

ESTUDO DE PROFICIÊNCIA PARA ENSAIOS METALÚRGICOS EM PELOTAS DE MINÉRIO DE FERRO DO TIPO ALTO - FORNO¹

*Bruna Araujo Pacheco Ferri²
Eduardo Reis de Oliveira³
João Batista Conti de Sousa⁴
José Aniceto Monteiro Gomes⁵
Rosimar Medeiros Pereira⁶*

Resumo

Visando atender a etapa de negociação de pelotas de minérios de ferro com clientes, produtores de aço via alto forno em todo mundo, a VALE entendeu a necessidade de realizar um programa interlaboratorial entre os seus laboratórios do Departamento de Pelotização – DIPE – E.S, e as empresas na qual toma parte (Samarco Minerações e Ferteço Minerações), com o objetivo de avaliar, através de ensaios de proficiência, as possíveis variações entre os resultados obtidos nos ensaios metalúrgicos das pelotas de minérios de ferro. O estudo também buscou disponibilizar informações para que todos os laboratórios fossem capacitados a possuir uma estrutura de equipamentos e procedimentos alinhados às normas propostas pela ISO (International Organization for Standardization), bem como avaliar as performances de cada laboratório e definir ações no sentido de nivelar os mesmos visando à padronização dos ensaios.

Palavras-chave: Interlaboratorial; Ensaios metalúrgicos; Laboratório; Normas.

PROFICIENCY STUDY ABOUT REHEARSALS FOR QUALITY CONTROL OF THE METAL WORKS OF PELLETS OF IRON ORES

Abstract

Seeking to assist the negotiation stage and commercialization of pellets of iron ores with the customers, steel makers through blast furnace around of the world, the VALE understood the need to accomplish a program interlaboratorial among their laboratories of the Department of Pelletizing - DIPE - E.S, and of the companies in the which it participates (Samarco Minerações and Ferteço Minerações), with the objective of evaluating, through proficiency rehearsals, the possible variations among the results obtained in the rehearsals for control of the quality metal works of pellets of iron ores. The study also had as objective makes available information so that all of the laboratories were qualified to possess a structure of equipments and aligned procedures to assist to the norms proposed by ISO (International Organization for Standardization), as well to evaluate the performances of each laboratory and to define actions in the sense of leveling the same ones seeking to the standardization of the rehearsals.

Key words: Interlaboratorial; Metallurgical test; Laboratory; Norms.

1 *Contribuição técnica ao 39º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 10º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 22 a 26 de novembro de 2009, Ouro Preto, MG.*

2 *Tecnólogo em Metalurgia e Materiais – CEFET-ES – bruna.ferri@hotmail.com*

3 *Professor E, M.Sc. – IFES - Coordenadoria de Metalurgia e Materiais – eduardo@ifes.edu.br*

4 *Engenheiro Metalurgista, M. Sc e Dr. Eng. de Materiais – jb.conti@hotmail.com*

5 *Professor E, M.Sc. – IFES - Coordenadoria de Metalurgia e Materiais – aniceto@ifes.edu.br*

6 *Tecnólogo em Metalurgia e Materiais – CEFET-ES – roromm10@hotmail.com*

1 INTRODUÇÃO

O processo de pelletização não foi desenvolvido para substituir a sinterização ou outro processo de aglomeração, mas foi uma solução para aglomerar finos que não se sinterizavam bem como os finos concentrados de minérios. As pelotas constituem um bom substituto de minérios nos reatores de redução, por sua uniformidade de tamanho e as boas características físicas, químicas e metalúrgicas.

A qualidade das pelotas de minério de ferro é avaliada utilizando-se de um elenco de ensaios de laboratório. Desde a chegada das matérias-primas, durante o processo produtivo e também no embarque de pelotas, amostras são coletadas ao longo do circuito e analisadas em laboratórios. Esta prática tem fornecido subsídios para os ajustes das variáveis no processo e na expedição do produto.

As cargas ferríferas (minérios, sínteres e pelotas de minérios de ferro) ao serem carregadas nos reatores metalúrgicos passam por diferentes zonas nas quais são submetidas às condições características de cada região do forno, em termos de temperaturas, concentrações gasosas e pressões.

