

SUSCEPTIBILIDADE MAGNÉTICA EMPREGADA NA CARACTERIZAÇÃO DE SÍNER: ESTUDO PRELIMINAR*

Érica Simões Rodrigues¹

Ramiro da Conceição do Nascimento Júnior²

Marcos Tadeu D'Azeredo Orlando³

João Batista Ribeiro Martins⁴

Heidy de Oliveira Simões⁵

Mariane Gonçalves de Miranda⁶

Resumo

Para garantir a qualidade do síner e controle de processo são realizadas algumas medidas como RDI e análise de FeO (Fe²⁺) via úmida. Porém, o comportamento do síner durante seu processamento no Alto Forno nem sempre é compreendido apenas com os resultados dessas medidas. Portanto, torna-se necessário encontrar técnicas alternativas para aplicação no controle de processo. Neste trabalho foram realizadas quatro queimas experimentais, a fim de obter amostras de síner com teor de FeO (Fe²⁺) diferentes. As amostras tiveram suas fases quantificadas via Microscopia Óptica e para avaliar o comportamento magnético de cada uma utilizou-se a técnica de Susceptibilidade Magnética. Os resultados obtidos entre Microscopia Óptica, Susceptibilidade Magnética e parâmetros de qualidade foram comparados e após avaliação identificou que a Susceptibilidade Magnética pode ser uma alternativa para ajudar a compreensão do comportamento do síner no Alto Forno.

Palavras-chave: Susceptibilidade Magnética; Microscopia Óptica; FeO (Fe²⁺); Degradação sob Redução.

MAGNETIC SUSCEPTIBILITY APPLIED TO SINTER CHARACTERIZATION: PRELIMINARY STUDY

Abstract

In order to guarantee the quality of the sinter and process control some measurements are made such as RDI and FeO (Fe²⁺). However, the behavior of sinter during reduction in the blast furnace is not always understood, when it is analyzed only metallurgical, physical and chemical quality. Therefore, it is necessary to find alternative techniques to understand more this behavior. In this work four experimental trials were performed to obtain sinter samples with different FeO (Fe²⁺) contents. Optical microscopy was performed to identify and quantify the phases in sinter and to evaluate the magnetic behavior of each one, the Magnetic Susceptibility technique was used. The results obtained between Optical Microscopy, Magnetic Susceptibility and quality parameters were compared and then was identified that Magnetic Susceptibility may be an alternative to help the understanding of sinter behavior in Blast Furnace.

Keywords: Magnetic Susceptibility; Optical Microscopy; FeO (Fe²⁺); Reduction Degradation Index.

¹ Mestranda em Engenharia Metalúrgica e Materiais, ArcelorMittal Global R&D Brazil Center/PROPEMM, ArcelorMittal IFES, Vitória, ES, Brasil.

² Doutor em Engenharia Metalúrgica e Materiais, PROPEMM, IFES, Vitória, ES, Brasil.

³ Doutor em Física Nuclear, PPGEM, UFES, Vitória, ES, Brasil.

⁴ M.Sc. Metalurgia e Materiais, ArcelorMittal Global R&D Brazil Center/IFES, Vitória, ES, Brasil.

⁵ Engenheira de Produção, Técnica em Pesquisa e Desenvolvimento, ArcelorMittal Global R&D Brazil Center, ES, Brasil.

⁶ Doutoranda em Engenharia Mecânica, ArcelorMittal Global R&D Brazil Center/PPGEM, ArcelorMittal/UFES, Vitória, ES, Brasil..

1 INTRODUÇÃO

O sinter é um produto obtido a partir da aglomeração a frio de finos de minério de ferro, combustível sólido, fundentes e aditivos, seguido da sinterização. Durante o processo de sinterização ocorre uma fusão parcial da mistura e conversão das matérias primas em um material comumente poroso com partículas nucleantes de hematita oriunda do minério de ferro, ligadas por uma matriz contendo ferritos de cálcio e silicatos [1]. Além dessas fases, é possível encontrar outras que são formadas durante o mesmo processo, são elas: magnetita secundária, hematita secundária, magnésio ferrita e outras escorificadas.

