

AVALIAÇÃO DA FORMAÇÃO E MORFOLOGIA DO FERRO FIBROSO EM ATMOSFERA COM 100% DE CO¹

Heidy de Oliveira Simões²
Ana Maria Guilherme Bailon³
Bruno Cezar Evaristo Pereira⁴
Vicente Campanharo⁵
Thiago Marchezi Doellinger⁶

Resumo

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a formação e morfologia do ferro fibroso em pelotas de minério de ferro sob uma atmosfera redutora com 100% de CO. Avaliou-se também a influência do tipo de compartimento utilizado na acomodação das pelotas durante os ensaios de inchamento. Para realização dos testes, foram utilizadas pelotas com basicidade binária de 0,8 e medidos o grau de inchamento e redução de cada pelota. As amostras com inchamento mínimo, médio e máximo foram submetidas a análises de microscopia óptica e eletrônica de varredura. Os resultados deste trabalho permitiram identificar diferenças na intensidade e morfologia do ferro formado em função do grau de inchamento e do tipo de compartimento utilizado.

Palavras-chave: Inchamento; Pelotas; Ferro fibroso.

EVALUATION OF THE FORMATION AND MORPHOLOGY OF THE FIBROUS STRUCTURE UNDER A REDUCING ATMOSPHERE WITH 100% CO

Abstract

This study aimed to evaluate the formation and the morphology of the fibrous iron - whiskers - in iron ore pellets under a reducing atmosphere with 100% CO. It was also evaluated the influence of the compartment used to perform the swelling test, for pellets with 0.8 of binary basicity. Samples with different swelling index were examined by Optical Microscopy and Scanning Electronic Microscopy, which allowed identify the relationship between the swelling index and the stage of formation of the whiskers.

Key words: Swelling; Pellets; Iron structure.

¹ Contribuição técnica ao 41º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 12º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 12 a 26 de setembro de 2011, Vila Velha, ES.

² Graduando em Eng^a de Metalurgia, Técnico de processo da Ger. de Eng^a de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

³ Graduando em Eng^a de Metalurgia, Laboratorista da Ger. de Eng^a de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁴ Engenheiro Metalúrgico, Analista Técnico de Produto da Ger. de Assistência Técnica, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁵ Engenheiro Metalúrgico, Especialista Técnico de Produto da Ger. de Assistência Técnica, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁶ Engenheiro Metalúrgico, Chefe de Equipe dos Laboratórios de Desenvolvimento e Processo da Ger. de Eng^a de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

1 INTRODUÇÃO

Quando submetidas a elevadas temperaturas durante a redução, as pelotas sofrem uma mudança de volume, conhecido como inchamento, gerando uma estrutura frágil que dentro do reator causa grandes variações como perdas térmicas e distúrbios na descida da carga, dentre outros efeitos. O inchamento de pelotas é o resultado da transição de fase de hematita para magnetita, e da redução da wustita a ferro. Segundo Nicolle e Rist⁽¹⁾ é bastante conhecida a relação entre o inchamento excessivo das pelotas de minério de ferro com o crescimento de ferro fibroso (*whisker*) na wustita.

Kobayashi et al.,⁽²⁾ verificaram que quando se modifica a condição de redução de acordo com o gás redutor, observam-se alterações na superfície e na formação de ferro fibroso. Em seu trabalho, quando foi utilizada uma composição gasosa de 100% de H₂ toda a superfície do corpo de prova apresentava um brilho metálico, sem a ocorrência do ferro fibroso. Ao passo que, ao utilizar uma relação de CO/CO₂ = 7/3, observou-se a formação intensa de ferro fibroso metálico.

Ponthenkandath⁽³⁾ observou que depois de um minuto de redução de pelotas em atmosfera com 100% de CO, apareceram trincas e manchas brilhantes na superfície da wustita, que são os primeiros núcleos de ferro metálico. Seguiu-se então o aparecimento de *ferro fibroso* com várias formas e tamanhos. Em seu trabalho, detalhou que tais *whiskers* emergiam a partir de alguns núcleos da superfície de wustita, como se expulsos em alta velocidade e que depois de certo tempo de redução, uma camada uniforme de ferro metálico cobriu a superfície, não havendo mais crescimento de *whisker*.

O presente trabalho objetivou avaliar a formação e morfologia do ferro fibroso em pelotas de minério de ferro sob uma atmosfera redutora com 100% de CO a 1.050°C. Durante os testes verificou-se heterogeneidade da redução das pelotas, que foi correlacionada com o tipo de recipiente no qual a pelota foi acondicionada durante os ensaios.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para realização deste experimento foram preparadas pelotas em laboratório piloto com basicidade binária 0,8 e separadas quatro alíquotas representativas contendo 10 pelotas cada.

As alíquotas foram submetidas a um ensaio em atmosfera redutora com composição gasosa de 100% de monóxido de carbono, em um forno horizontal a uma temperatura de 1.050°C. Foram utilizados dois tipos de compartimento (Figura 1) para acomodar as pelotas a durante o ensaio (Tabela 1).

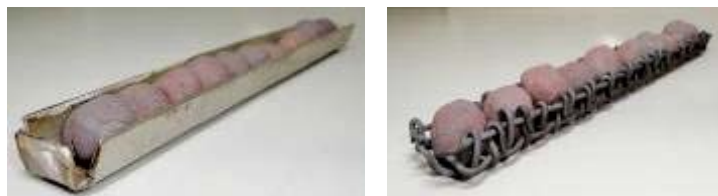


Figura 1. a) Compartimento 1; e b) Compartimento 2.

Tabela 1. Ensaios realizados

	Tempo	Compartimento
Teste 1	30 minutos	1
Teste 2	30 minutos	2
Teste 3	90 minutos	1
Teste 4	90 minutos	2

Após o ensaio foi calculado o grau de redução das pelotas através da medição de peso antes e após o ensaio. A variação de volume das pelotas foi observada através medição do diâmetro de cada pelota via paquímetro. Coletou-se o valor do diâmetro de cada pelota em 10 diferentes posições, antes e após o teste.