Vários fenômenos ocorrem desde a entrada da carga ferrífera no forno até atingir a região inferior do forno, resultando na transformação da carga sólida em metal líquido, para o caso da rota Alto-Forno.

A Figura 1 mostra as etapas dos mecanismos de transformações dos óxidos de ferro, durante as principais reações químicas, nos reatores metalúrgicos, quando submetidos à atmosfera redutora.

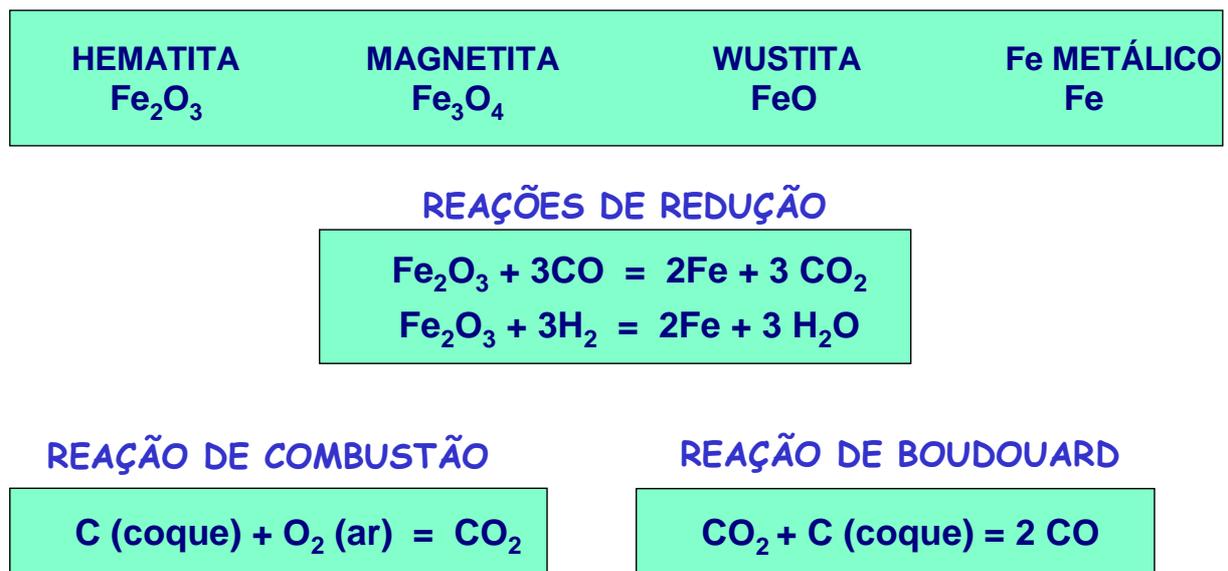


Figura 1– Reações químicas.

Durante a redução da hematita nos reatores siderúrgicos, o oxigênio vai sendo eliminado gradualmente à medida que a temperatura aumenta, ocorrendo transformações na estrutura cristalina do material.

Durante a transformação hematita - magnetita, em regiões de mais baixa temperatura, a reorganização atômica causa uma mudança da estrutura dos cristais, resultando num espaçamento atômico maior. Assim, há uma expansão da rede, gerando tensões internas no material.

As pelotas de minério de ferro devem resistir a essa expansão cristalina, evitando a sua desintegração e mantendo a permeabilidade da carga.

Devido a essas transformações, o material tende a aumentar de volume, fenômeno conhecido como inchamento, que deve ser mantido em nível baixo para não comprometer o fluxo gasoso redutor.

A velocidade com que o oxigênio do minério de ferro é removido, de forma a produzir a fase ferro, é muito importante, pois regulará a taxa de alimentação do reator, tendo implicação direta na produtividade da unidade de redução.⁽¹⁾

Com o intuito de avaliar as características metalúrgicas das pelotas para alto-forno foi desenvolvido um grande número de ensaios, que são descritos nas seções seguintes deste estudo.