O produto obtido na etapa de sinterização é a principal fonte ferrosa para produção do ferro gusa na ArcelorMittal e a sua qualidade é um ponto crítico para a eficiência do alto forno. Para garantir a qualidade e controle do processo são realizadas algumas medidas, como identificação de FeO (Fe^{2+}) via úmida e *RDI* (degradação sob redução), porém muitas vezes elas não são capazes de explicar o comportamento do sinter durante o processamento no Alto Forno. Para compreender os fatores que influenciam a qualidade do sinter durante esse processo, existem técnicas de caracterização microestrutural, como a microscopia óptica, que a partir dos resultados obtidos, possibilita a realização de estimativa dos efeitos da variação das fases presentes no sinter [2].

Para realizar análise via Microscopia Óptica é necessário preparar amostra e posteriormente realizar a análise. No entanto, o tempo dessa preparação é longo e a análise da imagem gerada necessita de ferramentas apropriadas ou expertise do profissional.

Uma alternativa mais rápida é a medida de Susceptibilidade Magnética (K) que permite avaliar a variação da susceptibilidade da mistura analisada. De forma geral, a Susceptibilidade Magnética (número adimensional) consiste no grau de magnetização da amostra quando essa está sob efeito de um campo magnético e é definida como a razão entre a intensidade de magnetização, M (A/m), e o campo magnético, H (A/m), conforme equação a seguir (Equação 1):

$$K = \frac{M}{H} \quad (1)$$

Para que essa propriedade não dependa do tamanho e da forma da partícula, utiliza-se a Susceptibilidade Magnética Mássica (χ), que nesse caso depende dos elementos presentes e da estrutura cristalina das fases. A Susceptibilidade Magnética Mássica (m^3/kg) é definida pela equação (Equação 2) abaixo [3]:

$$\chi = \frac{K}{\rho} \quad (2)$$

Esse trabalho teve como objetivos verificar a potencialidade da utilização Susceptibilidade Magnética em conjunto com a quantificação de fases por microscopia óptica e avaliar a aplicação como controle de processo.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais e Métodos

Foram realizadas quatro queimas experimentais com objetivo de obter amostras de sinter com teores variados de FeO (Fe^{2+}). As amostras coletadas foram moídas em moinhos de rolos até atingir a granulometria de 1mm. Após adequação granulométrica, as quatro amostras foram analisadas via Microscopia Óptica e Susceptibilidade Magnética.

As amostras para Microscopia Óptica foram embutidas em resina acrílica e preparadas por processos convencionais de lixamento e polimento. O microscópio utilizado foi o Axio Imager M2m da Zeiss e as imagens foram coletadas pelo software AxioVision. A quantificação foi realizada manualmente por identificação visual e contagem das fases no aumento de 100X.

A medida de Susceptibilidade Magnética foi realizada em um equipamento (Figuras 1 e 2) desenvolvido no departamento de Física da Ufes.



Figura 1. Equipamento de Susceptibilidade Magnética.



Figura 2. Bobina do equipamento de Susceptibilidade Magnética.

As amostras foram inseridas em porta-amostras cilíndricos, conforme Figura 3, e posteriormente tiveram sua massa e altura medidas para o cálculo da densidade.



Figura 3. Esquema da amostra para o teste de susceptibilidade magnética.

Como mostrado na Figura 3, L_0 corresponde a altura medida pelo equipamento, 10 mm, L corresponde a altura da amostra inserida e D_0 corresponde ao diâmetro do porta-amostra. Os dados medidos estão descritos na Tabela 1:

Tabela 1. Valores de massa e altura das amostras analisadas.

Amostra	L (mm)	Massa (g)
1	11	0,1874
2	11,5	0,1894
3	11	0,1645
4	10	0,1341

Os porta-amostras preenchidos foram colocados individualmente dentro de uma bobina e a resposta da Susceptibilidade Magnética foi apresentada no equipamento mostrado na Figura 1. A frequência selecionada para o experimento foi 448 Hz.