Para utilização nos ensaios micrográficos, foram escolhidas pelotas com o menor e maior grau de inchamento de cada teste, além das pelotas com inchamento médio. Cada pelota escolhida foi serrada ao meio e uma das metades foi embutida e analisada em microscópio óptico Zeiss, modelo Imager.M2m, com o auxílio do software de análise de imagens AxioVision 4.8. A outra metade foi levada para análise em microscópio eletrônico de varredura Jeol modelo JSM-6360.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após as primeiras avaliações microestruturais, identificou-se que havia uma heterogeneidade na redução das pelotas quando o compartimento 1 foi utilizado. Esta diferença foi evidenciada pela alteração de coloração encontrada nas pelotas (Figura 2). O interior da região externa mais clara da pelota, que estava na parte inferior do compartimento, apresentou wustita, o que confirmou a menor redução desta área. A principal causa identificada deve-se ao compartimento utilizado, que desfavorecia a passagem do gás na sua parte de baixo. Desta forma, optou-se por fazer os mesmos ensaios em um recipiente onde houvesse maior exposição ao gás redutor (compartimento 2).



Figura 2. Heterogeneidade da redução.

Na Figura 3 são mostradas macrografias das pelotas embutidas. É possível observar o DRI do compartimento 1 apresenta um lado de coloração escura e outro mais claro, ou seja, uma região mais reduzida que a outra. Já nas amostras do recipiente 2, que permite um maior contato entre o minério e o gás, o DRI apresenta uma coloração mais homogênea. As regiões de coloração negra são poros formados durante a preparação devido à fragilidade da wustita. O material destas áreas se desprende durante o lixamento e polimento da amostra. A redução das pelotas alocadas no compartimento 2 representa melhor o que ocorre no processo industrial,

pois a fase menos reduzida de suas pelotas tendia ao centro da amostra, que é mais coerente com o modelo de redução topoquímica descrito por Netto e D'Abreu.⁽⁴⁾

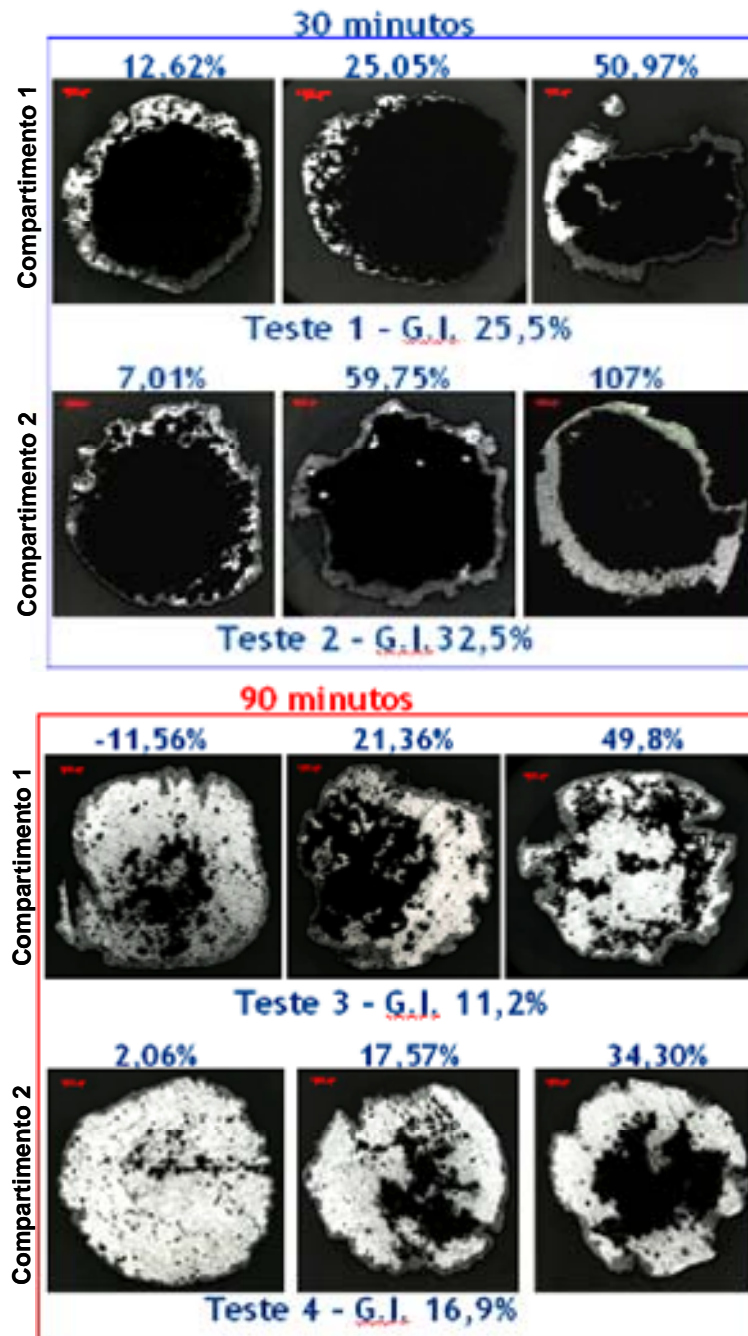


Figura 3. Macrografia das amostras embutidas.

A avaliação dos resultados mostrou que as pelotas submetidas ao ensaio no compartimento 2 apresentam maior Grau de Inchamento e maior Grau de Redução, tanto com 30 minutos quanto com 90 minutos, novamente confirmando a influência do compartimento no resultado final. A Tabela 2 apresenta os resultados encontrados.

