

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**Caracterização das propriedades metalúrgicas de minérios de ferro após secagem
para uso em altos-fornos**

Autor: Adilson Souza Lopes

Orientador: Prof. Luiz Fernando Andrade de Castro

Belo Horizonte - MG

Fevereiro/2017

Adilson Souza Lopes

Caracterização das propriedades metalúrgicas de minérios de ferro após secagem para
uso em altos-fornos

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de concentração: Metalurgia Extrativa

Orientador: Prof. Luiz Fernando Andrade de Castro

Belo Horizonte – MG
Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
Fevereiro/2017

| | |
|-------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| L864c | <p>Lopes, Adilson Souza.</p> <p>Caracterização das propriedades metalúrgicas de minérios de ferro após secagem para uso em altos-fornos [manuscrito] / Adilson Souza Lopes. – 2017.</p> <p>xii, 78 f., enc.: il.</p> <p>Orientador: Luiz Fernando Andrade de Castro.</p> <p>Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.</p> <p>Anexos: f. 73-75.</p> <p>Bibliografia: f. 76-78.</p> <p>1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia extrativa - Teses. 3. Altos-fornos - Teses. 4. Minérios de ferro - Teses. 5. Secagem - Teses. I. Castro, Luiz Fernando Andrade de. II. Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. III. Título.</p> <p>CDU: 669(043)</p> |
|-------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

Dedico este trabalho à toda minha família,
aos meus pais Neuza e Abel, aos meus irmãos
e em especial à minha esposa Áquila.

O autor agradece a todos que, direta ou indiretamente, colaboraram na preparação deste trabalho, e em particular:

Ao professor e orientador Dr. Luiz Fernando Andrade de Castro, pela disponibilidade, críticas e sugestões para com este trabalho.

A empresa Gerdau, pela oportunidade de realização deste trabalho.

Aos engenheiros David Hebert Vieira e André Luiz Guimarães, pelo apoio e oportunidade de dedicação ao mestrado.

Aos colegas de trabalho, técnicos do laboratório de análises do alto-forno da Gerdau Divinópolis: Ademir, Cássio e Odair, pelo apoio na realização dos ensaios de secagem.

Ao engenheiro Marcilio Daniel Machado da Silva, pelo apoio na realização das caracterizações das amostras de minérios.

A toda equipe da área do alto-forno.

A minha família, que me apoiou e incentivou desde o início do trabalho.

Sumário

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------|------|
| Sumário | v |
| Lista de figuras..... | vii |
| Lista de tabelas..... | x |
| Lista de notações..... | xi |
| Resumo | xii |
| Abstract | xiii |
| 1. Introdução..... | 1 |
| 2. Objetivos..... | 3 |
| 3. Revisão Bibliográfica | 4 |
| 3.1. Alto-forno..... | 4 |
| 3.2. O processo de carga no alto-forno | 5 |
| 3.3. Minério de ferro | 15 |
| 3.3.1. Mineralogia dos minérios de ferro..... | 19 |
| 3.3.2. As Propriedades dos minérios de ferro e impactos nos altos-fornos | 21 |
| 3.3.3. Secagem e propriedades metalúrgicas de minérios de ferro | 25 |
| 3.3.4. Normas técnicas para minério de ferro | 28 |
| 4. Metodologia..... | 31 |
| 4.1. Amostragem | 31 |
| 4.2. Caracterização das amostras | 34 |
| 4.3. Ensaio de secagem..... | 35 |
| 4.4. Análises Metalúrgicas | 37 |
| 4.5. Tabulação e análises dos dados..... | 39 |
| 5. Resultados e discussão | 41 |
| 5.1. Caracterização inicial das amostras..... | 41 |
| 5.2. Ensaio de secagem e análises metalúrgicas..... | 56 |

| | | |
|-----|----------------------------------------|----|
| 6. | Conclusões..... | 69 |
| 7. | Relevância dos resultados..... | 71 |
| 8. | Sugestões para trabalhos futuros | 72 |
| 9. | Anexo I..... | 73 |
| 10. | Anexo II..... | 75 |
| 11. | Referências Bibliográficas..... | 76 |