2 METODOLOGIA

Para o estudo foram coletados incrementos para compor amostras representativas de pelotas do tipo Alto - Forno, da linha do processo produtivo em cada empresa, destinada ao embarque para os clientes da Diretoria de Pelotização - DIPE, da empresa Ferteco Mineração e da empresa Samarco Mineração, denominadas neste estudo simplesmente como DIPE, Samarco e Ferteco.

Nos laboratórios, antes de cada ensaio, as amostras foram submetidas à fase de secagem em estufa na temperatura de 105 +/- 5°C por um período de 1 hora.

Foram separadas 36 amostras, divididas e identificadas em 18 amostras testes e 18 amostras testemunhos. Das amostras testes foram separadas seis amostras para atender aos três laboratórios.

A seguir serão apresentadas os parâmetros utilizados, massas e faixas granulométricas específicas das amostras testes e testemunhos, para cada norma, e o elenco de ensaios propostos para o estudo de caracterização metalúrgica das pelotas do tipo Alto - Forno.

2.1 Tratamento das Pelotas do Tipo Alto-forno

Para os ensaios sob as normas ISO 4696-1, ISO 7215 e ISO 13930, foram utilizados 18 kg de pelotas na faixa de 12,5 mm a 10,0 mm, para a preparação de 36 amostras individuais de 500 g cada, sendo seis amostras identificadas por amostras testes (A, B, C, D, E e F) e seis amostras testemunhos (A1, B1, C1, D1, E1 e F1) para envio aos três laboratórios.

Para os ensaios sob a norma ISO 7992 foram utilizados 43,2 (quarenta e três quilos e duzentos gramas) de pelotas na, faixa de 12,5 mm a 10,0 mm, para a preparação de 36 amostras individuais de 1.200 gramas cada, sendo seis amostras identificadas por amostras testes (A, B, C, D, E e F) e seis amostras testemunhos (A1, B1, C1, D1, E1 e F1) para envio aos três laboratórios.

2.1.1 Pelotas alto-forno alta sílica tipo AS05 da DIPE

Foram realizados ensaios sob a norma ISO 4696 – 1 (*Determination of low-temperature reduction-desintegration indices by static method*) - Desintegração Estática (RDI).⁽²⁾

Procedimento do ensaio: A amostra é colocada no tubo de redução e este no interior do forno elétrico vertical aquecido por resistências elétricas.

O aquecimento é feito em atmosfera de N₂ (5 NL/min) até a temperatura do ensaio.

Em seguida, eleva-se a vazão de N₂ para 15 NL/min e mantém-se nestas condições por 15 min para estabilização e uniformização da temperatura.

Após esta etapa, o gás inerte é substituído por uma mistura redutora com vazão de 20 NL/min até o final do ensaio. Terminada a fase de redução, inicia-se o resfriamento com o desligamento do forno e passagem de N₂ (5 NL/min) até a temperatura ambiente.

A amostra reduzida é submetida ao processo de tamboramento a 30 rotações por minuto no tempo de 10 minutos. Em seguida, procede-se ao peneiramento para avaliação dos resultados expressos em porcentagem.

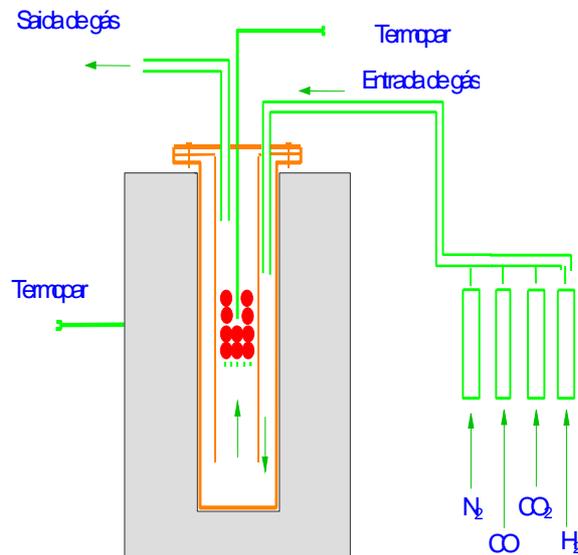


Figura 2 – Desenho do forno para ensaio sob a Norma ISO 4696 -1: 1996.

