

# METODOLOGIA DE SIMULAÇÃO EM LABORATÓRIO DO INTEMPERISMO DE PELOTAS<sup>1</sup>

Jean Philippe Santos Gherardi de Alencar<sup>2</sup>

Ângelo Guimarães Parreira<sup>2</sup>

Maria Beatriz Hermani Vieira<sup>3</sup>

Willian Antônio Freitas<sup>4</sup>

## Resumo

O intemperismo ou envelhecimento de pelotas de minério de ferro ocorre pela hidratação de alguns constituintes da fase escória deste produto. Os constituintes hidratados são lixiviados, degradando esta fase escória e, conseqüentemente, a qualidade física da pelota. Assim, os produtores, para atender as especificações de qualidade física de seus produtos no destino, têm de levar em consideração esta perda de qualidade ao longo do ciclo de vida do produto. Isto implica em restrições de produção e perda de receita para os produtores. O processo de desenvolvimento de novos produtos na Vale considera este efeito do intemperismo sobre a qualidade do produto, porém a metodologia de avaliação usada não é padronizada. Nesse contexto, a Vale desenvolveu uma metodologia baseada no uso de câmara climatizada, normalmente usada para avaliações de fenômenos de corrosão de materiais. Inicialmente, foram testados ciclos similares aos que a indústria automobilística faz para peças metálicas e, posteriormente, outros mais ajustados à realidade de estocagem dos produtos em pátios. A metodologia proposta provou ser capaz de reproduzir as tendências de perda de resistência mecânica observadas industrialmente, com repetibilidade e sensibilidade suficiente para discriminar pelotas de diferentes qualidades. A intenção é usar essa metodologia como ferramenta para o desenvolvimento de novos produtos mais resistentes ao intemperismo.

**Palavras-chave:** Intemperismo; Envelhecimento; Qualidade; Pelota.

## METHODOLOGY FOR SIMULATING PELLETS WHEATERING IN LABORATORY

### Abstract

The aging of iron ore pellets occurs by the hydration of some slag phase constituents of this product. The hydrated constituents are leached, degrading this slag phase and, consequently, the physical quality of the pellets. Thus, the suppliers to meet the physical quality specifications of its products in the final destination must take into account this loss of quality during the product's lifecycle. This implies restrictions on the production and loss of revenue for producers. The process of developing new products at Vale considers this effect of aging/weathering on the product quality, but the valuation's methodology used is not standardized. In this context, Vale has developed a methodology based on the use of conditioned chamber, normally used for evaluation of corrosion phenomena of materials. Initially, we tested cycles similar to the auto industry performed in metal parts, and later other more suited to the reality of the pellets in storage yards. The proposed methodology has proven to be able to reproduce the industrial observed trends of mechanical strength loss with repeatability and enough sensitive to discriminate pellets of different qualities. The intention is to use this methodology as a complementary tool to develop new products that are more resistant to weathering.

**Key words:** Weathering; Aging; Quality; Pellet.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 43º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas, 14º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro e 1º Simpósio Brasileiro de Aglomeração de Minério de Ferro, 1 a 4 de setembro de 2014, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Engenheiro Metalúrgico, Engenheiro. Vale, Ferrous Technology Center, Nova Lima, MG, Brasil.*

<sup>3</sup> *Geólogo, Geóloga. Vale, Ferrous Technology Center, Membro da ABM, Nova Lima, MG, Brasil.*

<sup>4</sup> *Técnico Metalúrgico, Técnico Especialista. Vale, Ferrous Technology Center, Nova Lima, MG, Brasil.*

## 1 INTRODUÇÃO

O alto-forno é um reator cuja estabilidade de operação depende fundamentalmente da qualidade da matéria-prima utilizada. Em função disto, vários itens de controle de qualidade da carga metálica foram estabelecidos e são monitorados a fim de garantir uma condição fluido-dinâmica adequada e operação estável do forno.

