1.

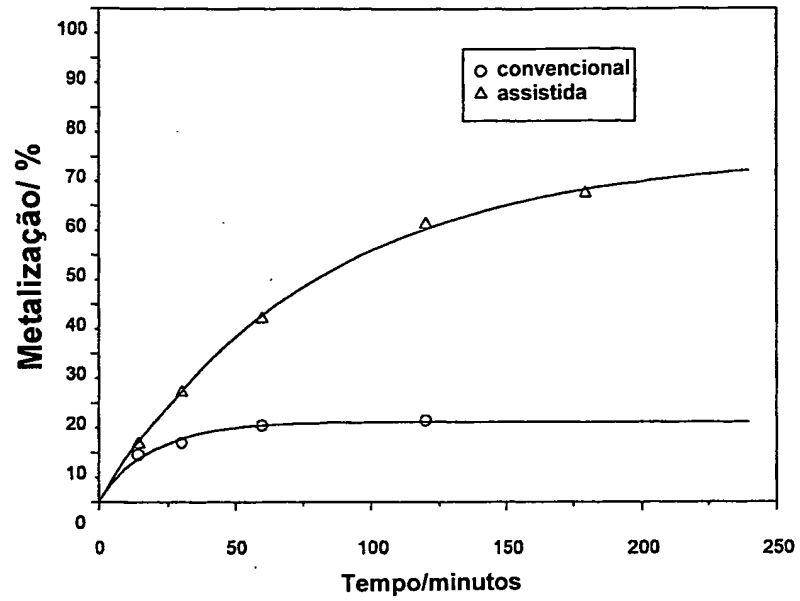


Figura 6: Cinética a 850 °C sob 70 % CO e 15 % H₂ o convencional

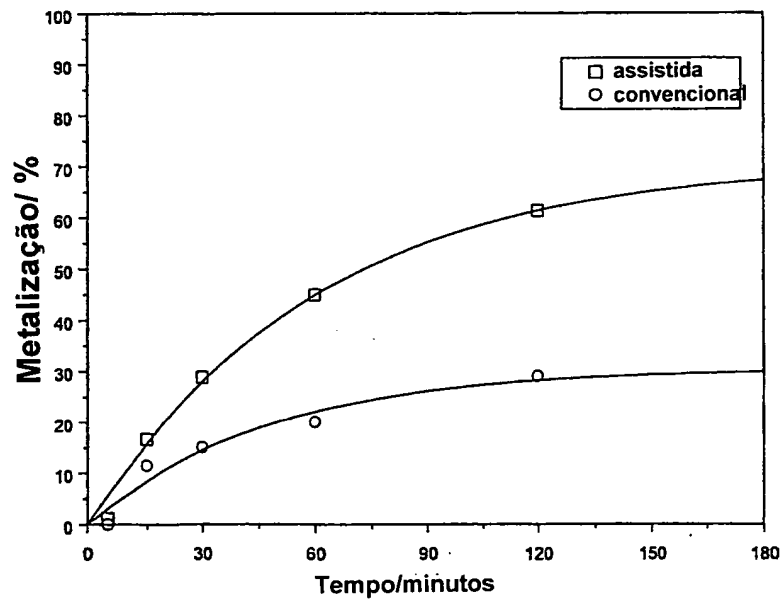


Figura 7: Cinética a 900 °C sob 70 % CO e 15 % H₂

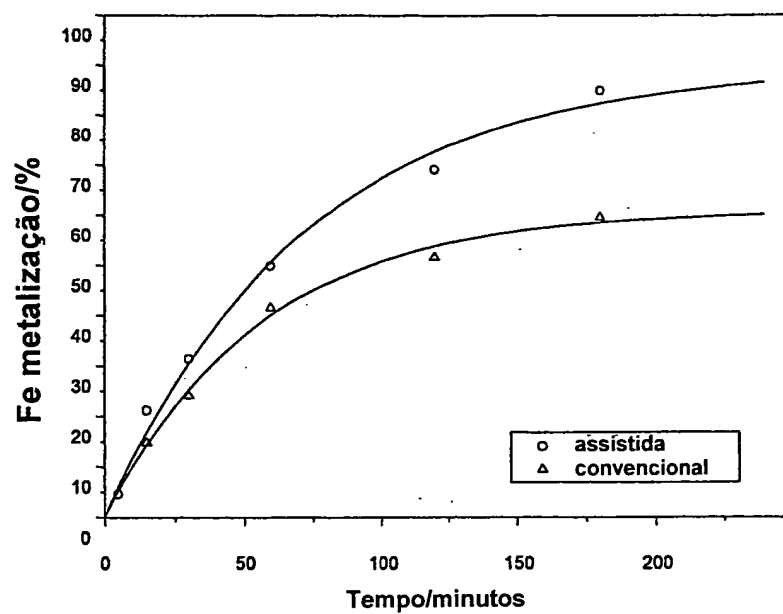


Figura 8: Cinética a 950 °C sob 70 % CO e 15 % H₂

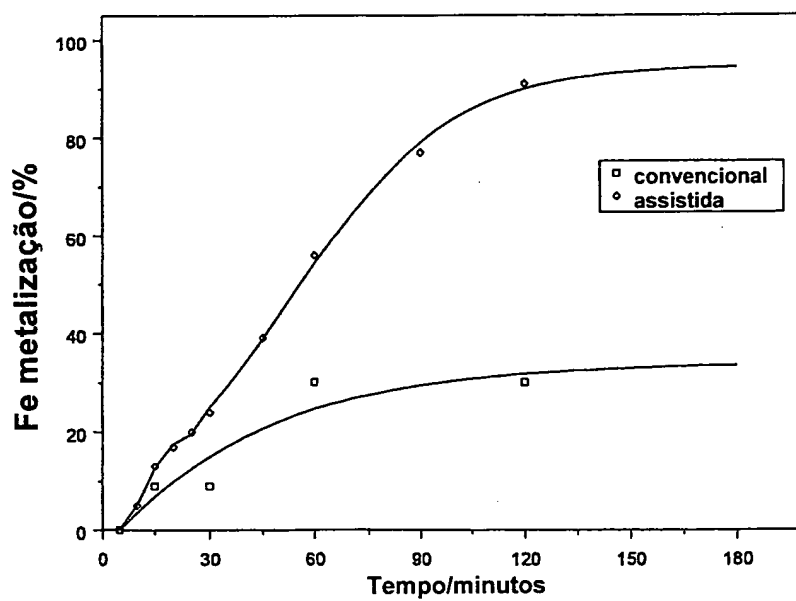


Figura 9: Cinética a 650 °C sob 100 % hidrogênio

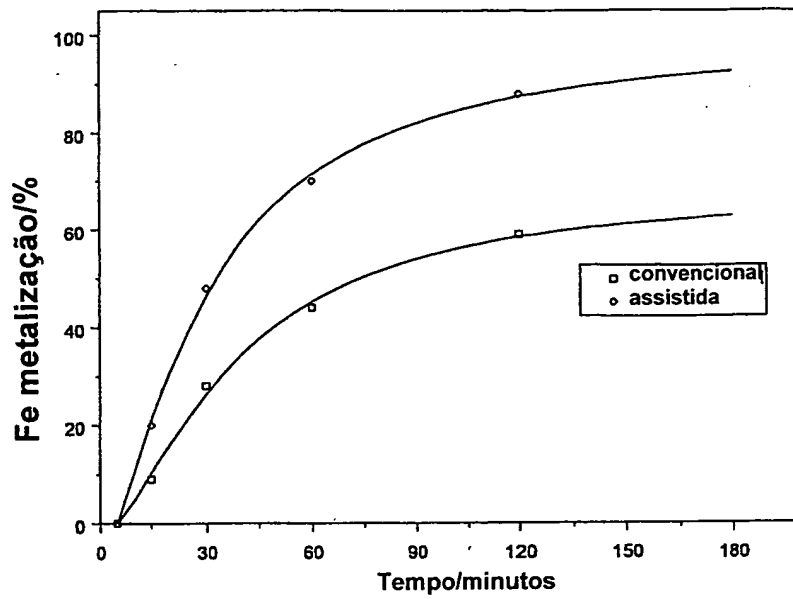


Figura 10: Cinética a 750 °C sob 100 % hidrogênio