2.1.2 Alto-forno tipo AF08 da DIPE

Foram realizados ensaios sob a norma ISO 7992 (Determination of reduction behaviour under load) - Redução sob carga (RUL).⁽³⁾

Procedimento do ensaio: A amostra é colocada no tubo de redução sobre duas camadas de porcelana (8 ~ 11,2 mm) suportada por uma grelha perfurada.

A altura inicial da camada de pelotas é medida e sobre esta são colocadas mais duas camadas de porcelana (8 ~ 11,2 mm).

O aquecimento é feito em atmosfera de N₂ (50 NL/min) até a temperatura de 1.050°C quando se eleva a vazão de N₂ para 83 NL/min.

É aplicada uma carga de 0,5 kgf/cm² são esperados 30 minutos para a estabilização e uniformização da temperatura.

O gás inerte é então substituído por uma mistura redutora composta de 58% de N₂, 40% de CO e 2% de H₂ com vazão de 83 NL/min.

A redução será conduzida até obter-se 80% de grau de redução. Caso este índice não seja atingido, o ensaio encerrar-se-á com 240 min.

Através das leituras de perda de peso, pressão diferencial e expansão/contração, é feito um gráfico do percentual de redutibilidade em função do tempo (% Rt x T) e calculam-se também os seguintes índices:

DP (80) - pressão diferencial, em milímetros de coluna d'água (mm ca), quando o grau de redução é igual a 80%.

DH (80) - percentual (%) de expansão/contração da amostra, em relação à altura inicial, correspondente ao grau de redução de 80%.

(dR/dT) 40 - índice de redutibilidade, calculado pela seguinte expressão:

$$(dR/dT) 40 = \frac{33,6}{t60 - t30} \text{ (\% / min)}$$

Onde:

t60 = tempo em minutos, para atingir o grau de redução igual a 60%

t30 = tempo em minutos, para atingir o grau de redução igual a 30%

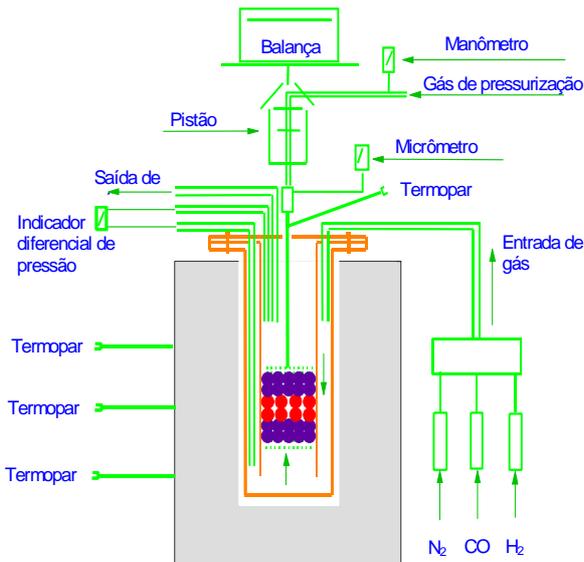


Figura 3 - Desenho do forno para ensaio sob a Norma ISO 7992: 1992.

2.1.3 Pelotas alto-forno tipo Samarco da Samarco Mineração

Foram realizados ensaios sob a norma ISO 7215 (Determinaton of the reducibility by the final degree of reduction index) – Redutibilidade.⁽⁴⁾

Procedimento do ensaio: A amostra é colocada no tubo de redução e este no interior do forno tipo Gakushin, aquecido por resistências. Acochado ao sistema, tem-se uma balança dotada de célula de carga.

O aquecimento é feito em atmosfera de N₂ (5 NL/min.) até a temperatura de 900°C.

Após 30 min. nesta temperatura para estabilização e uniformização da temperatura, a balança que sustenta o tubo com a amostra é zerada e o gás inerte é substituído por uma mistura redutora composta de 70% de N₂ e 30% de CO com uma vazão total de 15 NL/min. durante 180 min.

Terminada a fase de redução, inicia-se o resfriamento com o desligamento do forno e passagem de N₂ (5 NL/min) até a temperatura ambiente.