2.2 Resultados

Após a queima piloto, foram realizados ensaio de *RDI* e análise de FeO (Fe²⁺) via úmida. Na Tabela 2, estão os resultados obtidos:

Tabela 2. Qualidade do sinter (%).

Amostra	<i>RDI</i>	FeO (Fe ²⁺)
1	14,62	6,65
2	12,65	7,00
3	11,43	7,22
4	9,89	7,47

A quantificação de fases via Microscopia Óptica foi realizada com intuito de identificar as fases presentes nas quatro amostras de sinter. Os resultados obtidos estão descritos na Tabela 3:

Tabela 3. Quantificação de fases via microscopia óptica (%).

Amostra	Hematita Primária	Hematita Secundária	Magnetita	Ferrito de Cálcio Acicular	Ferrito de Cálcio Colunar	Silicatos	Outros
1	6,1	5,6	35,8	33,7	7,5	8,0	3,4
2	9,7	10,2	31,7	28,4	11,5	6,6	2
3	8,9	9,6	34,0	25,6	10,6	8,1	3,3
4	5,7	9,2	41,1	20,2	9,8	11,7	2,4

A susceptibilidade das amostras a se magnetizarem quando estão sob efeito de um campo magnético foi medida a partir do equipamento de Susceptibilidade Magnética. A Tabela 4 mostra os resultados obtidos por essa técnica. Essa avaliação permitiu conhecer o comportamento magnético das amostras estudadas.

Tabela 4. Susceptibilidade Magnética [m³/(Kg x10⁻⁴)].

Amostra	Susceptibilidade Magnética Mássica
1	3,84
2	3,70
3	3,93
4	4,33

2.3 Discussão

As análises via Microscopia Óptica permitiram conhecer as fases presentes nas amostras de cada queima piloto. Como apresentado nas Figuras 4 a 7, as fases predominantes são magnetita e ferritos de cálcio.

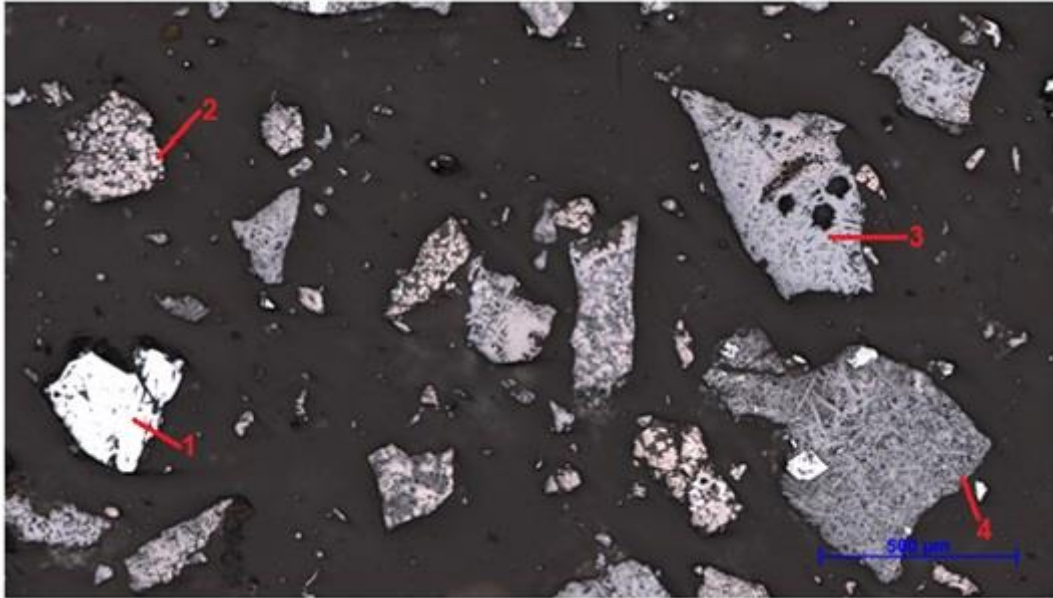


Figura 4. Microscopia óptica Amostra 1 (1 - Hematita, 2 - Magnetita, 3 - Ferrito de Cálcio Colunar, 4 - Ferrito de Cálcio Acicular).