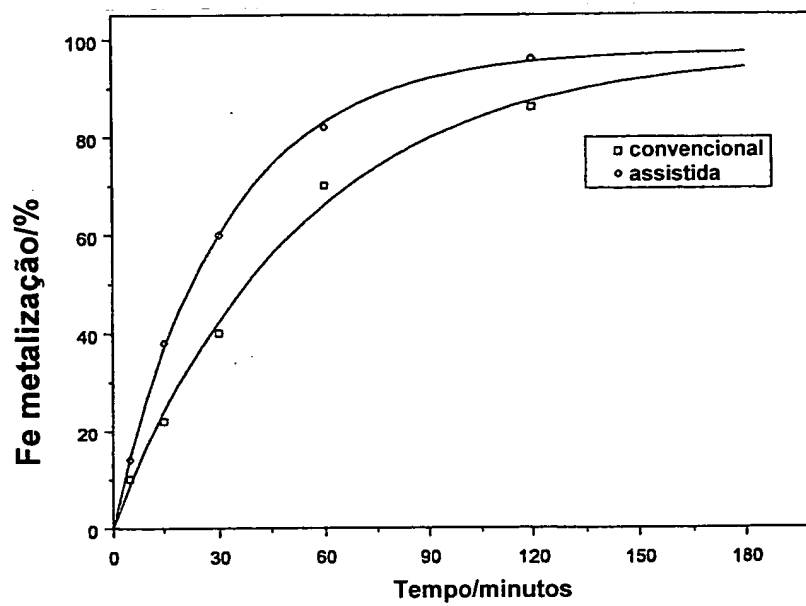


Figura 11: Cinética a 850 °C sob 100 % hidrogênio

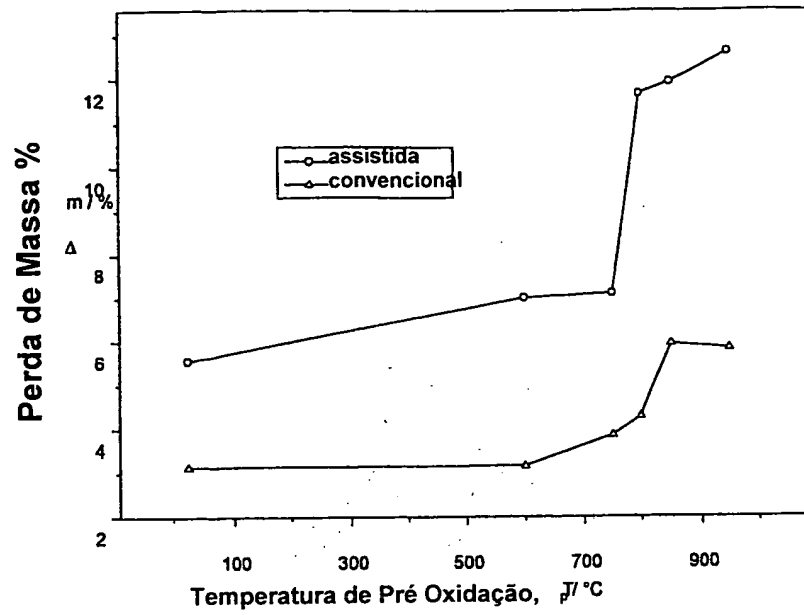


Figura 12: Efeito da temperatura de pré-oxidação na perda de massa (metalização). Redução a 600 °C sob hidrogênio por 60 minutos. PMW = 900 W, PRF = 300 W

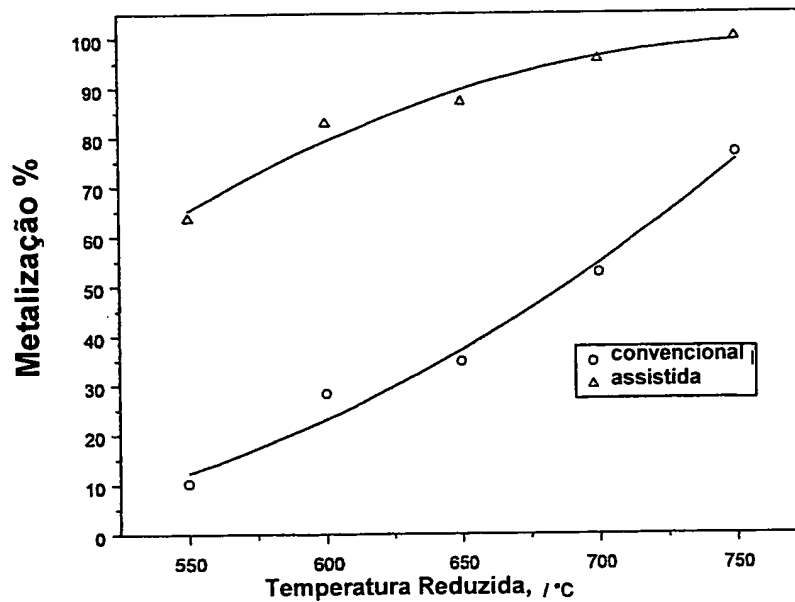


Figura 13: Efeito da temperatura de redução. Pré-oxidado a 950 °C, reduzido sob hidrogênio por 60 minutos, PMW = 900 W, PRF = 300 W