Tabela 2. Resultados metalúrgicos

	Tempo (minutos)	Compartimento	Grau de Inchamento (%)	Grau de Redução (%)
Teste 1	30	1	25,5	51,8
Teste 2	30	2	32,5	66,9
Teste 3	90	1	11,2	85,0
Teste 4	90	2	16,9	95,2

3.1 Análise em Microscópio Óptico

Optou-se por fazer as análises das amostras com 30 e 90 minutos separadamente, devido à grande diferença no grau de redução.

3.1.1 Menores inchamentos com 30 minutos de redução

No compartimento 1 a pelota divide-se em duas regiões, sendo uma com ferro bastante reduzido (coloração branca) e quase sem wustita (coloração cinza) e na outra metade da pelota há predominantemente a wustita. O ferro formado apresenta morfologias distintas, uma porosa e uma mais densa. O ferro poroso é formado na extremidade da pelota, enquanto o denso se dirige a região central da pelota, de encontro a wustita. No compartimento 2 há wustita e ferro metálico, com uma pequena área apresentando wustita praticamente pura. As micrografias em microscopia óptica são mostradas na Figura 4.

Compartimento 1 GI 12,62%



Compartimento 2 GI 7,01%



Figura 4. Menores inchamentos com 30 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.1.2 Médios inchamentos com 30 minutos de redução

A pelota do compartimento 1 também apresenta distintos lados, um com ferro reduzido e pouca wustita e o outro com wustita pura. Destaca-se que, na área de ferro reduzido desta amostra, a área porosa é maior quando comparado as pelotas com menor inchamento. A pelota do compartimento 2 apresenta-se mais homogênea, com grande quantidade de wustita em toda sua superfície e apenas alguns pontos com ferro totalmente reduzido. Essas pelotas com grau de

inchamento médio também se distinguem das de inchamento menor por apresentarem maior quantidade de wustita (logo, estão menos reduzidas). As suas respectivas micrografias são mostradas na Figura 5.

Compartimento 1 - 25,05%



Compartimento 2 - 59,75%

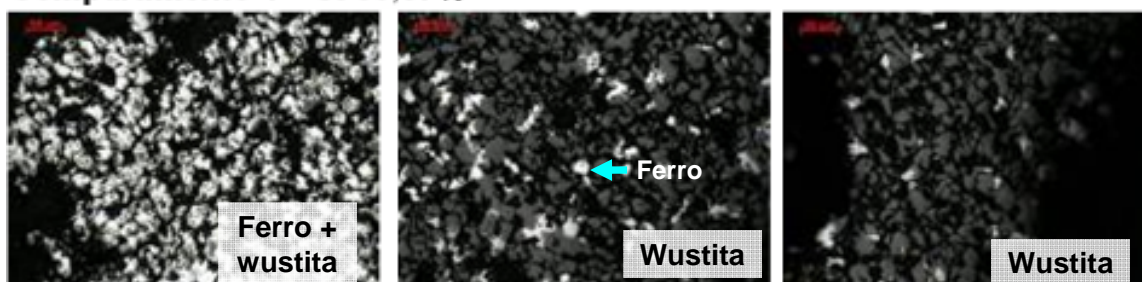


Figura 5. Médios inchamentos com 30 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.1.3 Maiores inchamentos com 30 minutos de redução

Na amostra do compartimento 1 a diferença da redução entre os lados da pelota é ainda maior. Uma região apresenta ferro reduzido enquanto a outra extremidade apresenta wustita e poucos grãos começando a reduzir a ferro puro. A homogeneidade da pelota do teste no compartimento 2 é confirmada também para os maiores níveis de inchamento. Toda superfície da pelota contém wustita. As micrografias são mostradas na Figura 6.

Compartimento 1 - GI 50,97%



Compartimento 2 - GI 107%

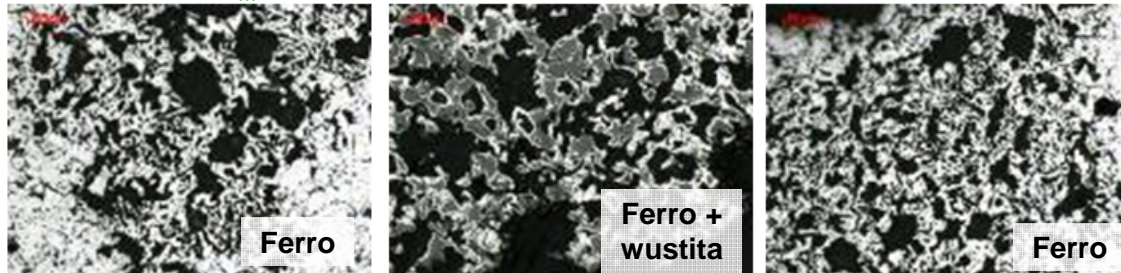


Figura 6. Maiores inchamentos com 30 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.1.4 Menores inchamentos com 90 minutos de redução

Mesmo com maior grau de redução, a amostra do compartimento 1 também apresentou diferenças na redução entre um lado e outro da pelota, sendo um mais reduzido e com grande quantidade de ferro poroso e ferro denso. Em contrapartida, o outro lado da pelota apresenta grãos de wustita contornados por ferro metálico, indicando início da redução da wustita. Ressalta-se que esta pelota apresentou redução de volume. A amostra do compartimento 2 está praticamente toda reduzida e quase não apresenta wustita. As micrografias são mostradas na Figura 7.

Compartimento 1 – GI -11,56%



Compartimento 2 - GI 2,06%



Figura 7. Menores inchamentos com 90 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.1.5 Médios inchamentos com 90 minutos de redução

As pelotas com grau médio de inchamento apresentaram-se menos reduzidas quando comparadas a índices menores de inchamento, confirmando a tendência já observada nos ensaios com 30 minutos de que, para o mesmo teste, quanto maior o grau de inchamento da pelota, maior a quantidade de wustita presente nesta amostra. Também neste ensaio, as pelotas do compartimento 1 apresentaram diferentes níveis de redução em cada um de seus lados (Figura 8).