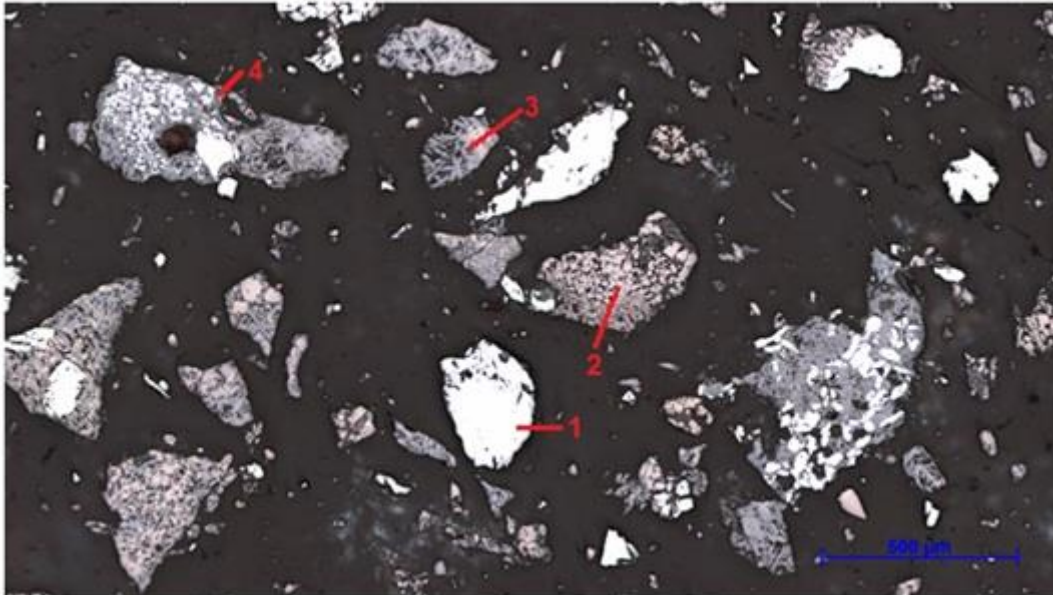


Figura 5. Microscopia óptica Amostra 2 (1 - Hematita, 2 - Magnetita, 3 - Ferrito de Cálcio Colunar, 4 - Ferrito de Cálcio Acicular).