Em seguida retira-se a amostra do tubo e procede-se o ensaio de resistência à compressão após a redução – RAR (80 pelotas não quebradas), e o cálculo do grau de redução final.

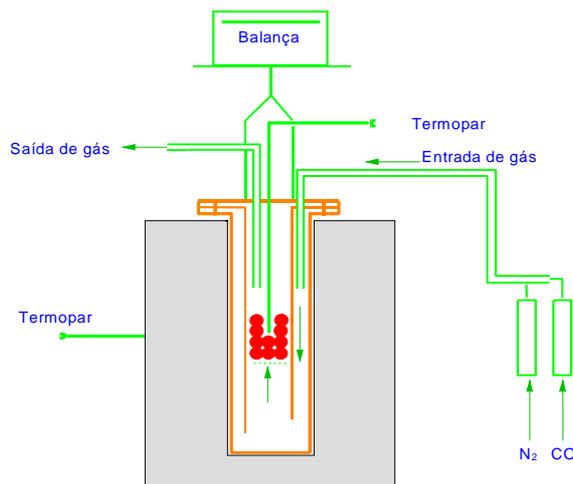


Figura 4: Desenho do forno para ensaio sob a Norma ISO 7215:1995.

2.1.4 Pelotas alto-forno Tipo Ferteco da Ferteco Mineração

Foram realizados ensaios sob a norma ISO 13930 (Determination of low-temperature reduction disintegration index by dynamic method) - Desintegração dinâmica (LTD).⁽⁵⁾

Procedimento do ensaio: A amostra é colocada no tubo de redução e este no forno elétrico horizontal, que é aquecido por resistências.

O tubo é colocado a girar (10 rpm) e o aquecimento é iniciado em atmosfera de N₂ (5,0 NL/min) até a temperatura de 500°C (é fundamental que este tempo seja de exatamente 45 min), quando se eleva a vazão de N₂ para 20 NL/min durante 15 minutos para estabilização e uniformização da temperatura.

Em seguida o N₂ é substituído pela mistura redutora especificada durante 60 minutos. Terminada a fase de redução, inicia-se o resfriamento com o desligamento do forno e paralisação do tubo, com passagem de N₂ (5,0 NL/min) até temperatura ambiente.

Em seguida a amostra deve ser retirada do tubo para o ensaio de peneiramento usando-se para tal, as peneiras de 6,30 mm; 3,15 mm e 0,50 mm.

As porcentagens das frações retidas em 6,30 mm e passante em 3,15 e 0,50 mm representam os dois índices do ensaio.

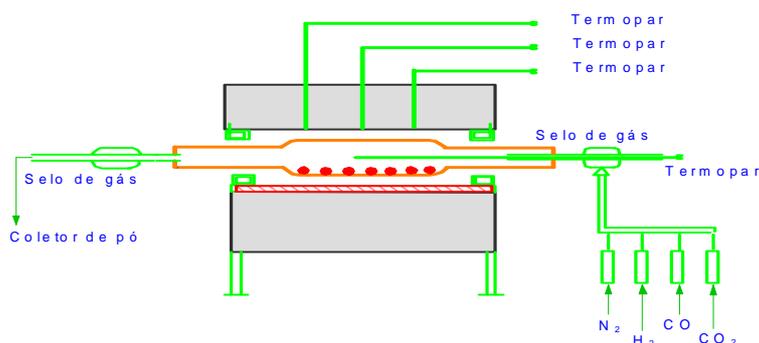


Figura 5 - Desenho do forno para ensaio sob a Norma ISO 13930:1998.

3 CONDIÇÕES DOS ENSAIOS E AVALIAÇÕES DOS RESULTADOS

As Tabelas 1, 2, 3, e 4 apresentam os valores obtidos nos ensaios realizados nos laboratórios participantes do estudo.

3.1 Amostras: Pelotas Alta Sílica – DIPE

A Ferteco utiliza Termopar tipo “S”, enquanto DIPE e Samarco utilizam tipo “K”.

Na montagem do ensaio a DIPE e Samarco fazem pré-aquecimento a 300°C e a Ferteco faz pré-aquecimento a temperatura de 500°C.