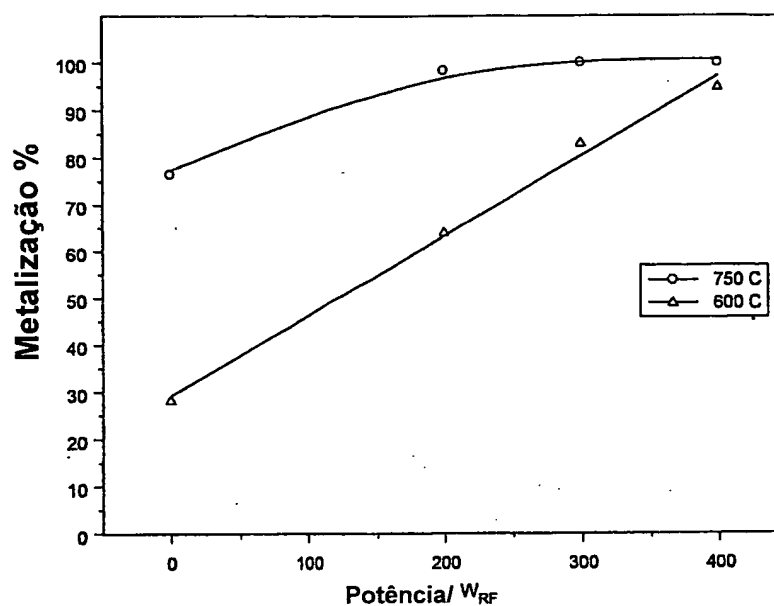


Figura 14: Efeito da potência na redução de ilmenita pré-oxidada a 950 °C e em seguida reduzida sob hidrogênio a 600 °C e 750 °C por um período de 60 minutos

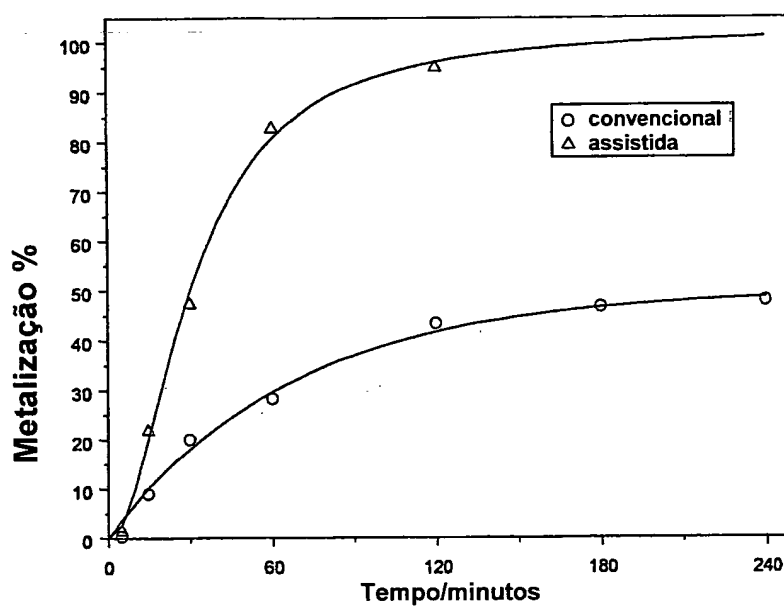


Figura 15: Cinética de redução a 600 °C sob hidrogênio depois de pré-oxidação a 950 °C. PMW = 900 W, PRF = 300 W

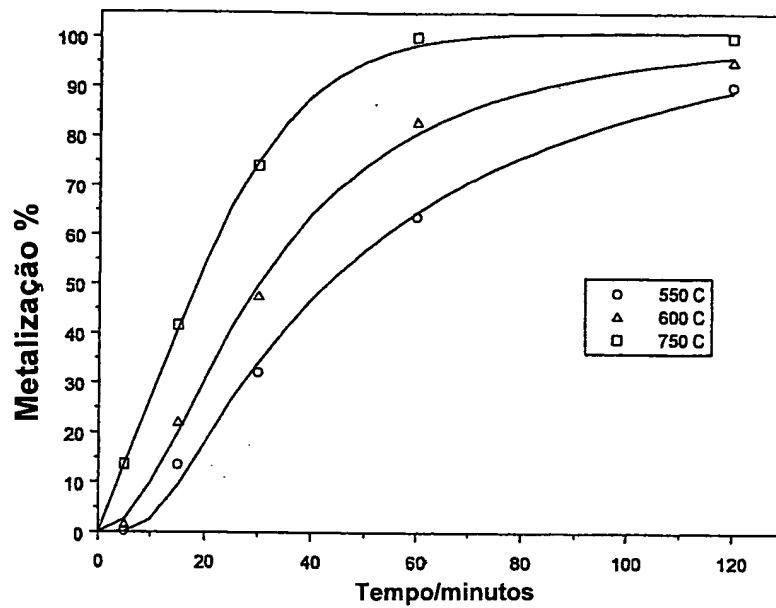


Figura 16: Efeito da temperatura na cinética de redução sob hidrogênio depois de pré-oxidação a 950 °C. PMW = 900 W, PRF = 300 W

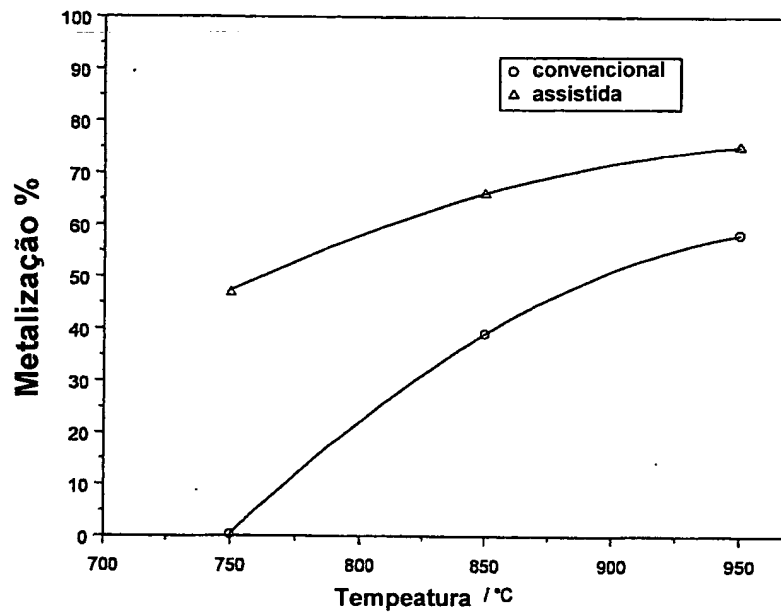


Figura 17: Efeito da temperatura de redução na metalização depois da pré-oxidação a 950 °C por 60 minutos. PMW = 900 W, PRF = 300 W