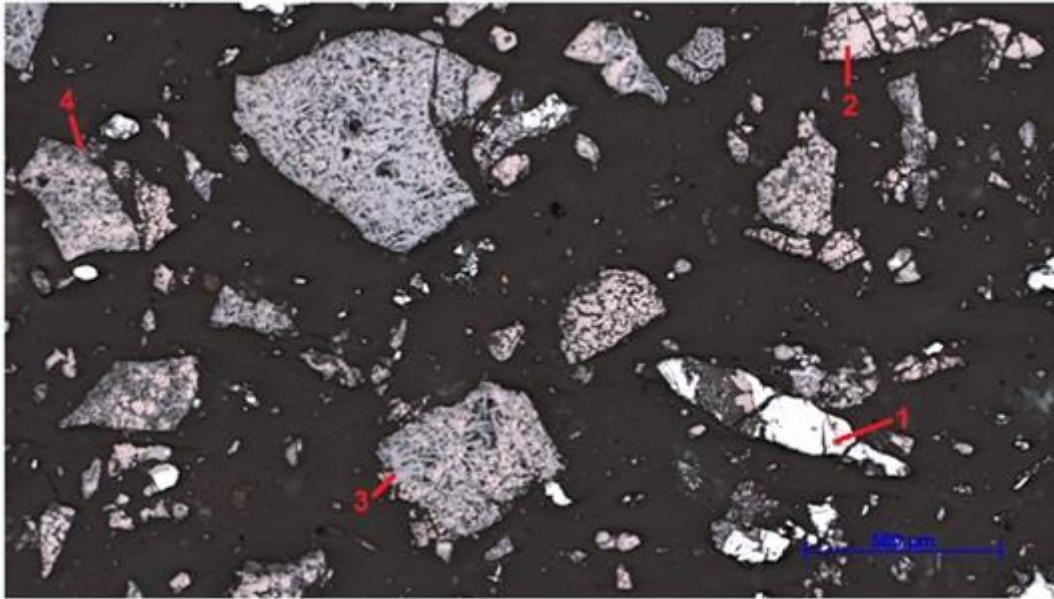


Figura 6. Microscopia óptica Amostra 3 (1 - Hematita, 2 - Magnetita, 3 - Ferrito de Cálcio Colunar, 4 - Ferrito de Cálcio Acicular).

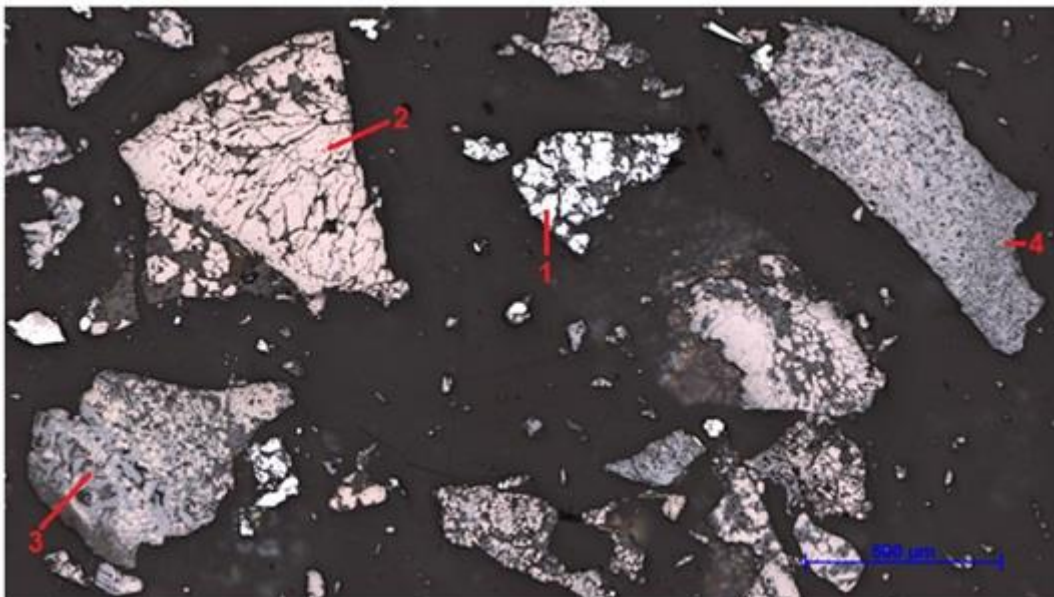


Figura 7. Microscopia óptica Amostra 4 (1 - Hematita, 2 - Magnetita, 3 - Ferrito de Cálcio Colunar, 4 - Ferrito de Cálcio Acicular).

A partir das informações obtidas pela Microscopia Óptica e Susceptibilidade foi possível relacionar o percentual de fases encontradas via Microscopia Óptica, Susceptibilidade Magnética e qualidade do sinter. Nos estudos realizados por Magalhães e Brandão [4], foi observada uma correlação positiva entre Susceptibilidade Magnética e teor de FeO (Fe^{2+}), conforme Figura 8:

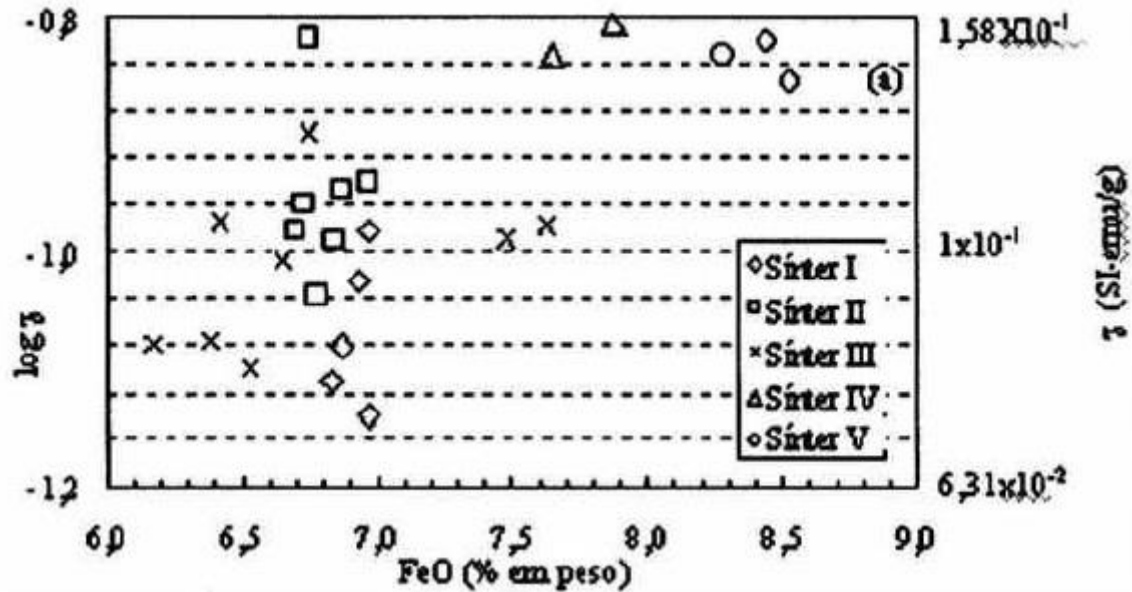


Figura 8. Correlação entre Susceptibilidade Magnética e FeO (Fe²⁺) [4].

Devido a essa correlação, foi realizada a análise dos dados obtidos das quatro amostras para identificar o comportamento da susceptibilidade em relação ao teor de FeO (Fe²⁺). De acordo com a Figura 9, foi observado que o aumento de FeO (Fe²⁺) acarreta o aumento da Susceptibilidade Magnética Mássica, quando estão relacionados ao aumento dos teores de magnetita e ferrito de cálcio colunar.

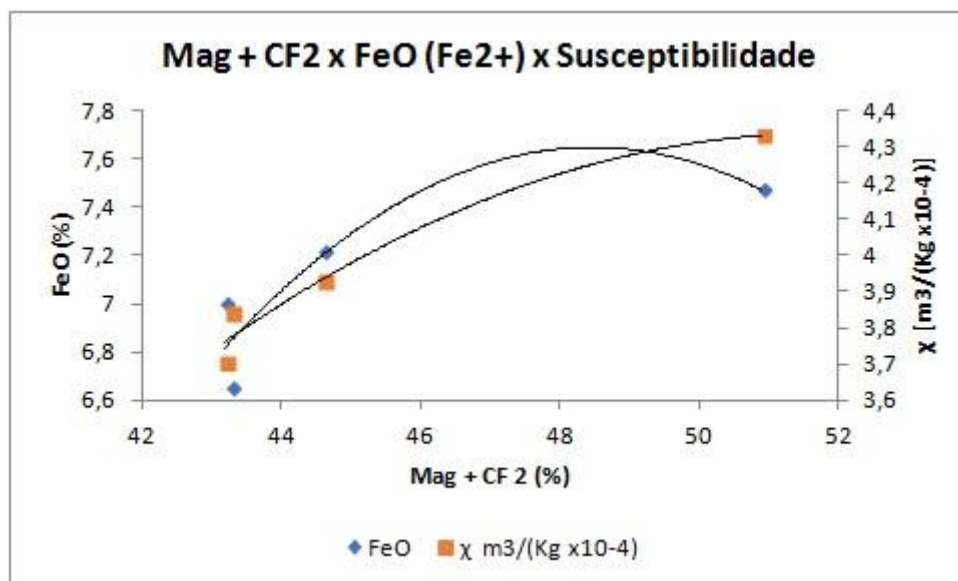


Figura 9. Tendência entre magnetita somada ao ferrito de cálcio colunar, FeO (Fe²⁺) e Susceptibilidade.