Tabela 1 – Resultados dos ensaios de desintegração (LTD) norma ISO 4696-1

NORMA ISO 4696-1 – PELOTA AS05 – DIPE						
INDICE DE AVALIAÇÃO	DIPE		SAMARCO		FERTECO	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
%+6,30mm	91,15	1,80	91,80	1,60	92,23	1,80
%-0,50mm	6,58	1,18	6,30	1,13	6,40	1,65

Os resultados entre DIPE, Samarco e Ferteco apresentaram valores bem próximos, tanto para os percentuais retidos na malha de 6,3 mm, onde o desvio variou de 1,60 (menor) e 1,80 (maior), bem como o percentual passante em 0,5 mm, onde a FERTECO apresentou um desvio um pouco maior, porém, esta diferença não foi estatisticamente significativa.

3.2 Amostras: Pelotas Alto-Forno AF08 – DIPE

Os laboratórios da DIPE e da Ferteco trabalham com o forno pré-aquecido à temperatura de 1.050°C e utilizam o fluxômetro para controle dos gases, enquanto na SAMARCO o forno é pré – aquecido no máximo a 300°C e utiliza-se de rotâmetro para controlar o fluxo dos gases.

Como medidor da coluna d’água a Ferteco utiliza transdutor de pressão, enquanto a DIPE e a Samarco utilizam manômetro de coluna inclinada.

Na Ferteco o tempo de ensaio consiste em aquecimento mantendo por 20 minutos na temperatura de 1.050 +/- 10°C e até atin gir 80% de redução, já na DIPE e na Samarco considera-se somente o ponto de 80% de redução.

Os laboratórios da DIPE e da Ferteco utilizam a aplicação de carga durante todo o tempo de redução, já na Samarco a partir do início do aquecimento.

A Ferteco utiliza Termopar tipo “S” enquanto a DIPE e a Samarco utilizam do tipo “K”.

Tabela 2 – Resultados dos ensaios de Redução sob pressão norma ISO 7992

NORMA ISO 7992 – PELOTA ALTO FORNO – DIPE						
INDICE DE AVALIAÇÃO	DIPE		SAMARCO		FERTECO	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
DH80	-4,36	1,20	-5,98	1,32	-5,00	0,89
DP80	1,08	0,97	4,70	0,52	1,00	0,00
DR/DT40	1,17	0,02	1,44	0,08	1,25	0,07

Os valores de DH80 mostraram uma variação considerável, porém os resultados entre a DIPE e a Ferteco ficaram mais próximos.

Os valores de DP80 entre a Ferteco e a DIPE ficaram bem próximos, porém o resultado da Samarco ficou acima.

Para o valor de DR/DT 40, mais uma vez os valores da Ferteco e da DIPE ficaram próximos, destacando o valor do desvio padrão da DIPE bem pequeno.

A proximidade entre os resultados da DIPE e da Ferteco pode ser entendida através da comparação dos procedimentos operacionais adotados por ambos os laboratórios, ou seja, as condições de ensaios são parecidas, uma vez que ambos

trabalham com o forno pré-aquecido à temperatura de 1.050°C e utilizam o fluxômetro para controle dos gases, enquanto na Samarco o forno é pré-aquecido no máximo a 300°C e utiliza-se de rotâmetro para controlar o fluxo dos gases, a esses motivos, somam-se ainda o fato dos laboratórios da DIPE e da Ferteco utilizar aplicação de uma carga de 0,5 kgf/cm² sobre a mostra durante o tempo de redução, enquanto na Samarco a carga é aplicada a partir do início do aquecimento.

3.3 Amostras Pelota Alto-Forno Samarco

Para esta norma (ISO 7215) todos os laboratórios apresentam a mesma estrutura operacional e de equipamentos.

Tabela 3 – Resultados dos ensaios de Redutibilidade sob a norma ISO 7215

NORMA ISO 7215 – PELOTA ALTO FORNO – SAMARCO						
INDICE DE AVALIAÇÃO	DIPE		SAMARCO		FERTECO	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
G.R	76,70	1,77	78,4	0,62	72,09	1,43
RAR	33,65	4,45	51,00	5,48		

Nesta pelota foi aplicada a norma ISO 7215 (Redutibilidade), onde os resultados obtidos no grau de redução entre Samarco (78,40) e DIPE (76,70) ficaram próximos, sendo que na Ferteco o resultado ficou abaixo (72,09) dos encontrados na DIPE, e na Samarco.

