

AVALIAÇÃO DA PRESSURIZAÇÃO DAS ETAPAS DE AQUECIMENTO E RESFRIAMENTO DOS TESTES METALÚRGICOS EM PELOTAS DE MINÉRIO DE FERRO¹

Evandro Marchesi²
Thiago Marchezi Doellinger³
Henrique Dias Gatti Turrer⁴
Mauricio Cota Fonseca⁵
Alaécio Meschiatti⁶
Arllen Cesario⁷
Sanderson Bernardes⁷

Resumo

No laboratório da Samarco Mineração utilizam-se vários gases, responsáveis por promover as reações durante os testes metalúrgicos. O consumo destes gases contribui significativamente para o custo total do laboratório. Dentre estes gases, destaca-se o nitrogênio, utilizado na maioria dos testes metalúrgicos para promover uma atmosfera inerte no interior da retorta durante as etapas de aquecimento e resfriamento. Visando reduzir esse consumo, foi proposta a realização de alguns testes metalúrgicos pressurizando-se essas etapas. Através de uma sequência de testes e embasamento estatístico, avaliou-se o impacto desta modificação nos testes de Redutibilidade (ISO 7215), Degradação a Baixas Temperaturas (ISO 13930) e Grau de Metalização (ISO 11257 ou *Linder Midrex Test*). Os testes mostraram que não há diferença estatística comparando-se os resultados obtidos segundo a norma ISO e os resultados obtidos com as etapas de aquecimento e resfriamento pressurizados. Além do menor consumo de nitrogênio, essa alteração pode também possibilitar a redução do tempo total dos testes, com conseqüente redução no consumo de outros gases. Por fim, a alteração proposta possibilitaria a verificação de vazamento antes da realização de cada teste, aumentando assim a segurança das atividades do laboratório metalúrgico. Em função dos resultados obtidos, será proposto ao Comitê da ISO um estudo mais detalhado dessas mudanças, com a possível realização de testes interlaboratoriais.

Palavras-chave: LTD; Redutibilidade; Metalização; Gases.

EVALUATION OF THE PRESSURIZATION ON THE HEATING AND COOLING STAGES OF METALLURGICAL TESTS IN IRON ORE PELLETS

Abstract

Various gases are used in Samarco's laboratory, which are responsible for promoting the reactions during the metallurgical tests. The consumption of these gases contributes significantly to the total cost of the lab. Among these gases, there is nitrogen, used in most metallurgical testing to promote an inert atmosphere within the retort during the heating and cooling stages. In order to reduce this consumption, it was suggested that we should perform some metallurgical tests by pressuring those steps. Through a sequence of tests and statistical basis, it was evaluated that the impact of this change in the following tests: Reducibility (ISO 7215), Low Temperature Degradation (ISO 13930) and Midrex Linder Test (ISO 11257). The tests showed no statistical difference when comparing the results obtained from those using the ISO method and those obtained by pressuring the heating and cooling steps. In addition to the nitrogen, this change also allowed for a reduction to the total time of the tests, with a consequent reduction of other gases. Finally, this modification would facilitate a detection of leaks before running a test, thereby increasing the safety of the Metallurgical Laboratory activities. Depending on the results obtained, it will be proposed that the ISO committee a more detailed study of these changes, with a possible interlaboratorial test.

Key words: Degradation; Reducibility; Metallization; Gases.

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 Técnico em Química, Laboratorista Químico da Gerência de Engenharia de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

³ Engenheiro Metalurgista, Chefe de Equipe da Gerência de Engenharia de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁴ Engenheiro de Minas, Engenheiro de Processo da Assistência Técnica, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁵ Engenheiro Metalurgista, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁶ Técnico em Metalurgia, Técnico de Processo da Gerência de Engenharia de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

⁷ Técnico em Metalurgia, Laboratorista Físico Metalúrgico da Gerência de Engenharia de Processo e Automação, Samarco Mineração, Unidade de Ponta Ubu, ES.