Lista de figuras

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1.1 – Classificação das propriedades de minérios de ferro (autoria própria). | 1 |
| Figura 3.1– Divisões de um alto-forno (adaptado de Geerdes, 2009). | 5 |
| Figura 3.2 – Processo simplificado de redução (Castro, 2009). | 6 |
| Figura 3.3 – Equilíbrio da reação de boudouard (Araújo, 2005). | 7 |
| Figura 3.4 – Diagrama de equilíbrio Baur-Glaessner dos óxidos de ferro com sistema H ₂ /H ₂ O e CO/CO ₂ (Němec, 2010). | 9 |
| Figura 3.5 – Representação esquemática da redução minério de ferro (adaptado de Castro, 2009). | 10 |
| Figura 3.6 – Esquema do perfil de temperaturas dos gases e sólidos de um alto-forno (Castro, 2009). | 12 |
| Figura 3.7 – Esquema das zonas de elaboração e preparação (Castro, 2009). | 13 |
| Figura 3.8 – Relação entre fração de vazios e distribuição de tamanho da carga (adaptado de Geerdes, 2009). | 14 |
| Figura 3.9 – Localização do Quadrilátero Ferrífero (Kaneko, 2016). | 15 |
| Figura 3.10 – Diferença entre minérios itabiríticos e hematíticos, (a) rocha de itabirito bandada, (b) rocha de itabirito e hematita (Kaneko, 2016). | 17 |
| Figura 3.11– Diferenças entre minérios Quadrilátero Ferrífero (Kaneko, 2016). | 19 |
| Figura 3.12 – Mineralogia dos minérios de ferro (Kaneko, 2016). | 20 |
| Figura 3.13 – Propriedades dos minérios no alto-forno (Neto, 2001). | 22 |
| Figura 3.14 – Correlação entre porosidade e redutibilidade (Varajão, et al. 2002). | 24 |
| Figura 3.15 – Modelo de degradação da partícula de minério após aquecimento (adaptado Strezov et al., 2013). | 26 |
| Figura 3.16 – Partícula de minério goethítico antes (a) e depois (b) de aquecimento (Strezov et al., 2011). | 26 |
| Figura 3.17 – Efeito da concentração de H ₂ O na redutibilidade e RDI (adaptado de Murakami et al., 2012). | 28 |
| Figura 4.1 – Formação de lotes de minério. | 32 |
| Figura 4.2 – Esquema de geração das amostras. | 33 |
| Figura 4.3 – Equipamentos utilizados durante amostragem. | 33 |
| Figura 4.4 – Forno tipo mufla. | 36 |

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 4.5 – Recipiente utilizado para realização dos ensaios. | 36 |
| Figura 4.6 – Forno vertical para análise IR marca Analógica. | 38 |
| Figura 4.7 – Forno vertical para análise RDI marca Combustol. | 39 |
| Figura 5.1 – Distribuição granulométricas dos minérios A, B, C e D. | 43 |
| Figura 5.2 – Fotomicrografias do minério A. | 47 |
| Figura 5.3 – Mineralogia do minério A. | 48 |
| Figura 5.4 – Fotomicrografias do minério B. | 49 |
| Figura 5.5 – Mineralogia do minério B. | 50 |
| Figura 5.6 – Fotomicrografias do minério C. | 51 |
| Figura 5.7 – Mineralogia do minério C. | 51 |
| Figura 5.8 – Fotomicrografia do minério D. | 52 |
| Figura 5.9 – Mineralogia do minério D. | 53 |
| Figura 5.10 – Correlação entre presença de hematitas, goethitas e martita com ferro total. | 54 |
| Figura 5.11 – Correlação entre presença de goethita e PPC. | 55 |
| Figura 5.12 – Correlação entre presença de goethita e porosidade. | 55 |
| Figura 5.13 – Amostras de minério após os ensaios de secagem: (a) amostra minério A após 12 horas em 350°C; (b) amostra minério B após 4 horas em 500°C; (c) amostra minério C após 4 horas em 200°C; (d) amostra minério D após 24 horas em 200°C. | 56 |
| Figura 5.14 – Variação de massa das amostras após secagem. | 57 |
| Figura 5.15 – Relação entre perda de massa e perda de máxima esperada das amostras após secagem. | 58 |
| Figura 5.16 – Índice de crepitação dos minérios após os ensaios. | 59 |
| Figura 5.17 – Índice de redutibilidade dos minérios após os ensaios. | 60 |
| Figura 5.18 – Índice de degradação estática das amostras após secagem. | 60 |
| Figura 5.19 – Apresentação dos efeitos principais para o minério A. | 62 |
| Figura 5.20 – Apresentação dos efeitos principais para o minério B. | 63 |
| Figura 5.21 – Apresentação dos efeitos principais para o minério C. | 64 |
| Figura 5.22 – Apresentação dos efeitos principais para o minério D. | 65 |
| Figura 5.23 – Correlação entre % Δ M e IR para os minérios A e D. | 66 |
| Figura 5.24 – Correlação entre % Δ M e IC para os minérios B e D. | 67 |
| Figura 5.25 – Correlação entre % Δ M e RDI para os minérios A e B. | 68 |