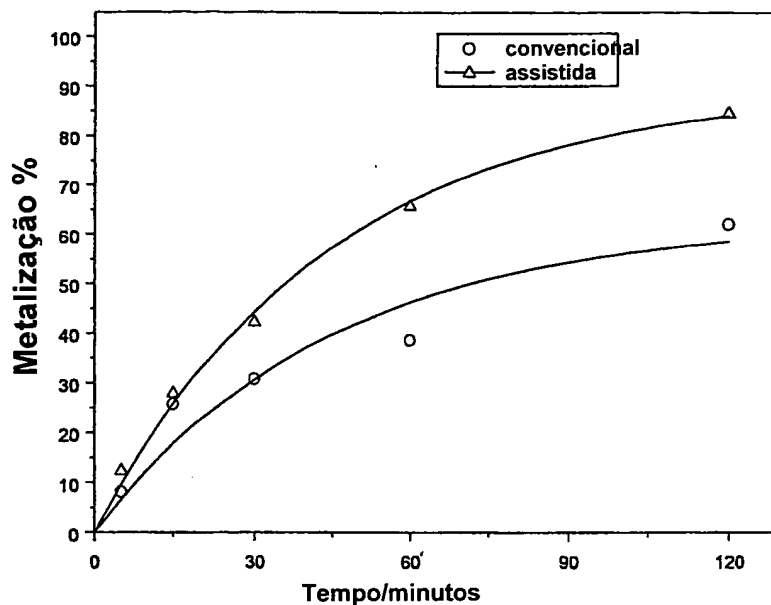


Figura 18: Cinética a 850 °C depois da pré-oxidação a 950 °C. PMW = 900 W, PRF = 300 W.

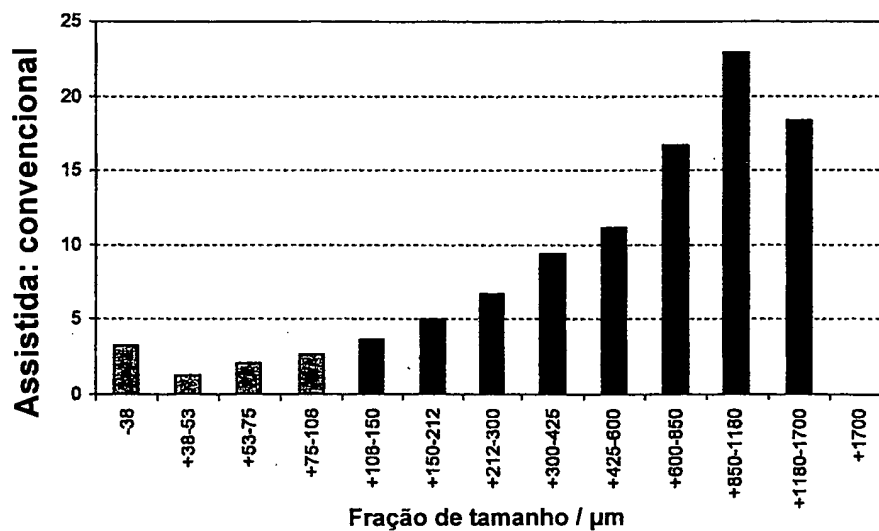


Figura 19: Distribuição de tamanho de partícula para a amostra de magnetita titanífera. A fração +106 μ -1.700 (sombreada) foi usada em experimentos de reator de leito fluidizado