Compartimento 1 - GI 21,36%



Compartimento 2 - GI 17,57%



Figura 8. Médios inchamentos com 90 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.1.6 Maiores inchamentos com 90 minutos de redução

A pelota do compartimento 1 (Figura 9) apresentou centro reduzido e superfície com ferro poroso. É possível que trincas tenham sido formadas no início da redução, permitindo que o gás chegasse ao interior da pelota, reduzindo-a. O ferro poroso desta pelota apresentou uma camada mais extensa que a observada nas amostras anteriormente analisadas. A pelota do compartimento 2, por sua vez, alternou a área de abrangência de ferro poroso. Algumas regiões apresentam grande área com esta morfologia, e outros pontos com apenas ferro denso, sem a presença do ferro poroso. Outro fator que chama a atenção é o fato de o centro da pelota apresentar wustita em grande quantidade, o que não ocorreu nas amostras com menor inchamento.

Compartimento 1 – GI 49,8%



Compartimento 2 - GI 34,30%



Figura 9. Maiores inchamentos com 90 minutos. MO - Magnificação: 100x.

3.2 Análise em MEV

3.2.1 Menores inchamentos com 30 minutos de redução

A pelota do compartimento 1 apresentou heterogeneidade da redução. O ferro precipitado apresentou fibras arredondadas em determinadas regiões da amostra. Esta estrutura arredondada pode ser um indicativo de início de sinterização destas regiões. Em outras áreas, porém, quase não havia ferro formado, apresentando somente wustita. No compartimento 2 o ferro apresentou-se em formato de cone e mais grosso. Nesses cones de ferro, haviam características que remetiam à estrutura cristalina do material. Isto reforça a teoria de que este precipitado era inicial, e não estava sinterizando como no compartimento 1 (Figura 10).

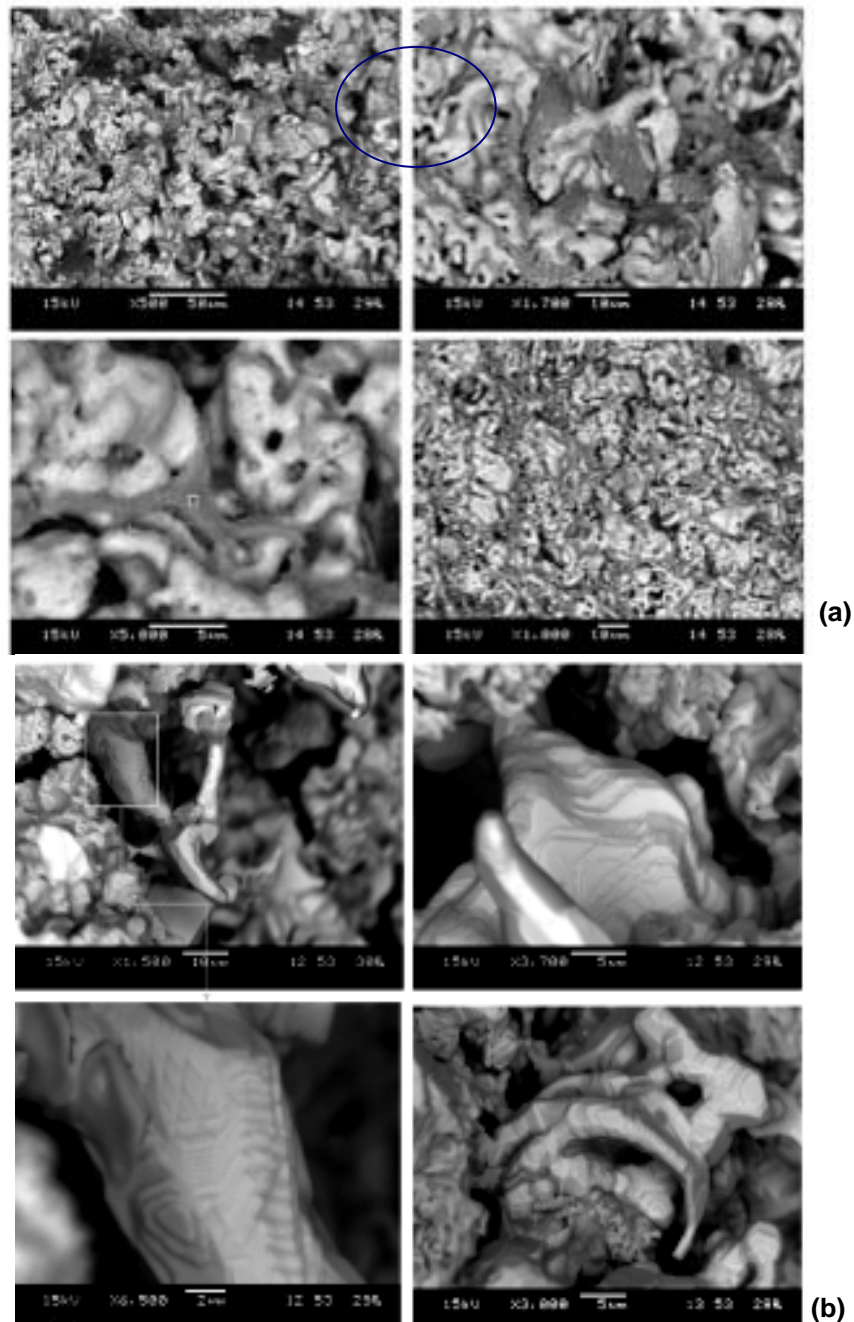


Figura 10. Menores inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; e b) Compartimento 2.