A prática industrial e informações publicadas na literatura dão conta de que a estocagem, por longos períodos de tempo, acarreta a degradação da qualidade física de aglomerados de minério de ferro (sinter e pelota) pela ação de intemperismo. Street<sup>(1)</sup> publicou trabalho sobre o tema, concluindo que a estocagem de pelotas por um longo período, associada a uma movimentação intensa da matéria-prima, pode aumentar em até 10% a geração de *chips* no forno com conseqüente perda de permeabilidade no leito, diminuição da temperatura de gás de topo e aumento do consumo de redutor. Paquet e Gourde<sup>(2)</sup> também discutiram sobre a deterioração de pelotas quando submetidas a agentes externos e congelamento, verificando efeitos negativos disto sobre a resistência à compressão e a resistência à degradação sob redução a baixas temperaturas (LTD).

Estudos realizados na Vale, identificaram os seguintes mecanismos para o fenômeno de intemperismo de pelotas de minério de ferro: (1) Dissolução em água da fase escória silicatada com produção de hidróxido de cálcio, e (2) Reação do hidróxido de cálcio com o gás carbônico formando calcitas que se propagam e causam trincas na fase escória remanescente. Estes mecanismos afetam a resistência da pelota por causar danos à fase escória que é, em boa parte, responsável pela integridade estrutural da pelota.

Na indústria de pelotização, os testes para avaliar a susceptibilidade das pelotas ao envelhecimento não são padronizados, principalmente quanto aos critérios adotados para simulação das intempéries as quais são submetidas estas pelotas. As amostras são deixadas ao ar livre, sujeitas às intempéries, por um período de até 90 dias. Não há como reproduzir as mesmas condições entre um ensaio e outro. Isto prejudica a repetibilidade do ensaio, dificulta a análise de resultados e, principalmente, a aplicação do método no processo de desenvolvimento de novos produtos.

Assim, em função da importância do tema para a qualidade de pelotas e com o intuito de tornar esta avaliação e os seus resultados mais aplicáveis e reprodutíveis, buscou-se desenvolver uma nova metodologia para simular, de maneira controlada, o fenômeno do intemperismo em pelotas de minério de ferro.

## 2 MATERIAIS E PROCEDIMENTOS

Primeiramente, foi identificado um equipamento que pudesse simular as intempéries a que são submetidas as pelotas durante a sua estocagem, de maneira padronizada e com a menor influência possível do fator humano.

O equipamento identificado e adquirido foi uma câmara atmosférica normalmente usada para avaliações do fenômeno de corrosão de peças metálicas (Figura 1). A câmara é manufaturada em fibra de vidro e tem um tamanho adequado para avaliar um grande número de amostras de pelotas ao mesmo tempo (Figura 2). Os principais aspectos do ambiente associados ao intemperismo de materiais podem ser reproduzidos na câmara, tais como: umidade e temperatura do ambiente, névoa salina e chuva intensa. A câmara conta com um psicrômetro para controlar a umidade.



**Figura 1.** Foto da câmara atmosférica para intemperismo acelerado.

**Quadro 1.** Esquema de distribuição de amostras no interior da câmara atmosférica (vista de topo)

3	6	9	12	15
2	5	8	11	14
1	4	7	10	13

Inicialmente, para o desenvolvimento da metodologia de ensaio, utilizou-se uma pelota padrão da Vale (AF1) destinada a uso em alto-forno, produzida em escala industrial, e cuja composição química típica é mostrada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química típica da pelota AF01 (%)

Amostra	Fe	FeO	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	P	Mn	TiO <sub>2</sub>
AF1	65,00	0,69	2,56	2,70	0,54	0,04	0,025	0,06	0,07

O desenvolvimento da metodologia de ensaio se baseou nas seguintes etapas:

### 2.1 Etapa 1 – Definição do Ciclo de Envelhecimento

Nesta etapa, buscou-se identificar o ciclo que melhor representasse a perda de qualidade física típica para este produto ( $\Delta RC \sim 40$  a  $60$  daN/p), sendo RC a resistência à compressão da pelota. Assim, após os testes com diferentes ciclos, ficou estabelecida uma duração de ensaio de 10 dias. Entende-se como ciclo, a sequência de eventos, umidade, temperatura e tempo, a que as amostras são submetidas.

$$\Delta RC_{10 \text{ dias}} = RC_i - RC_f \quad (\text{Eq.1})$$

- RC<sub>i</sub> = Resistência à compressão após t = 0 dias;
- RC<sub>f</sub> = Resistência à compressão após t = 10 dias.

Neste trabalho serão apresentados os resultados de apenas 03 dos ciclos avaliados e cujas condições são mostradas nas Tabelas 2 a 4.