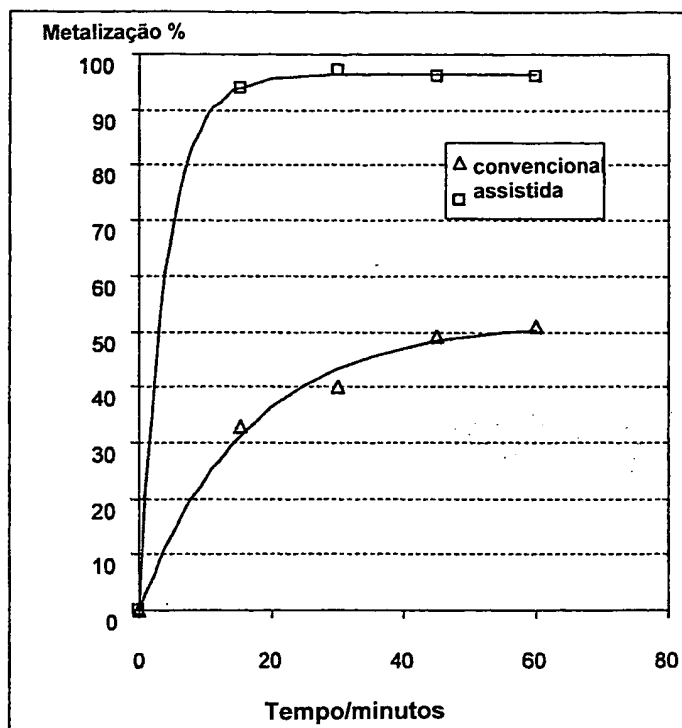


Figura 20: Metalização sob hidrogênio a 600 °C

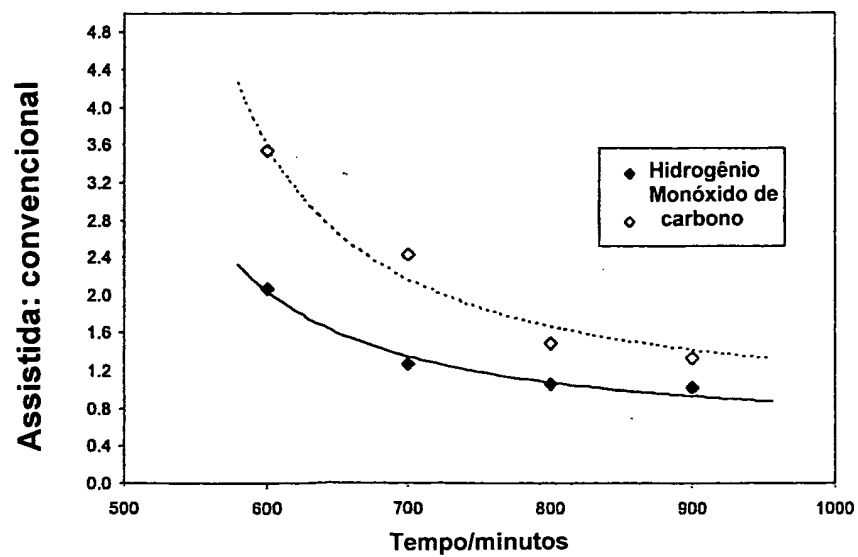


Figura 21: Razão de melhoria indicativa em função da temperatura

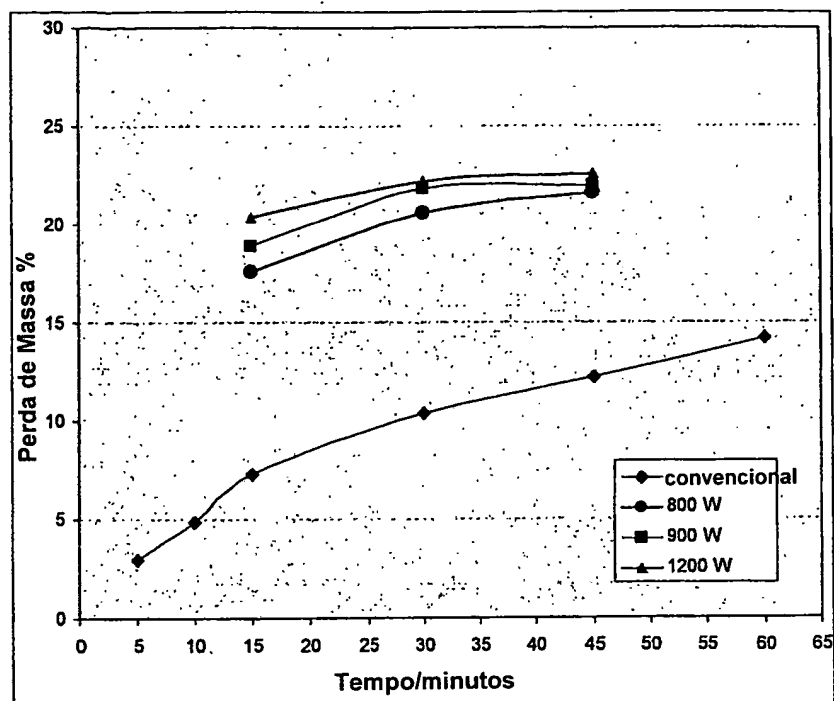


Figura 22: Efeito da potência de MW na melhoria da metalização de magnetita

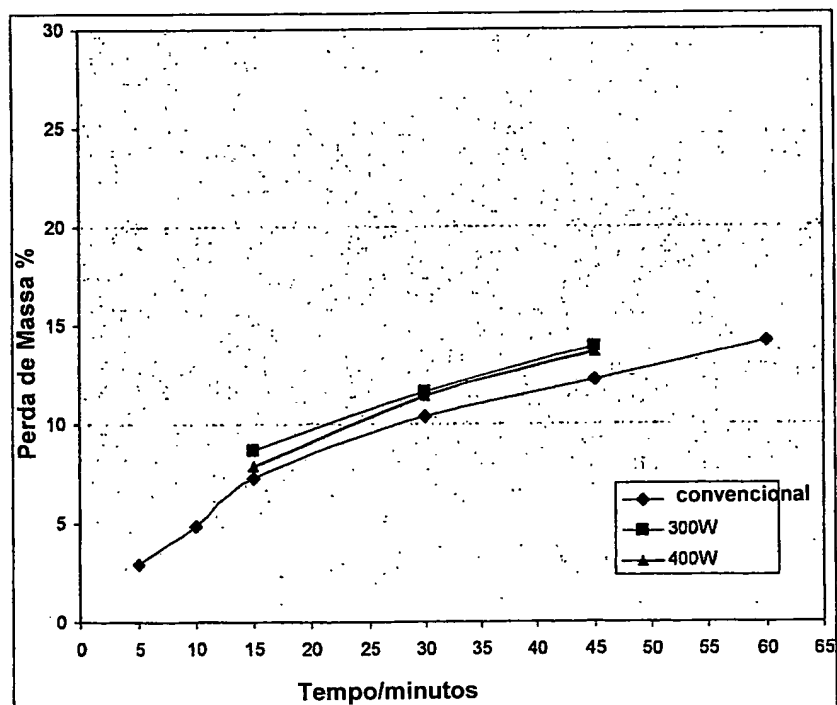


Figura 23: Efeito da potência de RF na melhoria da metalização de magnetita

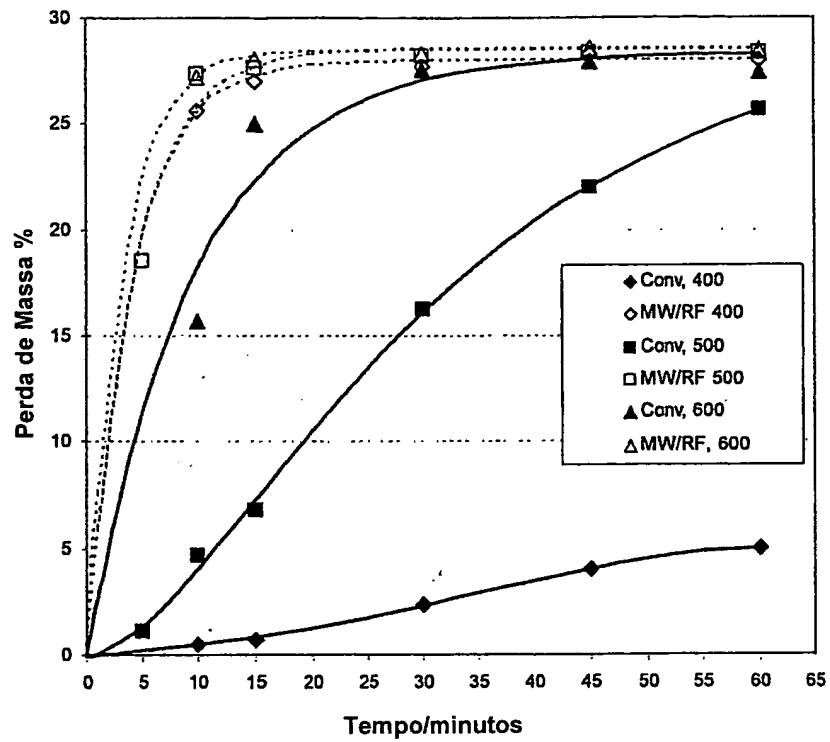


Figura 24: Redução de finos de minério de ferro hematita sob hidrogênio. PMW direta = 900 W e PRF direta = 300 W