3.2.2 Médios inchamentos com 30 minutos de redução

Para os inchamentos médios, a morfologia do ferro distinguiu-se bastante de acordo com o compartimento. No compartimento 1 houve núcleos de wustita com pequenos cones de ferro precipitando. No compartimento 2 houve grande quantidade de fibras de ferro presentes por toda superfície da amostra, principalmente nas fissuras (Figura 11).

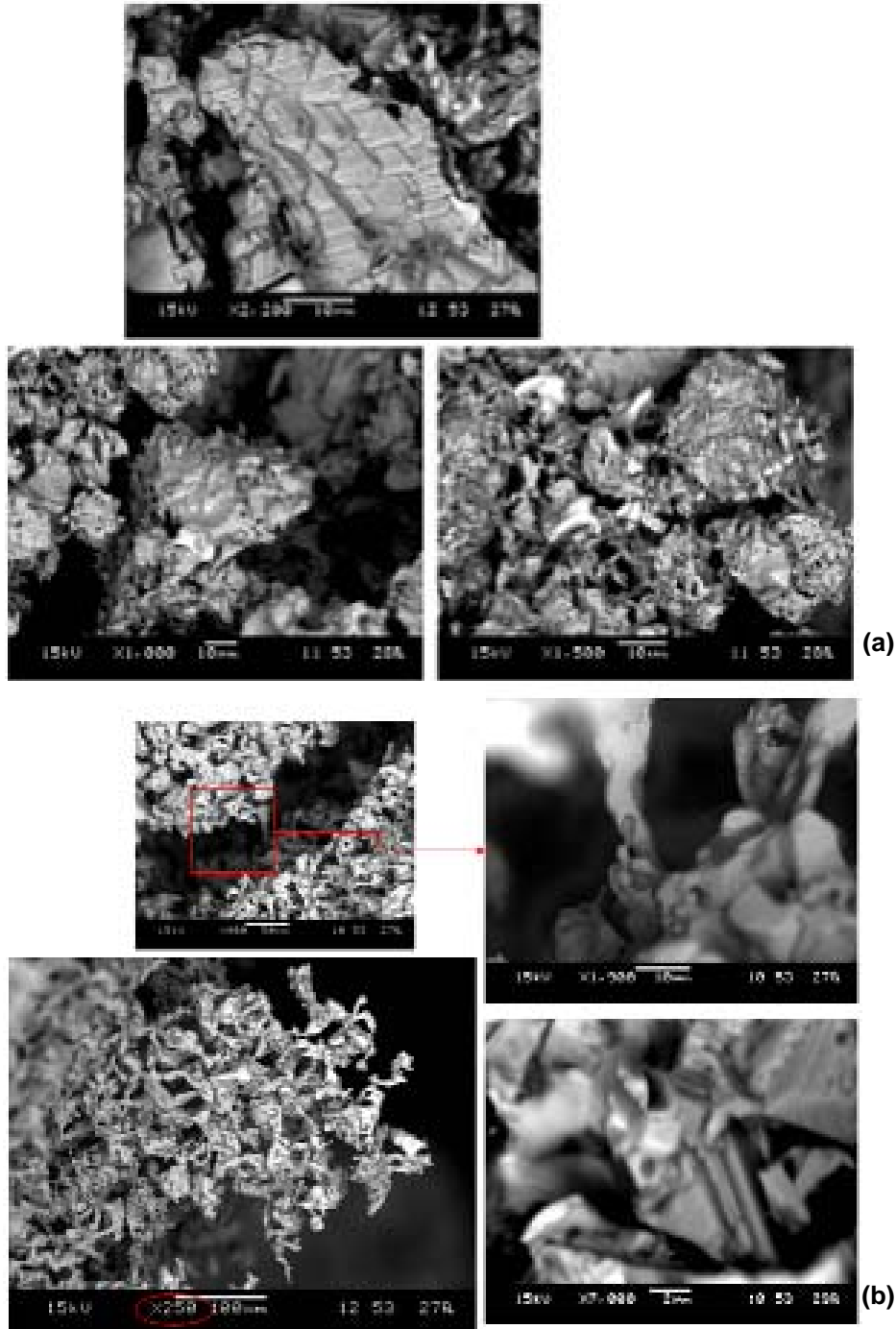


Figura 11. Médios inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; b) Compartimento 2.

3.2.3 Maiores inchamentos com 30 minutos de redução

As amostras com maiores graus de inchamento apresentaram fibras finas e em grande quantidade nos 2 tipos de compartimento. Considerando a escala da imagem esquerda inferior da figura 15(b), pode-se concluir que a fibra mostrada não possui

largura maior que 2 microns. O DRI do compartimento 1 aparenta início de sinterização (Figura 12).