Figura 5.26 – Comportamento do RDI dos minérios A e B em relação à temperatura de secagem..... 68

Lista de tabelas

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela III.1 – Principais minerais portadores de ferro..... | 16 |
| Tabela III.2 – Composição mineralógica dos tipos de minérios (Rosière, 1993).. | 18 |
| Tabela III.3 – Classificação química dos minerais (adaptado de Dana, 1984)..... | 19 |
| Tabela IV.1 – Níveis das variáveis de ensaio..... | 35 |
| Tabela IV.2 – Numeração dos ensaios e combinação das variáveis..... | 35 |
| Tabela IV.3 – Massa inicial das amostras para realização dos ensaios (kg)..... | 37 |
| Tabela IV.4 – Dados das análises metalúrgicas de cada ensaio de secagem..... | 40 |
| Tabela V.1 – Composição química das amostras em percentual de massa..... | 41 |
| Tabela V.2 – Análise granulométrica, percentagem em peso passante..... | 43 |
| Tabela V.3 – Análise granulo-química minério A..... | 44 |
| Tabela V.4 – Análise granulo-química minério B..... | 45 |
| Tabela V.5 – Análise granulo-química minério C..... | 45 |
| Tabela V.6 – Análise granulo-química minério D..... | 46 |
| Tabela V.7 – Análise de porosidade dos minérios..... | 53 |
| Tabela V.8 – Variação máxima esperada de massa das amostras..... | 58 |
| Tabela V.9 – Resumo das correlações obtidas..... | 65 |

Lista de notações

| | |
|-----|------------------------------------|
| FEA | - Forno elétrico a arco |
| IC | - Índice de crepitação |
| IR | - Índice de redutibilidade |
| RDI | - Índice de degradação sob redução |
| HE | - Hematita especular |
| HT | - Hematita terrosa |
| HL | - Hematita lobular |
| HM | - Hematita martítica |
| MA | - Magnetita |
| GO | - Goethita |
| GT | - Goethita terrosa |
| QZ | - Quartzo |
| QM | - Quartzo misto |
| MN | - Manganês |
| CA | - Caulinita |
| GB | - Gibbsita |
| MI | - Mica |
| TA | - Talco |
| OT | - Outros |

Resumo

Neste trabalho foram estudados o comportamento de quatro amostras distintas de minério de ferro com relação à exposição a secagem, onde inicialmente foram realizadas amostragens das matérias-primas seguida de realização de ensaios de caracterização química, física e mineralógica. Com objetivo de avaliar a influência da secagem nas propriedades metalúrgicas crepitação, redutibilidade e índice de degradação sob redução, foram definidos os parâmetros tempo nos níveis: 4, 12 e 24 horas e temperatura nos níveis: 200°C, 350°C e 500°C. As amostras foram submetidas a secagem em todas as combinações dos parâmetros, e após os ensaios, foram avaliadas quanto às suas propriedades metalúrgicas. Os resultados obtidos foram correlacionados com as caracterizações realizadas anteriormente. Foram observados que minérios com características diferentes possuem comportamentos similares com relação às influências sofridas pela secagem.