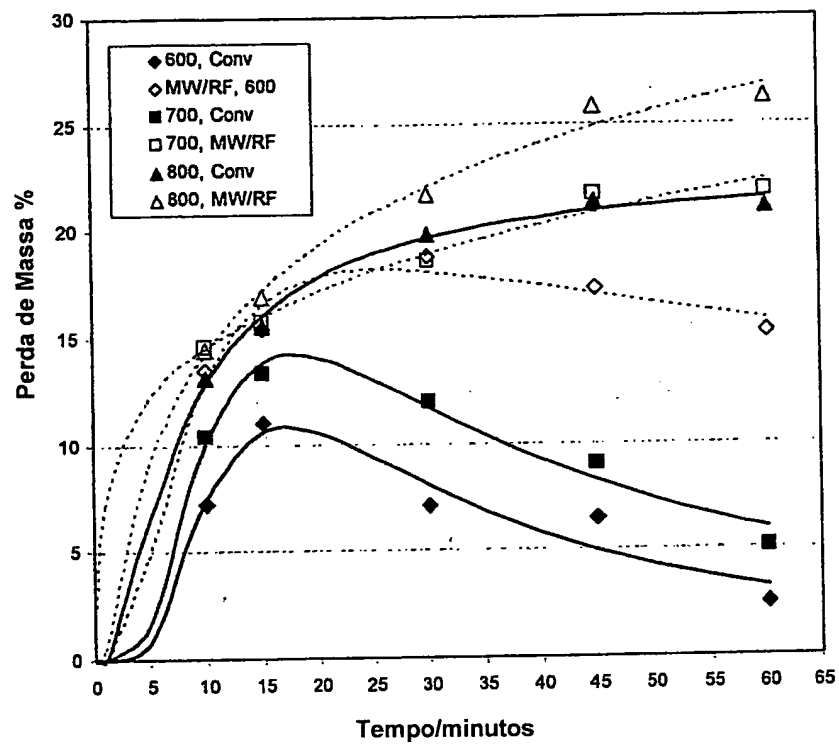


Figura 25: Efeito da temperatura no grau e cinética de redução de minério de ferro hematita sob monóxido de carbono. PMW direta = 900 W e PRF direta = 300 W

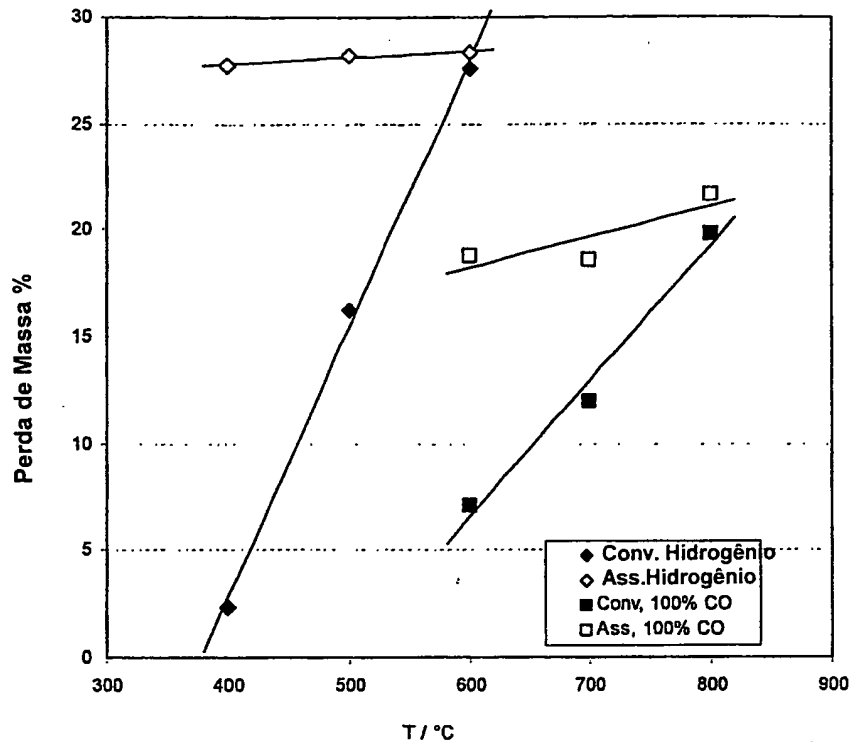


Figura 26: Comparação das perdas de massa para a redução de finos de minério de ferro hematita sob hidrogênio e sob monóxido de carbono. Amostras foram reduzidas tanto sob 100 % hidrogênio quanto 100 % CO. No caso de CO, a massa de carbono depositada na amostra foi analisada e levada em conta. A massa da amostra inicial foi 10 g e o tempo de permanência foi 30 minutos.

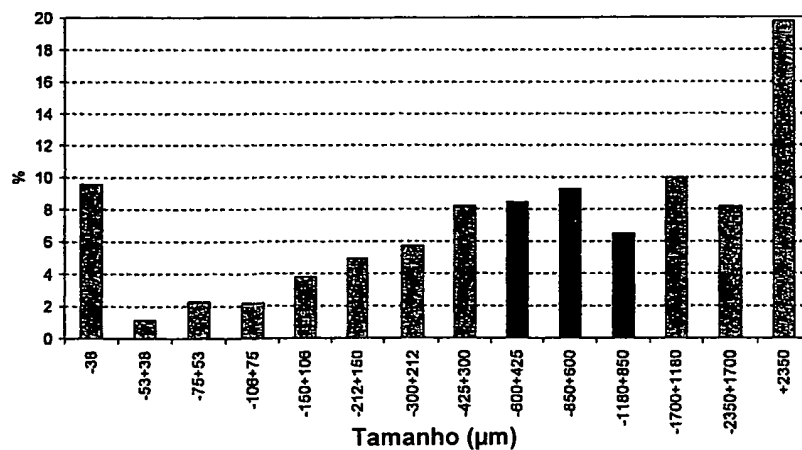


Figura 27: A distribuição de tamanho de partícula da amostra de laterita niqueliferosa limonítica mostrando as frações de tamanho usadas no teste