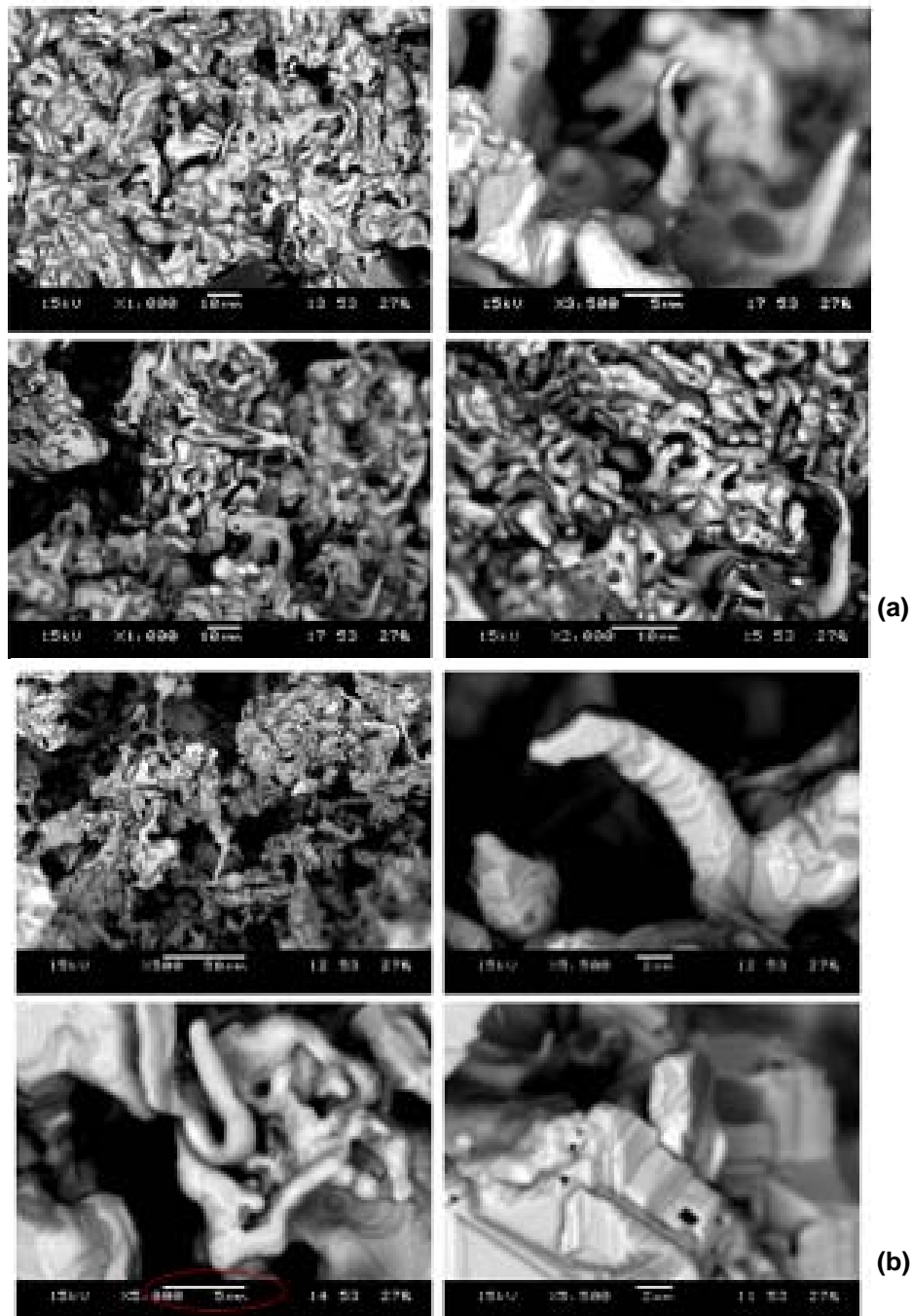


Figura 12. Maiores inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; b) Compartimento 2.

3.2.4 Menores inchamentos com 90 minutos de redução

Com 90 minutos de redução observou-se estrutura sinterizada na amostra com redução de volume (compartimento 1). No compartimento 2, porém, havia a mesma estrutura cônica observada nas amostras de menor inchamento reduzidas com 30 minutos. O que diferiu esses cones de ferro foi que após 90 minutos de redução não havia arestas, a estrutura apresentava-se arredondada e molhada com silicatos (Figura 13).