A determinação de FeO (Fe²⁺) em amostras de sinter nada mais é que a quantificação do teor de Fe²⁺ presente na amostra. Sabe-se que a magnetita é uma fase do sinter que apresenta Fe²⁺ em sua composição e conseqüentemente contribui para o teor de FeO (Fe²⁺) determinado via úmida. Porém, de acordo com Pownceby e Patrick [5], o ferrito de cálcio colunar pode apresentar íons de ferro de valência Fe²⁺, conforme Figura 10, devido ao mecanismo de substituição representado pela

reação $2(\text{Fe}^{3+}) = (\text{Ca}^{2+}, \text{Fe}^{2+}) + \text{Si}^{4+}$, sendo os íons Ca^{2+} parcialmente substituídos por íons Fe^{2+} .

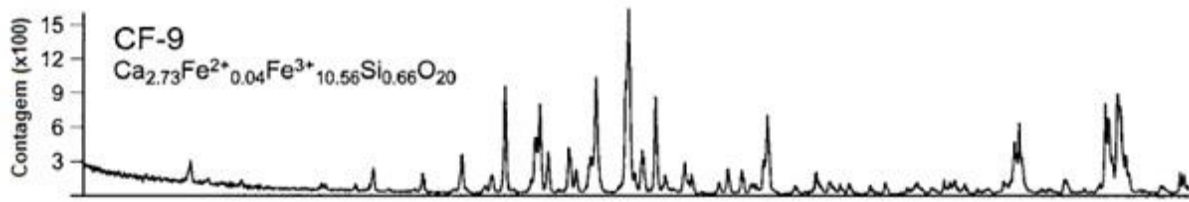


Figura 10. Padrão de difração obtido para ferrito de cálcio colunar [5].

Powceby e Patrick [5], compararam o padrão de difração do ferrito de cálcio colunar (SFC livre de alumínio) obtido em seus estudos com o padrão obtido (SFCA) por Hamilton *et al* (1989) e observaram que se tratava de fases equivalentes. Além disso, os dados estruturais do padrão obtido por Hamilton *et al* indicaram que um dos três sítios de cálcio (Ca^{2+}) coordenados octaedricamente apresentam interações mais curtas que as demais, corroborando com a possível presença de uma população de metal misto na estrutura do ferrito de cálcio colunar.

Portanto, devido a esse fenômeno, foi avaliada a influencia das duas fases em conjunto, sugerindo que além da magnetita o ferrito de cálcio colunar, presente nas quatro amostras, pode conter Fe^{2+} em sua composição.

Outro aspecto observado, do ponto de vista tecnológico, foi o comportamento inverso do *RDI* quando confrontado com a Susceptibilidade Magnética Mássica, conforme Figura 11. Os resultados obtidos por Magalhães e Brandão [4], apresentaram o mesmo comportamento.