1 INTRODUÇÃO

Mesmo com a crise mundial, existe uma tendência de aumento da taxa de crescimento da produção de aço. Isso exige matérias-primas sob determinadas características, possibilitando às indústrias siderúrgicas, o alcance de suas metas técnicas e econômicas. Nesse sentido, o mercado de minério de ferro especifica qualidades químicas e físicas (granulométricas) dos finos, ou seja, sinter feeds e pellet feed. No caso de minérios granulados e pelotas, além dessas características, torna-se necessário um controle dos índices de resistência e da qualidade metalúrgica.

Dentre os testes metalúrgicos, destacam-se os testes de Redutibilidade (ISO 7215),⁽¹⁾ Degradação a Baixas Temperaturas (LTD, ISO 13930)⁽²⁾ e Grau de Metalização (ISO 11257 ou *Linder Midrex Test*, LMT).⁽³⁾ O teste de LTD e redutibilidade é direcionado ao mercado de pelotas para alto forno, enquanto o teste de LMT destina-se às pelotas de redução direta.

O teste de LTD traz uma tendência quanto à suscetibilidade à degradação da pelota durante o processo de redução. Esse teste, portanto, simula a região superior dos altos fornos, onde a atmosfera tem baixo potencial redutor e a temperatura é baixa. No alto forno, a primeira reação de redução começa por volta de 400°C, quando a hematita (Fe_2O_3) inicia sua transformação em magnetita (Fe_3O_4). Entretanto, a hematita e a magnetita possuem estruturas cristalinas diferentes. Isso acarreta no aumento do volume do material, com conseqüente enfraquecimento do mesmo e possível geração de finos pela degradação. Se a desintegração for acentuada, o reator terá a permeabilidade reduzida, comprometendo a produtividade. A amostra, nesse teste, é submetida a ações de tamberamento, choque térmico e redução em atmosferas de baixo potencial redutor.⁽²⁾

A redutibilidade traduz o grau de facilidade que o minério possui para perder (transferir) seu oxigênio para os gases redutores. Assim, um minério de alta redutibilidade pode ser reduzido a ferro mais rapidamente que o de baixa redutibilidade. No caso do alto forno, por exemplo, o minério deve atingir a chamada zona de reserva térmica (ZRT) já totalmente reduzida a wustita (FeO). Essa ocorrência dependerá da redutibilidade do material. Quanto maior a redutibilidade da pelota, maior a possibilidade de chegar a ZRT como FeO e ao início do amolecimento com o máximo possível de Fe (ou o mínimo de oxigênio).⁽⁴⁾ Esse ensaio consiste em determinar a perda de peso de uma amostra de pelota de minério de ferro, provocada pela remoção do oxigênio combinado com o ferro, por meio da ação de um gás redutor a alta temperatura.⁽¹⁾

O teste de LMT é utilizado para estimar a suscetibilidade das pelotas de minério de ferro na geração de finos durante o processo de redução. A geração de finos se dá pela rotação do forno (simulando o movimento do leito ao longo do reator) e a carburização do óxido de ferro durante a redução (que poderá contribuir com a geração de finos).⁽³⁾ A valorização por minérios mais metalizáveis que outros é justificada por se conseguir converter, industrialmente e em um menor intervalo de tempo, um determinado percentual de ferro na forma metalizada. Isso a partir de um certo percentual de ferro total oxidado, originalmente contido nas pelotas. Essa percepção impacta a definição de qual deve ser a composição da carga ferrífera a ser alimentada nos reatores de redução direta, levando-se em conta os potenciais ganhos de produtividade para um máximo nível de metalização.⁽⁵⁾