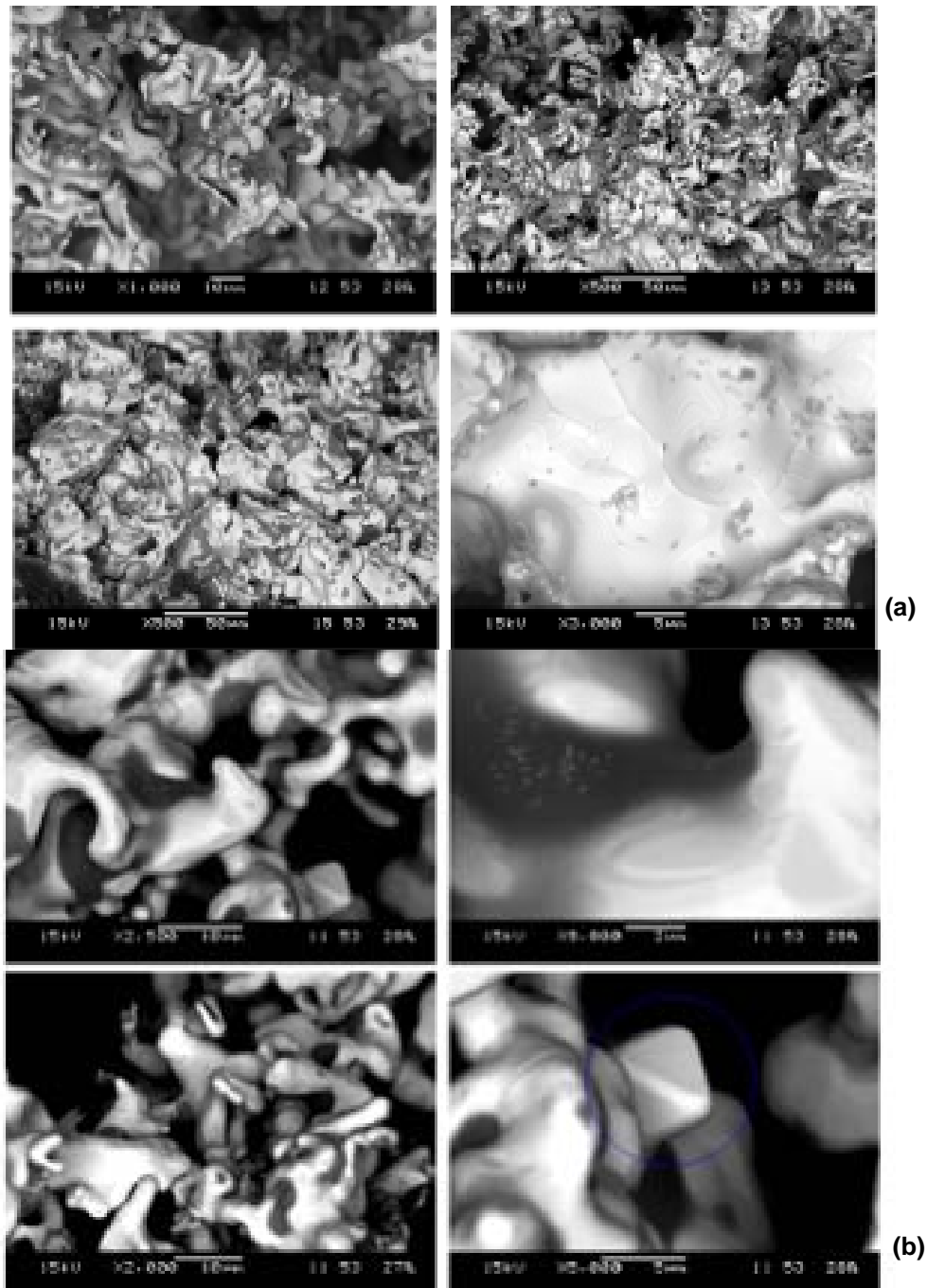


Figura 13. Menores inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; e b) Compartimento 2.

3.2.5 Médios inchamentos com 90 minutos de redução

Os médios inchamentos com 90 minutos apresentam grande quantidade de fibras, porém a estrutura sinterizada também foi observada em alguns pontos das amostras (Figura 14).

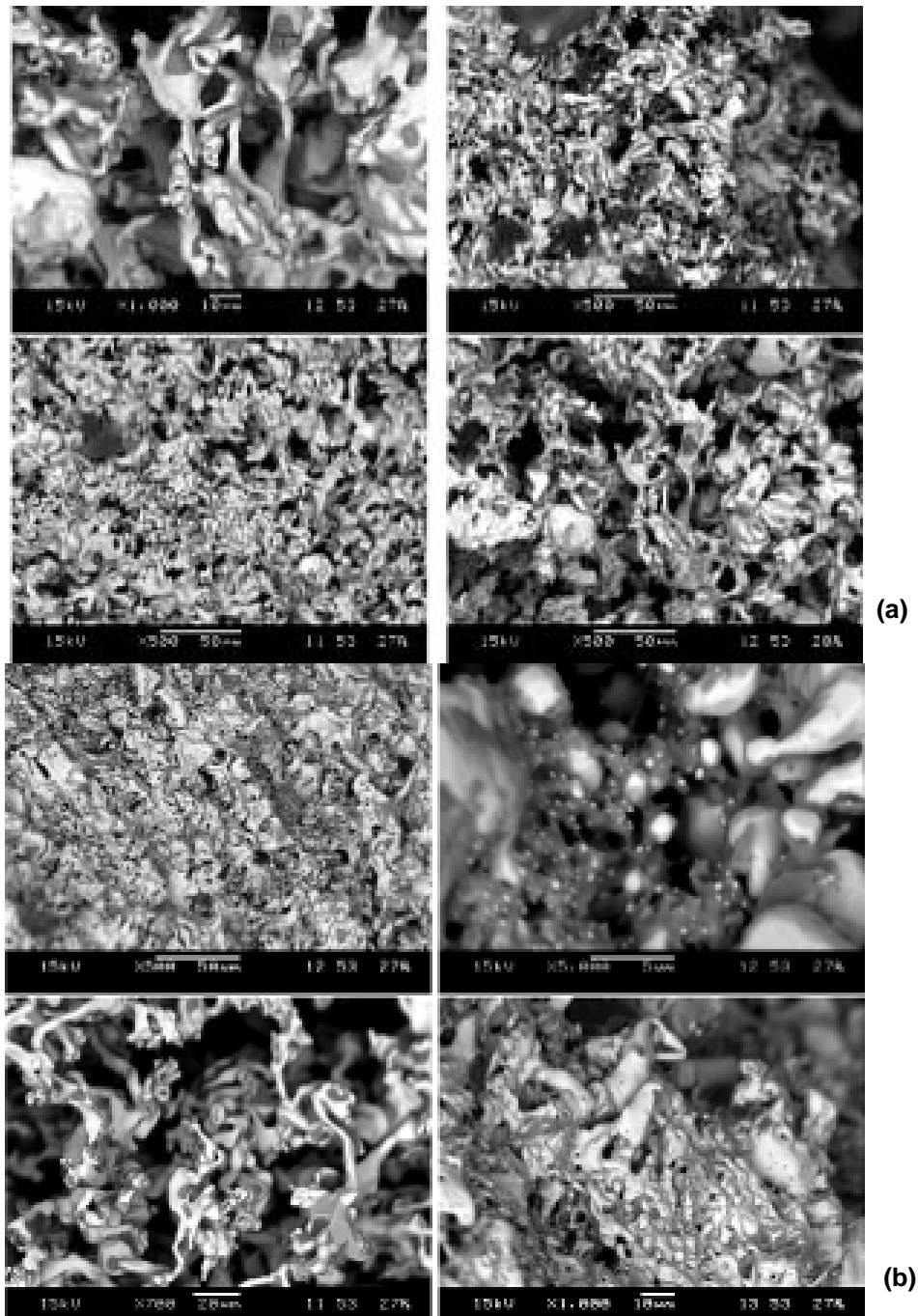


Figura 14. Médios inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; e b) Compartimento 2.

3.2.6 Maiores inchamentos com 90 minutos de redução

Para os maiores inchamentos, a ocorrência de fibras foi generalizada em toda superfície das pelotas. Tais fibras são mais finas e alongadas. Essas fibras do material se conectam umas às outras, formando uma estrutura bastante porosa. A Figura 15 mostra as referidas morfologias.