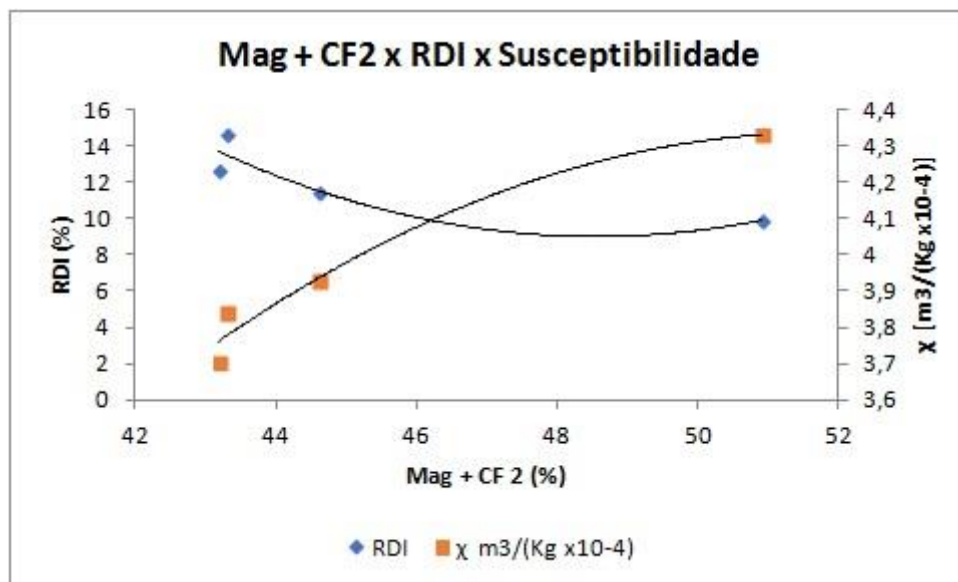


Figura 11. Tendência entre magnetita somada ao ferrito de cálcio colunar, *RDI* e Susceptibilidade.

Segundo Loo e Leung [6], o *RDI* reduz quando aumenta o teor de magnetita. Essa influencia pode ser explicada pela menor quantidade de trincas geradas durante o ensaio de *RDI*, quando comparado a amostras de sínter com maior quantidade de hematita, principalmente secundária. Além disso, os ferritos de cálcio influenciam positivamente no *RDI* do sínter.

De modo geral, as tendências observadas nesse estudo apresentam semelhanças com os resultados obtidos por Magalhães e Brandão [4], apontando que a técnica de Susceptibilidade Magnética pode ser uma alternativa para avaliação rápida do controle de processo.

3 CONCLUSÃO

Conclui-se que a Susceptibilidade Magnética tende a aumentar quando o teor de FeO (Fe^{2+}) aumenta, quando se trata de uma análise em conjunto com a soma das fases magnetita e ferrito de cálcio colunar.

Além disso, foi observado o aumento da Susceptibilidade Magnética quando o RDI reduz. Isso ocorre devido ao aumento das fases magnetita e ferrito de cálcio colunar, que reduzem o *RDI*. De acordo com a literatura esse comportamento já era esperado.

A partir dos resultados apresentados, a Susceptibilidade Magnética pode se tornar uma alternativa para avaliação rápida do controle de processo.

Agradecimentos

Os autores agradecem à ArcelorMittal Brazil R&D pela estrutura fornecida e à UFES pelo uso do equipamento de Susceptibilidade Magnética.

REFERÊNCIAS

- 1 Webster NAS, Pownceby MI, Madsen IC, Kimpton JA. Silico-ferrite of Calcium and Aluminum (SFCA) Iron Ore Sinter Bonding Phases: New insights into Their Formation During Heating and Cooling. Metallurgical and Materials Transaction B. 2012;43B:1344-1357.
- 2 Takayama T, Murao R, Kimura M. Quantitative Analysis of Mineral Phases in Iron Ore Sinter by the Rietved Method of X-Ray Diffraction Patterns. ISIJ International. 2018;6:397-406.
- 3 Gonzaga, LM. Separação Magnética a Úmido de Minérios de Ferro. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e Materiais) – Coppe, UFRJ. Rio de Janeiro, p. 142. 2014.
- 4 Magalhães MS, Brandão PRG. Caracterização de Minério de Ferro (fração sinter feed) e Sínter a partir de Susceptibilidade Magnética: Estudo Preliminar. XIX ENTMME. Recife, 2002.
- 5 Pownceby MI, Patrick TRC. Stability of SFC (silico-ferrite of calcium): solid solution limits, thermal stability and selected phase relationships within the $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-CaO-SiO}_2$ (FCS) system. European Journal of Mineralogy. 2000;12:455-468.
- 6 Loo CE, Leung W. Factors Influencing the Bonding Phase Structure of Iron Ore Sinters. ISIJ International. 2003;43:393–1402.