**Tabela 1.** Ciclo diário de envelhecimento 1

Eventos	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Descrição
Ambiente Marítimo	35	4,0	Névoa Salina
Clima Normal	27	3,0	Ambiente médio do laboratório
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Quente	50	2,5	Secagem com ar quente
Clima Úmido-Quente	40	14,0	Umidade saturada

**Tabela 3.** Ciclo diário de envelhecimento 2

Eventos	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Descrição
Ambiente Marítimo	35	2,0	Névoa Salina
Chuva Intensa	27	4,0	Dispersão de água
Clima Quente	55	1,5	Secagem com ar quente
Chuva Intensa	27	3,0	Dispersão de água
Clima Quente	55	2,0	Secagem com ar quente
Clima Úmido-Quente	50	2,0	Umidade saturada
Ambiente Marítimo	35	3,0	Névoa Salina
Clima Normal	27	6,5	Ambiente médio do laboratório

**Tabela 4.** Ciclo diário de envelhecimento 3

Eventos	Temperatura (°C)	Tempo (h)	Descrição
Ambiente Marítimo	35	4,0	Névoa Salina
Clima Úmido-Quente	50	1,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Quente	55	2,5	Secagem com ar quente
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Úmido-Quente	50	2,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Úmido-Quente	50	2,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Úmido-Quente	50	2,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Úmido-Quente	50	2,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	0,5	Dispersão de água
Clima Úmido-Quente	50	0,5	Umidade saturada
Chuva Intensa	27	2,5	Dispersão de água

## 2.2 Etapa 2 – Otimização da Curva de Envelhecimento

A partir do ciclo identificado na etapa anterior foram feitas otimizações no teste para melhor ajustar os resultados das curvas de envelhecimento das pelotas considerando-se o teste tradicional ao ar livre (referência) e o teste em câmara atmosférica. Entende-se como curva de envelhecimento a variação da resistência à compressão da pelota ao longo do tempo. Estas melhorias incluíram modificações em procedimentos e equipamentos, tomando-se como referência a média de vários testes com a pelota segundo o método padrão ao ar livre.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Etapa 1 – Definição do Ciclo de Envelhecimento

A Figura 2 mostra os valores de  $\Delta RC_{10 \text{ dias}}$  para os ciclos testados.

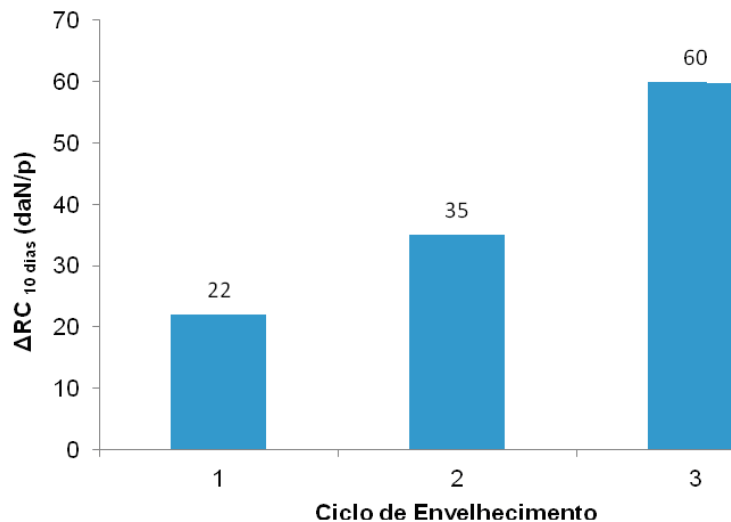


Figura 2.  $\Delta RC_{10 \text{ dias}}$  para cada um dos ciclos de envelhecimento testados.

Nota-se pela Figura 3 que, de acordo com o critério adotado, o ciclo de envelhecimento 3 foi o que apresentou maior coerência com a perda de RC observada na prática industrial, da ordem de 40 a 60 daN/p.

#### 3.2 Etapa 2 – Otimização da Curva de Envelhecimento

Apesar da coerência na intensidade do efeito sobre a qualidade física da pelota teste, o perfil da curva de envelhecimento da pelota mostrou-se muito irregular, com oscilações não esperadas para uma metodologia confiável e sob controle (Figura 3). As curvas apresentadas na figura representam médias de 05 resultados.