Atualmente, durante a execução de grande parte dos testes metalúrgicos em pelotas de minério de ferro, utiliza-se o gás nitrogênio tanto na etapa de

aquecimento quanto na etapa de resfriamento. Isso equivale a um consumo mensal relevante de nitrogênio, impactando significativamente no orçamento de laboratórios metalúrgicos. O presente trabalho se propôs a avaliar a pressurização das etapas de resfriamento e/ou aquecimento dos testes de Redutibilidade (ISO 7215),⁽¹⁾ Degradação a Baixas Temperaturas (ISO 13930)⁽²⁾ e Grau de Metalização (ISO 11257 ou *Linder Midrex Test*).⁽³⁾ Uma fundamentação estatística foi utilizada para avaliar a proposta. A alteração das respectivas normas proporcionaria também a redução no consumo de outros gases. Lembrando que, somente em 2010, foram realizados quase 3.000 testes metalúrgicos no laboratório da Samarco Mineração, dos quais, aproximadamente, 400 testes de redutibilidade, 500 de LTD e 350 de LMT.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Os testes metalúrgicos foram realizados em fornos para ensaios metalúrgicos horizontais (LMT e LTD) e verticais (testes de redutibilidade). Foram utilizadas amostras de pelotas queimadas das usinas, objetivando assim, uma maior realidade dos resultados. Para efeito de estudo, foram adotados quatro tipos de amostras distintas, em que suas características irão permitir uma avaliação do comportamento das mesmas quanto aos procedimentos propostos. A Tabela 1 mostra a basicidade das pelotas utilizadas nos testes.

Tabela 1. Composição química das amostras utilizadas nos testes

COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA AMOSTRA				
ELEMENTOS	AMOSTRA 1	AMOSTRA 2	AMOSTRA 3	AMOSTRA 4
Basicidade	1,02	0,77	0,48	0,67

Os testes metalúrgicos foram realizados de acordo com dois procedimentos: metodologia 1 (baseado em normas ISO) e metodologia 2 (metodologia ISO modificada). Os testes de LTD, LMT e redutibilidade foram realizados de acordo com normas ISO 13930,⁽²⁾ ISO 11257⁽³⁾ e ISO 7215,⁽¹⁾ respectivamente, resumindo os testes mencionados na metodologia 1. Os testes realizados segundo a metodologia 2 também tiveram como base as normas ISO, com a proposta de pressurização com N₂ das etapas de aquecimento e resfriamento. No caso do aquecimento, o N₂ era alimentado segundo a vazão descrita na norma, por um período de 5 minutos. Esse fluxo de nitrogênio era cessado pelo fechamento da válvula de saída dos gases (configurando a pressurização da retorta). Em seguida, procedia-se com a etapa de aquecimento. Após a realização do teste, as válvulas dos gases eram fechadas, com exceção do N₂, que permanecia aberta por 30 minutos. Por fim, a válvula de saída dos gases da retorta era mais uma vez fechada, pressurizando o sistema durante toda a etapa de resfriamento.⁽⁶⁾ As Figuras 1 e 2 mostram os fornos utilizados nos testes de redutibilidade e LMT/LTD, respectivamente.