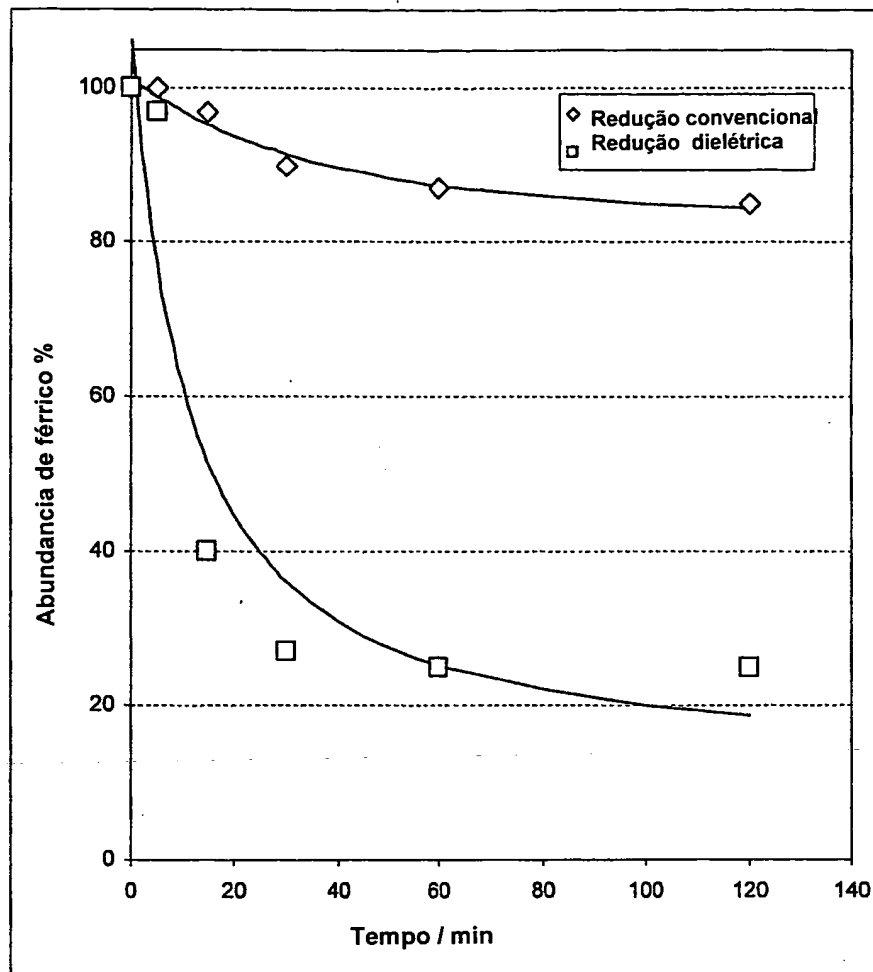


Figura 28: Comparação da redução do ferro férrico sob condições convencionais e assistidas dielétrica. A temperatura de redução foi 700 °C, o gás redutor foi composto de 18 % CO, 30 % H₂, 2 % CO₂, o equilíbrio N₂. PMW = 900 W, PRF = 300 W

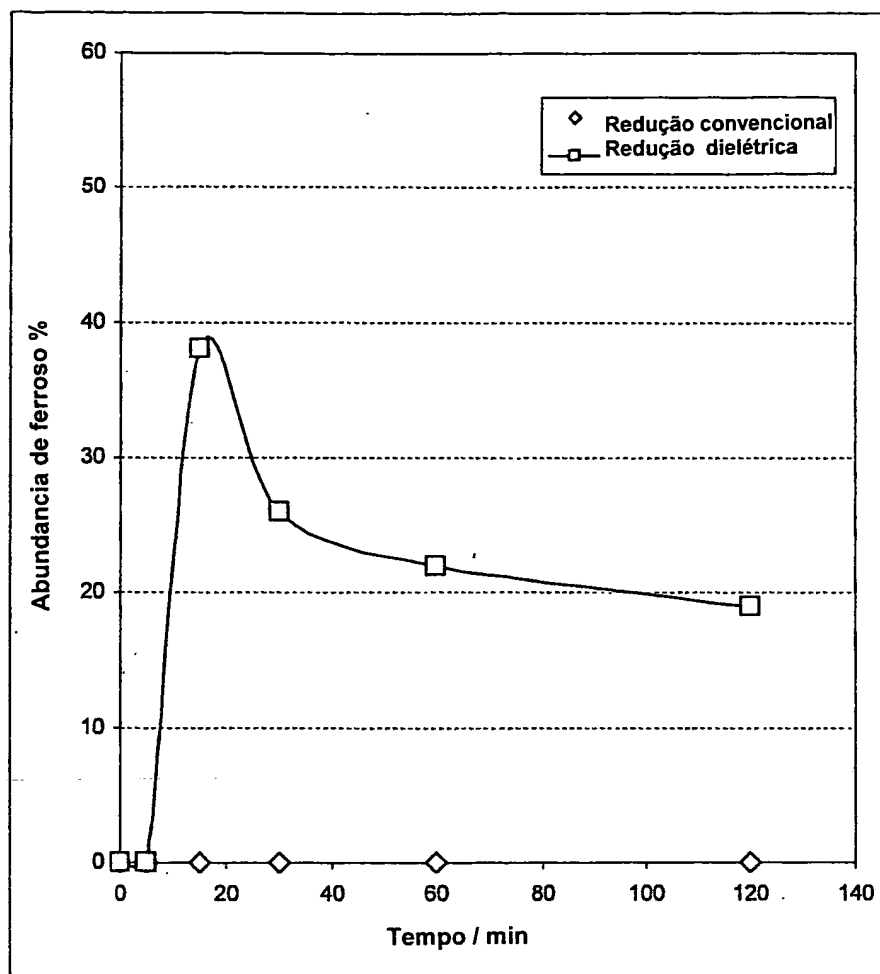


Figura 29: Comparação da formação e redução de ferro ferroso sob condições convencionais e assistida dielétrica. A temperatura de redução foi 700 °C, o gás redutor foi composto de 18 % CO, 30 % H₂, 2 % CO₂, equilíbrio N₂. PRW PRF = 900 W, PRF = 300 W.