As hipóteses levantadas para justificar este comportamento foram: (i) a pré-existência de envelhecimento nas pelotas usadas para os testes, e (ii) a existência de heterogeneidade de condições internas na câmara.

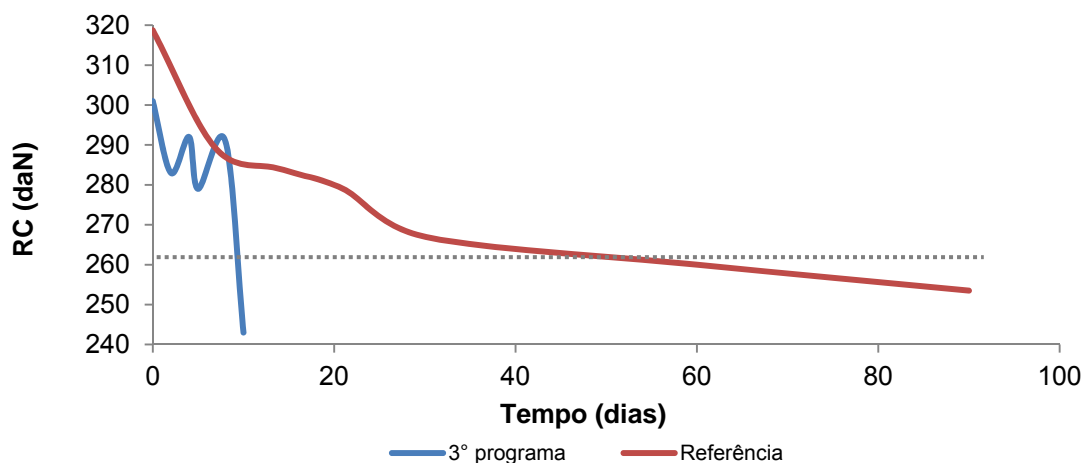
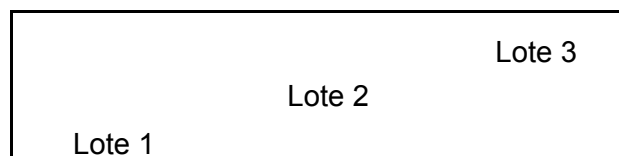


Figura 3. Evolução da RC da pelota AF1 segundo o ciclo de envelhecimento 3.

Em função disto, algumas ações foram adotadas visando ajustar o perfil da curva de envelhecimento pelo método proposto:

1. Utilização de amostra de pelotas recém produzidas em escala piloto;
2. Uso de telas para servir como suporte as pelotas, em substituição às bandejas metálicas, evitando-se o acúmulo de água no porta-amostra;
3. Reposicionamento do furo de escape de água para evitar acúmulo na câmara atmosférica;
4. Padronização da posição de abertura das torneiras de lavagem a fim de manter constante a vazão de água durante a lavagem, evitando-se a influência do fator humano no ajuste da vazão.

Após a adoção destas ações um novo programa de testes foi realizado para avaliar a homogeneidade das condições de ensaio no interior da câmara, tendo por indicador a média da resistência à compressão de lotes de pelotas posicionados em pontos diferentes no interior da câmara (Figura 4).



**Figura 4.** Distribuição esquemática das amostras no interior da câmara (vista de topo).

A homogeneidade das condições da câmara foi avaliada de duas maneiras:

1- Por meio da precisão específica do ensaio de compressão da norma ISO4700<sup>(6)</sup> dada por:

$$n = (2 \cdot \sigma / \beta)^2 \quad (\text{Eq.2})$$

Sendo,

- n - número de peças ensaiadas;
- $\sigma$  - desvio padrão, em Newtons, de uma série de amostra; e
- $\beta$  - precisão, em Newtons, para um nível de confiança de 95%.

Assim, considerando  $n = 100$  (padrão CTF) e  $\sigma$  médio = 100 daN/p, tem-se, a partir da (Equação 2), que a precisão do ensaio seria de 20 daN/p.

Na Tabela 5 observa-se que os resultados de resistência à compressão entre lotes de pelotas estão dentro da faixa de precisão do método, ou seja, demonstrando uma homogeneidade das condições de ensaio na câmara atmosférica.