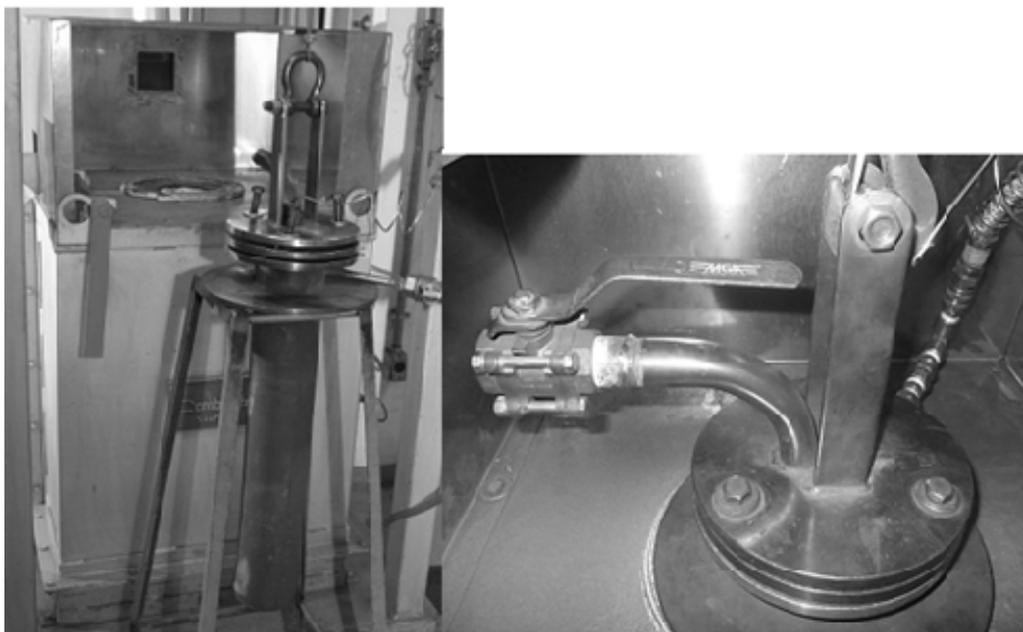


Figura 1. Forno para ensaio de redutibilidade e tampa com válvula para pressurização.



Figura 2. Forno para ensaio de LMT e LTD.

Os resultados, segundo cada metodologia, foram compilados em uma tabela para tratamento estatístico.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para comparar as duas metodologias descritas no capítulo anterior, foi realizada uma série de testes em pelotas com diferentes basicidades. Foram avaliados os resultados de grau de metalização e LMT +6,3 mm, em pelotas para redução direta, e de redutibilidade e LTD +6,3 mm, em pelotas para alto forno.

Inicialmente, os resultados dos testes foram avaliados quanto à normalidade, por meio do teste de Anderson-Darling (Figura 3). Todos os conjuntos de resultados apresentaram distribuição normal. Em outras palavras, foi possível rejeitar a hipótese nula ao nível de 5% de significância, conforme evidenciado pelo p-valor maior a 0,05. Essa verificação torna-se necessária, uma vez que as demais análises consideram que os conjuntos de dados avaliados devem seguir uma distribuição normal.

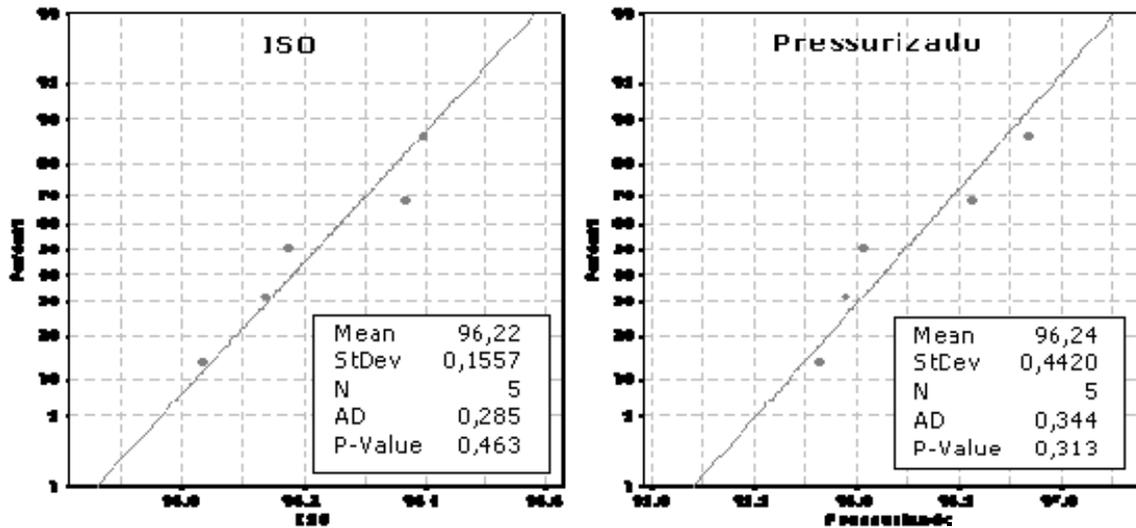


Figura 3. Teste de normalidade para os resultados do grau de metalização.