Os resultados da resistência após redução (RAR) foi menor para a amostra ensaiada no laboratório da DIPE (33,65 daN/pelota) contra 51,00 daN/pelota, obtido na Samarco.

A Ferteco não apresentou este resultado de RAR por não fazer parte de sua rotina de trabalho.

3.4 Amostras: Pelotas Alto-forno Ferteco

O tipo de termopar da DIPE e Samarco é o “K” e da Ferteco é o tipo “N”.

O fluxo de (N₂) no resfriamento na DIPE e na Samarco é de 60 minutos, e na Ferteco é por 20 minutos com o forno aberto.

O tempo de ensaio na DIPE e na Samarco é de 60 minutos de aquecimento e estabilização, e tempo de redução de 60 minutos. Na Ferteco a prática é de 30 minutos sem amostra, 40 minutos com as amostras para aquecimento e estabilização e tempo de redução de 60 minutos.

Tabela 4 - Resultados dos ensaios de desintegração (LTD) norma ISO 13930

NORMA ISO 13930 – PELOTA ALTO FORNO – FERTECO						
INDICE DE AVALIAÇÃO	DIPE		SAMARCO		FERTECO	
	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO	MÉDIA	DESVIO
%+6,30mm	83,45	3,93	80,10	0,68	82,43	1,18
%-0,50mm	10,32	0,90	10,20	0,73	11,43	0,91

Comparando os resultados do percentual retido na malha de 6,30 mm, tem-se uma variação de 80,10%, na Samarco, 83,45% na DIPE e 82,43% na Ferteco, o que demonstra uma boa proximidade entre os laboratórios.

Quando foi comparada à massa passante na malha de 0,50 mm, foi observado que o valor obtido em todos os laboratórios participantes, após uma

análise de aceitação, confirmou uma posição dentro da faixa de aceitação para todos.

4 CONCLUSÃO

Apesar de todos os laboratórios estarem obedecendo às normas ISO, existem diferenças entre os mesmos em termos de equipamentos periféricos e de procedimentos que não são especificados claramente nas normas.

Do exposto, pode-se concluir, que o estudo mostrou a existência de certa exatidão entre os laboratórios, e também algumas divergências, que merecem atenção especial, como por exemplo:

a) Os resultados dos ensaios de Redução sob pressão norma ISO 7992, apresentados na tabela 2, onde os resultados encontrados entre os laboratórios da DIPE e Ferteco, com resultados mais próximos, apresentaram diferenças significativas nos valores dos parâmetros de avaliação quando comparados aos resultados da Samarco.

b) Os resultados dos ensaios de Redutibilidade sob a norma ISO 7215, apresentados na tabela 3, também apresentaram diferenças significativas entre os laboratórios.

Em função da importância da fidelidade dos resultados das características metalúrgicas a serem apresentadas, nos certificados de qualidade, na entrega das pelotas aos clientes, e levando em consideração de que os resultados farão parte dos itens a serem considerados na elaboração da carga do alto-forno, faz-se necessária a tomada de ações por partes dos laboratórios das empresas citadas no estudo, para os devidos ajustes nos equipamentos e procedimentos através da continuidade do estudo de proficiência dos ensaios.

REFERÊNCIAS

- 1 Ball, DF et All. Agglomeration Of Iron Ores, Hesnemann Educational Books Limited – 1973 – Section 3 – Pelletizing – Chapter 34 The Behaviour of Pellets During Reduction.
- 2 NORMA ISO 4696-1:1996 – Iron Ores – Statistic test for low-temperature reduction disintegration-part 1: Reaction with CO, CO₂ e H₂.
- 3 NORMA ISO 7992: 1992 - Determination of behaviour under load.
- 4 NORMA ISO 7215:1995 – Iron Ores – Determination of relative reducibility.
- 5 NORMA ISO 13930:1998; - Iron Ores – Dynamic test for low-temperature reduction-disintegration (LTD).