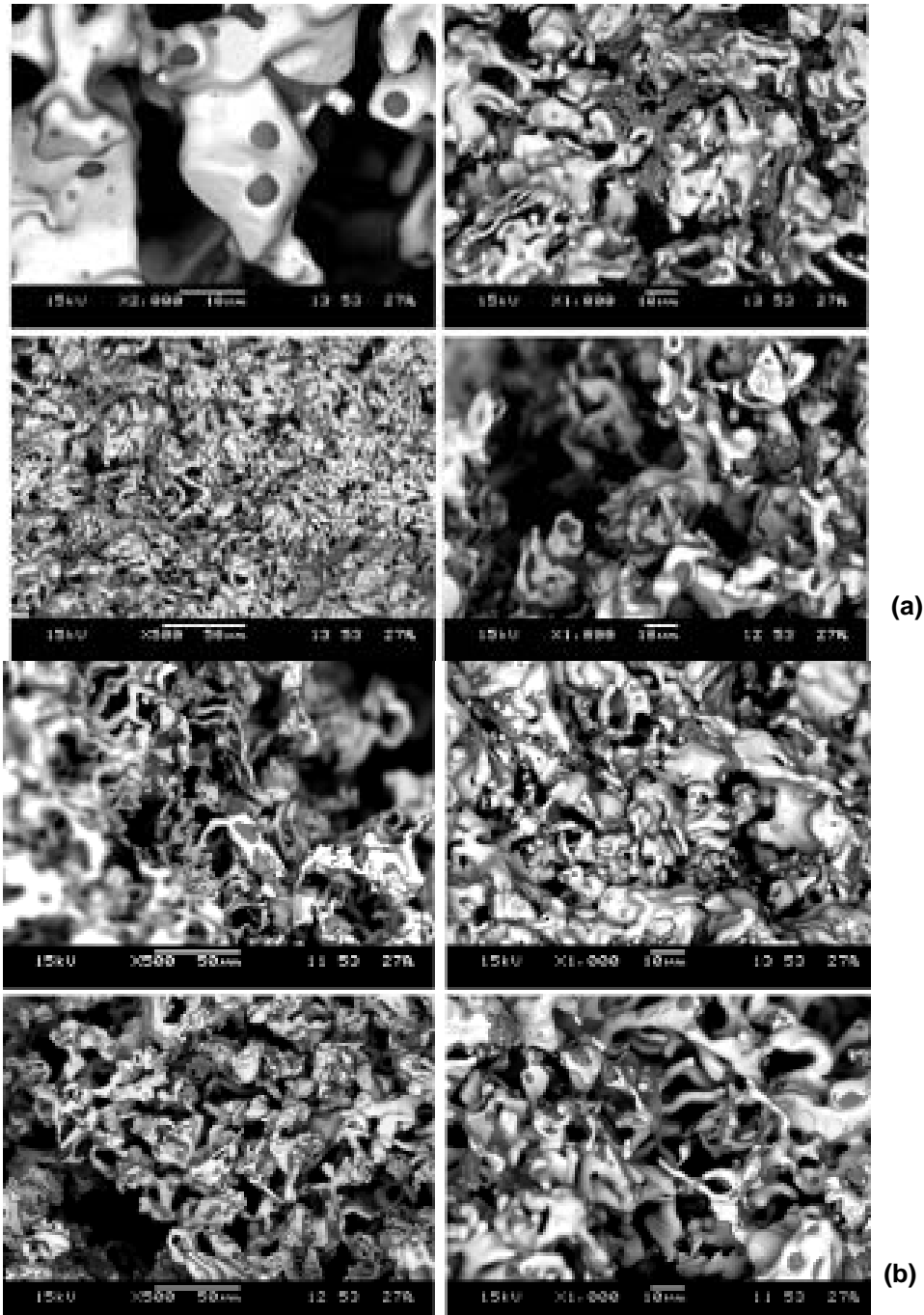


Figura 15. Maiores inchamentos com 90 minutos. a) Compartimento 1; e b) Compartimento 2.

3 CONCLUSÃO

Verificou-se intensa formação de ferro fibroso no ambiente redutor com 100% de CO. Quanto maior o inchamento da pelota mais elevada a quantidade de fibras observadas

O tipo de compartimento utilizado para acomodação das pelotas influenciou nos resultados de inchamento e redução. No recipiente que permitia maior contato entre o gás e a superfície das pelotas, a redução foi mais homogênea, acarretando em maior grau de redução e inchamento.

Foi observado que quanto maior o grau de inchamento, mais elevada a quantidade de wustita da amostra reduzida.

O maior tempo de exposição ao gás redutor fez com que as pelotas ensaiadas com 90 minutos apresentassem maior grau de redução e menor grau de inchamento. A morfologia do ferro precipitado diferiu-se no sentido de pelotas com menor inchamento apresentarem ferro no formato de cones, com base larga e topo pontiagudo, enquanto os maiores inchamentos apresentaram ferro na forma de fibras finas e alongadas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Samarco Mineração pelo suporte e incentivo.

REFERÊNCIAS

- 1 NICOLLE, R.; RIST, A. Metallurgical Trans., 10^B, p. 429, 1979
- 2 KOBAYASHI, M.; GUDENAU, H. W.; BURCHARD, W. G.; SCHAEFER, H. C. Fibrous Growth of Iron Precipitates during Reduction of Iron Ores by CO Gas. ISIJ, 1985.
- 3 PONTHEKANDATH, M. Mysteries of Reduction Swelling of Iron Ores. CVRD 6TH Seminar, 2007.
- 4 NETTO, P. G. Q.; D'ABREU, J. C. Cinética da redução de pelotas auto-redutoras de minério de ferro e carbono. Rio de Janeiro. Dissertação de mestrado – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 1991