**Tabela 5.** Valores do intervalo de confiança para cada lote amostrado com 10 dias de ensaio

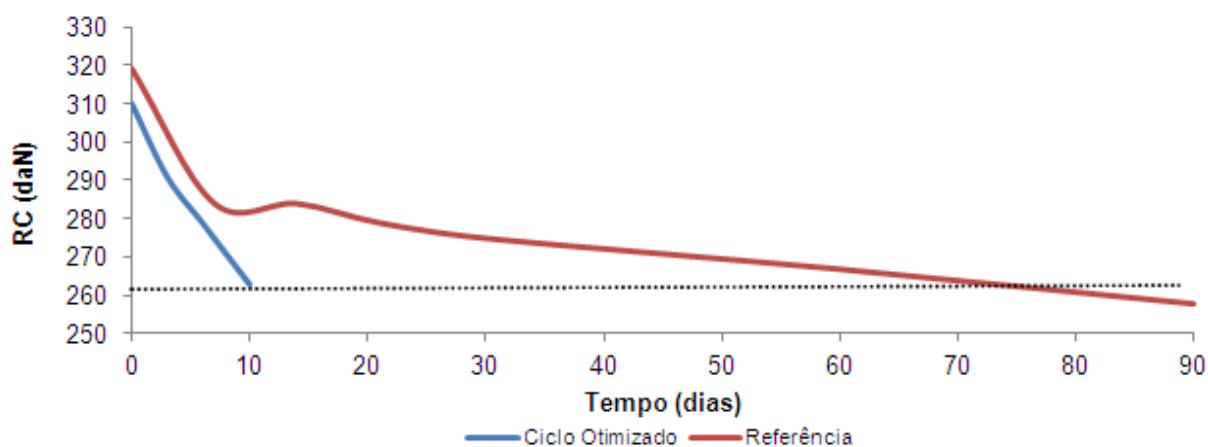
AF1	Média CCS	Desvio	IC ( $\alpha=5\%$ )
Lote 1	263	76	$\pm 14,9$
Lote 2	274	91	$\pm 17,8$
Lote 3	272	74	$\pm 14,5$

2- Por meio de aplicação de um teste de hipóteses Z no software Excel da Microsoft<sup>®</sup>, cujos resultados são apresentados na Tabela 6.

**Tabela 6.** Teste de hipótese Z de diferenças verificadas nas médias de RC para a pelota AF1

	Lote 1	Lote 2		Lote 1	Lote 3		Lote 2	Lote 3
Média	262,96	274,0	Média	262,96	272,1	Média	273,98	272,1
Variância conhecida	5776	8281	Variância conhecida	5776	5476	Variância conhecida	8281	5476
Observações	100	100	Observações	100	100	Observações	100	100
Diferença de média	0		Diferença de média	0		Diferença de média	0	
Z	-0,9295		Z	-0,8635		z	0,1586	
P(Z<=z) uni-caudal	0,1763		P(Z<=z) uni-caudal	0,1939		P(Z<=z) uni-caudal	0,437	
z crítico uni-caudal	1,6449		z crítico uni-caudal	1,6449		z crítico uni-caudal	1,6449	
P(Z<=z) bi-caudal	0,3526		P(Z<=z) bi-caudal	0,3878		P(Z<=z) bi-caudal	0,8740	
z crítico bi-caudal	1,9600		z crítico bi-caudal	1,9600		z crítico bi-caudal	1,9600	

Observa-se na Tabela 6 que o valor de “Z” do teste foi menor que o valor de Z crítico bi-caudal, significando que não se pode rejeitar a hipótese nula de que as médias são iguais ou que a posição no interior da câmara não influenciou nos resultados. Após os ajustes e já com a configuração do ciclo final, a pelota AF1 foi novamente testada e os resultados com relação à evolução da resistência da pelota em função do tempo foram pertinentes com o esperado (Figura 5).