Em seguida, a diferença média entre os resultados foi avaliada para verificação da hipótese de igualdade entre os mesmos (Figura 4). Considera-se que existe diferença estatística entre os métodos quando o valor da hipótese nula, igual a zero, não está contido no intervalo de confiança das diferenças, Montgomery.⁽⁷⁾ Foi observado que, em todas as respostas avaliadas, o intervalo de confiança da diferença média continha o valor de igualdade entre os métodos. Os intervalos obtidos foram [-0,561; 0,529], [-1,387; 0,487], [-1,922; 2,942] e [-1,012; 2,232] para, respectivamente, grau de metalização, LMT +6,3 mm, redutibilidade e LTD +6,3 mm.

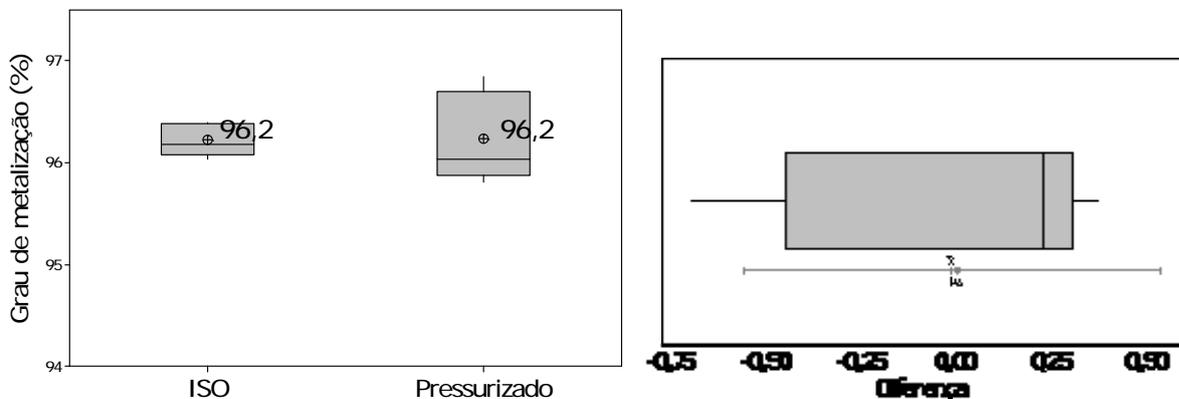


Figura 4. Teste de hipótese da diferença média entre os resultados de grau de metalização medidos pelos dois métodos.

Os resultados gerados pelo método da ISO, duas réplicas em uma mesma amostra, permitiram avaliar a existência ou não de vício entre os resultados. Foi evidenciada uma pequena tendência, tanto para o grau de metalização (Figura 5), quanto para as outras variáveis medidas. De modo geral, os valores obtidos pelo método ISO eram maiores que os obtidos pelo método com pressurização no caso de resultados mais baixos. Essa diferença se invertia para valores mais altos. Contudo, podemos concluir que o coeficiente angular da reta de regressão ajustada não é significativamente diferente de zero. Portanto, pode-se afirmar que não existe linearidade nos resultados.