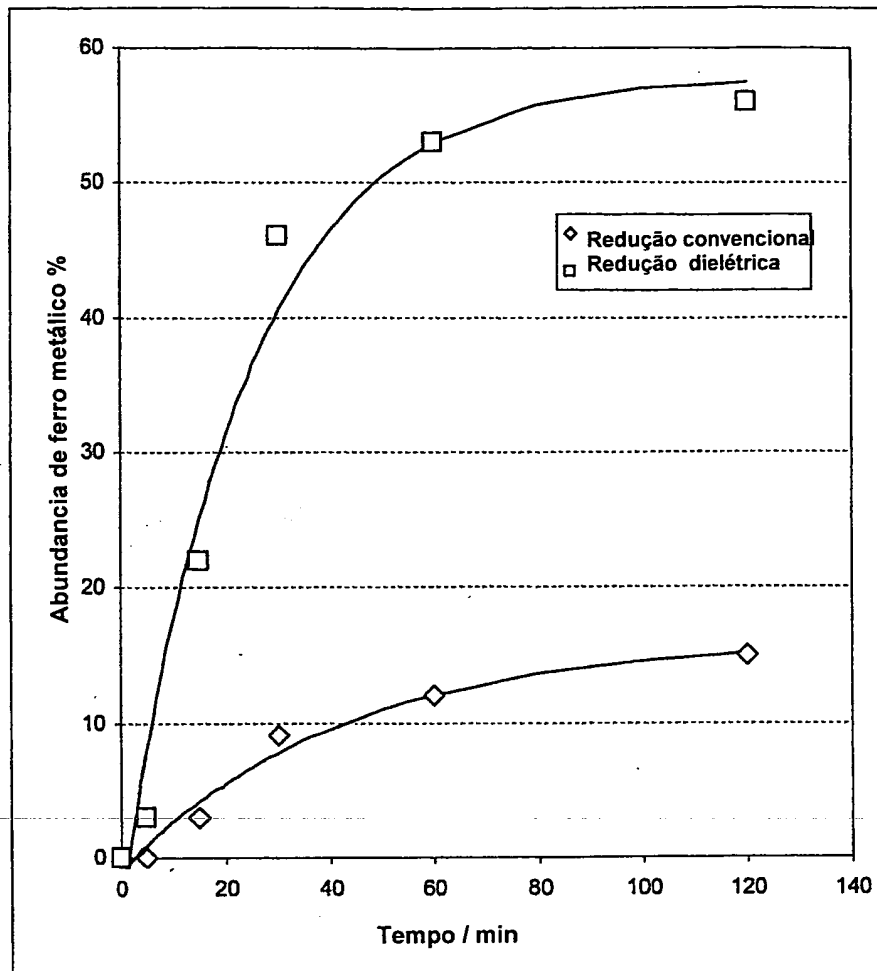


Figura 30: Comparação da formação de ferro metálico sob condições convencionais e dielétricas assistidas. A temperatura de redução foi 700 °C, o gás redutor foi composto de 18 % CO, 30 % H₂, 2 % CO₂, equilíbrio N₂. PMW = 900 W, PRF = 300 W.

RESUMO

“PROCESSO PARA REDUZIR UM MATERIAL CONTENDO METAL, PROCESSO METALÚRGICO EXTRATIVO PARA A REDUÇÃO QUÍMICA DE UM MINÉRIO OU CONCENTRADO CONTENDO FERRO, E, PRODUTO”

É descrito um processo para reduzir um material contendo metal, o processo compreendendo: prover um material contendo metal (5), aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação (2), expor o dito material contendo metal à energia de microondas (3), expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF) e expor o dito material contendo metal a um agente redutor (8). O método, que não envolve aquecimento dielétrico durante a exposição à energia de MW e RF, permite redução química mais eficiente em termos de energia de minérios e concentrados de minério contendo metais e aumenta o rendimento de metalização.

A requerente apresenta novas vias das reivindicações para melhor esclarecer e definir o presente pedido.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para reduzir um material contendo metal, caracterizado pelo fato de que compreende:

prover um material contendo metal;

5 aquecer o dito material contendo metal por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;

expor o dito material contendo metal à energia de microondas (MW);

10 expor o dito material contendo metal à energia de radiofrequência (RF); e

expor o dito material contendo metal a um agente redutor,

em que a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF não aquece significativamente o dito material.

15 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal compreende um minério ou um concentrado.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal compreende ferro.

20 4. Processo de acordo com a reivindicação 2 ou reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que o minério é selecionado de um ou mais de ilmenita, magnetita titanífera, minério de ferro, lateritas limoníticas, magnetita, maghemita, hematita e lateritas saprolíticas.

25 5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura que não excede aproximadamente 1.200 °C.

6. Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura que não excede

850 °C.

5 7. Processo de acordo com a reivindicação 5 ou reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação a uma temperatura na faixa de 400 a 850 °C.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que a exposição do material contendo metal à energia de MW e/ou RF aquece o dito material menos que 10 °C.

10 9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que a força do campo elétrico no pico da energia aplicada na cavidade é na faixa de 300 a 5.000 Vm⁻¹.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que a força do campo elétrico no pico da energia de RF aplicada na cavidade é na faixa de 3.000 a 100.000 Vm⁻¹.

15 11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o agente redutor compreende um gás selecionado de monóxido de carbono e/ou hidrogênio.

20 12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o agente redutor compreende um material sólido compreendendo carbono.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que o agente redutor é compreendido no material contendo metal.

25 14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é aquecido pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação antes de expor o dito material à energia de MW e/ou energia de RF.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é exposto à

energia de MW e/ou RF durante o aquecimento do dito material pelo dito dispositivo de convecção e/ou condução e/ou radiação.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, caracterizado pelo fato de que o material contendo metal é exposto à energia de MW e energia de RF simultaneamente.

17. Processo metalúrgico extrativo para a redução química de um minério ou concentrado contendo ferro, o processo compreendendo:

prover um minério ou concentrado contendo ferro;

aquecer o dito minério ou concentrado por dispositivos de convecção e/ou condução e/ou radiação;

expor o dito minério ou concentrado a um agente redutor, por meio do que parte ou todo o dito minério ou concentrado é reduzido a ferro;

caracterizado pelo fato de que o dito minério ou concentrado é também exposto à energia de microonda (MW) e energia de radiofrequência (RF) simultaneamente com o dito aquecimento do dito minério ou concentrado, os níveis de energia de MW e RF sendo selecionados de maneira que haja pouco ou nenhum aquecimento adicional do dito minério ou concentrado, e em que a temperatura do dito minério ou concentrado não excede 850 °C, preferivelmente 650 °C, durante o processo de redução.

18. Produto, caracterizado pelo fato de ser obténível por um processo como definido em qualquer uma das reivindicações anteriores.