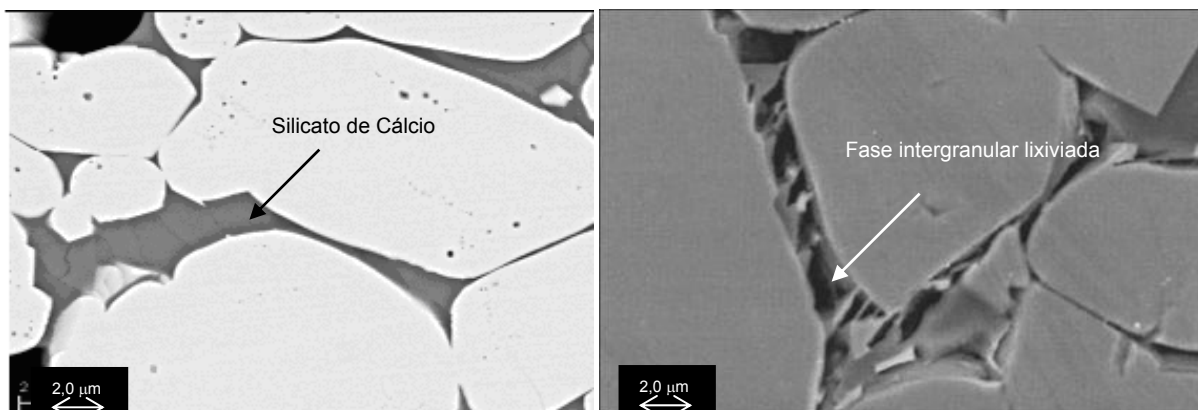
**Figura 5.** Evolução da RC da pelota AF1 após ajustes na câmara atmosférica (média de 5 ensaios).

Entretanto, a obtenção de intensidades semelhantes de intemperismo entre o ensaio acelerado e o convencional (ao ar livre) não necessariamente garante que os mecanismos de ação envolvidos são os mesmos em ambos os casos. Assim, um estudo das microestruturas das pelotas antes e após os ensaios foi realizado utilizando-se diversas técnicas de análise.

Os resultados desta avaliação permitiram confirmar que os mecanismos envolvidos no envelhecimento das pelotas foram os mesmos nos dois ensaios de simulação de intemperismo considerados no estudo (acelerado e ao ar livre).

Em ambos os casos o fenômeno de intemperismo ocorreu pela hidratação e lixiviação parcial da fase silicato de cálcio que cimenta as partículas de hematita. De acordo com a composição do silicato de cálcio este processo pode ser mais ou menos intenso, aumentando a porosidade da fase intergranular de ligação e resultando na perda de resistência física da pelota.

A Figura 6 apresenta imagens no Microscópio Eletrônico de Varredura – MEV da microestrutura das pelotas antes e após o ensaio de envelhecimento. À esquerda, detalhe da pelota não envelhecida e à direita detalhe do processo num grau extremo de lixiviação.



**Figura 6.** À esquerda, detalhe da microestrutura da pelota não envelhecida e à direita detalhe em um grau extremo de lixiviação.

#### 4 CONCLUSÕES

Um ensaio para simulação do fenômeno de intemperismo em pelotas foi desenvolvido objetivando melhor representar o que ocorre na prática industrial durante a estocagem e transporte destes materiais. Os seguintes resultados foram obtidos neste trabalho:

- A câmara atmosférica mostrou-se uma ferramenta eficaz na aceleração do fenômeno de intemperismo das pelotas, permitindo reduzir o tempo de ensaio de 90 dias para apenas 10 dias.
- A metodologia desenvolvida permitiu a obtenção de intensidades de envelhecimento compatíveis com a prática industrial.
- Os mecanismos envolvidos no fenômeno de envelhecimento da pelota mostraram-se semelhantes nos dois métodos de simulação avaliados, pela câmara atmosférica e pela exposição ao ar livre.
- Teste de hipótese Z com as amostras testadas em câmara atmosférica confirmam a boa repetibilidade dos resultados.

Assim, a metodologia desenvolvida está apta para determinar a susceptibilidade das pelotas ao intemperismo de maneira confiável e com repetibilidade.

A quantificação desse parâmetro permitirá a Vale desenvolver produtos mais resistentes ao efeito do intemperismo e de mais alto desempenho.

#### REFERÊNCIAS

- 1 STREET, S. - An Investigation of Unstable Blast Furnace Operations Caused by Stockpiled Iron Ore Pellets. *A Publication of the Association for Iron & Steel Technology*. March, 2012.
- 2 PAQUET, G.; GOURDE, S. - Physical tests: their meaning and relevance to iron pellets. *Technical Article COREM*, 2005.
- 3 INTERNATIONAL STANDARD. **ISO4700**: iron ore pellets: determination of crushing strength. Switzerland, 1996.