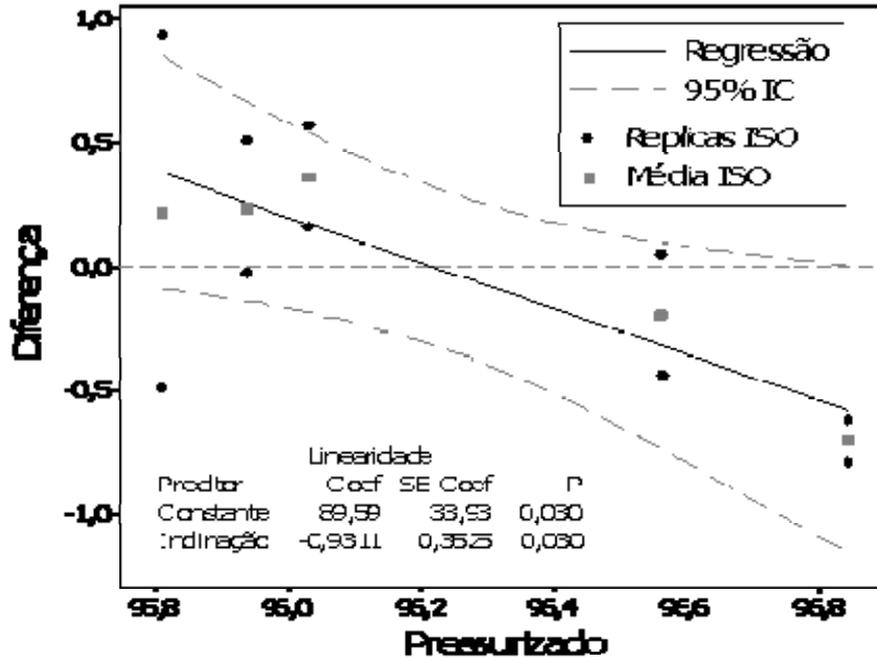


Figura 5 Teste de avaliação de vício para os resultados de grau de metalização medidos pelos dois métodos.

Por fim, foi evidenciado que as diferenças de resultados, que apresentavam distribuição normal, não possuíam nenhum efeito da basicidade da pelota, independente da variável resposta medida. Na Figura 6 é evidenciada a inexistência de dependência da diferença dos resultados e da basicidade. Os baixos coeficientes de correlação encontrados confirmam essa afirmativa.

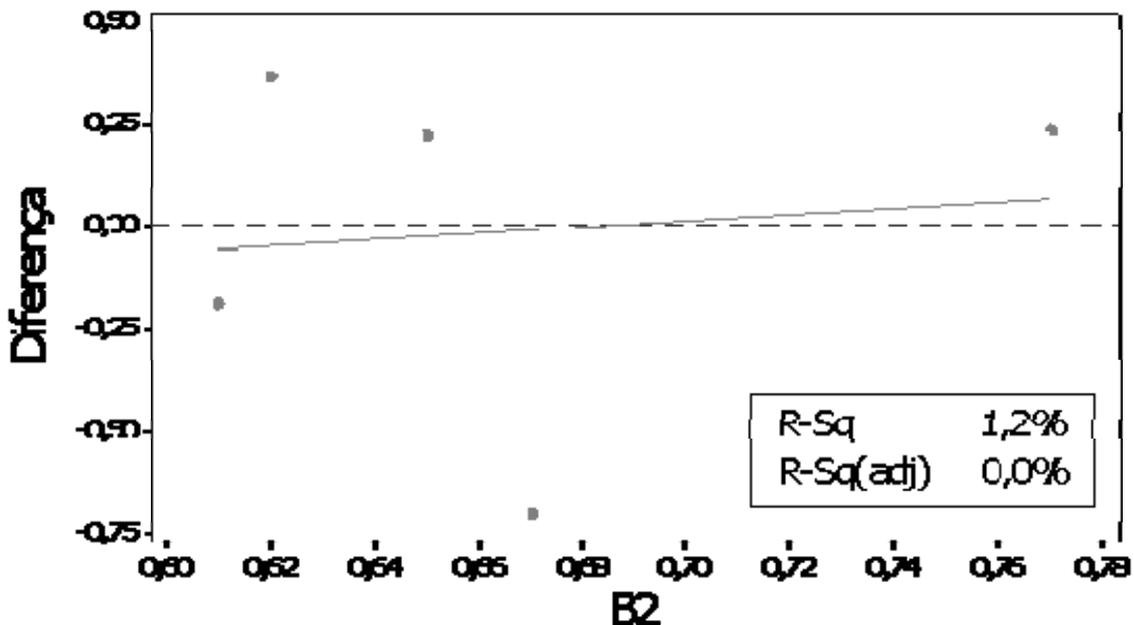


Figura 6. Correlação entre a diferença dos resultados do grau de metalização medidos pelos dois métodos com a basicidade.

Essa alteração de procedimento permite uma redução, em média, de 70% do consumo de N_2 no teste, implicando numa redução significativa dos custos variáveis

do laboratório. Lembrando que, atualmente, o N₂ representa 40% do consumo total de gases no laboratório de Ubu. Além disso, a alteração proposta possibilitará a verificação de vazamento antes da realização de cada teste, aumentando assim, a segurança das atividades do laboratório metalúrgico.

Em função dos resultados obtidos, será proposto ao Comitê da ISO um estudo mais detalhado dessas mudanças, com a possível realização de testes interlaboratoriais

4 CONCLUSÃO

Foi concluído que a realização da etapa de resfriamento com cuba pressurizada nos testes para determinação do grau de metalização e LMT +6,3 mm, em pelotas para redução direta, e redutibilidade e LTD +6,3 mm, em pelotas para alto forno, não causa impacto na confiabilidade dos resultados finais.

Os testes realizados pelo procedimento tradicional, ISO, e pelo método proposto (com pressurização), foram estatisticamente iguais.

A realização dos testes com cuba pressurizada resultou numa diminuição significativa de N₂, diminuindo o custo de execução dos testes, além de possibilitar uma maior segurança das atividades do laboratório metalúrgico.

Agradecimentos

Registra-se aqui o agradecimento à Samarco, que possibilitou a condução deste estudo. Ao corpo técnico e gerencial da Gerência Geral de Pelotização, cuja contribuição ao longo da discussão foi fundamental para a construção do raciocínio. À contribuição da equipe da Gerência de Engenharia de Processo e Automação, possibilitando uma visão sistêmica ao estudo, fundamental à assertividade das análises e para o engrandecimento do trabalho. Por fim, aos laboratoristas e técnicos do laboratório da Samarco em Ponta Ubu (em especial à equipe do laboratório metalúrgico), que se mostraram presentes desde a geração dos resultados, assim como na análise crítica dos mesmos.

REFERÊNCIAS

- 1 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 7215: Iron ores – Determination of Relative Reducibility, Third edition, London, September 2007.
- 2 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 13930: Iron ores – Dynamic Test for Low-Temperature Reduction-Disintegration, Second edition, London, October 2007.
- 3 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 11257: Iron ores – Determination of Disintegration and Metallization of Feedstock for Direct Reduction by Gas Reforming Processes, Second edition, London, October 2007.
- 4 SOUZA NETO, A. N. et al; Entendendo a Especificação de Minério de Ferro Para Alto Forno. III Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro, Ouro Preto, MG, Novembro 2001.
- 5 ARAÚJO, D. R. Desenvolvimento de um modelo computacional de otimização e predição do valor de uso de pelotas de minério de ferro na rota redução direta – aciaria elétrica. Rio de Janeiro: Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC/RJ, 2007. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais).
- 6 SANTOS, J. V. Estudo de Melhoria: Redução do Consumo de Nitrogênio na Execução dos Testes Metalúrgicos em Pelotas de Minério de Ferro (Teste de Redutibilidade). Vitória: Seminário dos Laboratórios Vale, 2005.
- 7 MONTGOMERY, D. C. (1996) Introduction to Statistical Quality Control. New York: John Wiley & Sons, Inc. c.2, Modeling Process Quality.