Abstract

This work studied the behavior of four different samples of iron ore with respect to exposure to drying, where initially were carried out sampling of raw materials followed by testing of chemical, physical and mineralogical characterization. In order to evaluate the influence of drying on the metallurgical properties crackle, reducibility and reduction degradation index were defined the parameters of time at levels: 4, 12, 24 hours, and temperature levels: 200 ° C, 350°C and 500°C. The samples were subjected to drying in all combinations of parameters, and after the tests were evaluated as to their metallurgical properties. The results obtained were correlated with characterizations performed previously. What minerals were observed with different characteristics have similar behaviors with regard to influences suffered by drying.

1. Introdução

Do ponto de vista de uma usina integrada, a etapa de redução influencia significativamente a operação da planta como um todo, sendo primordial a sua estabilidade, para garantia de bons resultados operacionais. Para manutenção da estabilidade, assim como um bom desempenho operacional de um alto-forno, a utilização de matérias-primas de boa qualidade bem como o entendimento da influência das suas propriedades, são fundamentais.

Referente à carga metálica, um alto-forno pode utilizar: minério, sinter ou pelota. Para cada tipo de carga, existem parâmetros e propriedades que definem sua qualidade, que são basicamente, as características físicas, químicas e metalúrgicas. Com relação aos minérios de ferro, pode-se observar de forma resumida a classificação das propriedades conforme figura 1.1.

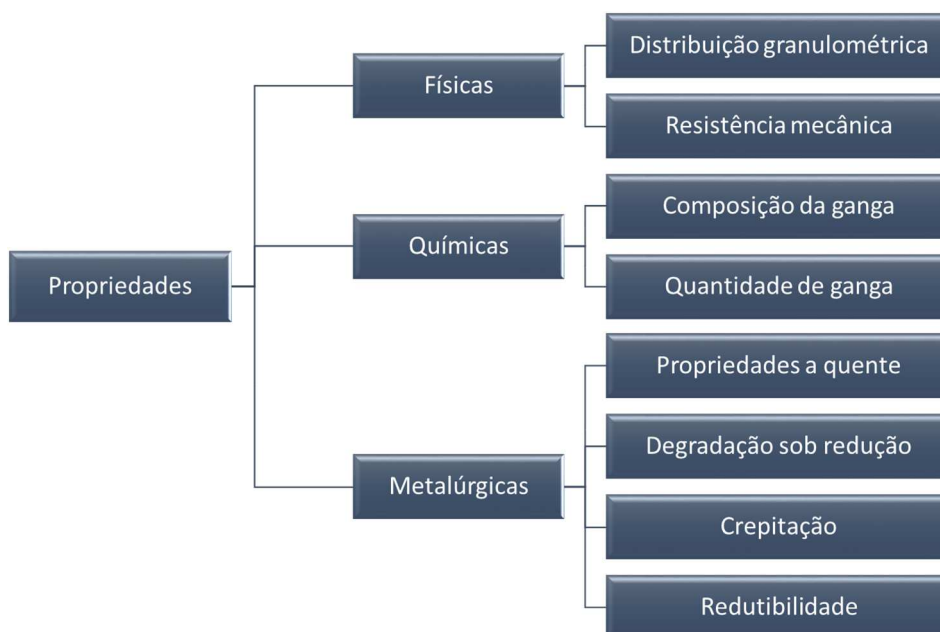


Figura 1.1 – Classificação das propriedades de minérios de ferro (autoria própria).

A combinação destes parâmetros influencia diretamente a estabilidade de um alto-forno e afetam os resultados de produtividade, consumo de combustíveis e qualidade do ferro-

gusa obtido. Além destas propriedades, uma boa preparação de cargas, como peneiramento adequado, influencia diretamente o comportamento operacional do Alto-Forno, onde a secagem do minério de ferro tem um papel fundamental. Portanto, faz-se necessário conhecer as características de diferentes tipos minérios de ferro utilizados, bem como a influência da secagem nestas características para garantir uma boa operação do Alto-Forno.

Este trabalho apresenta como escopo a realização de uma caracterização dos principais minérios de ferro utilizados nos Altos-Fornos da Gerdau, unidade de Divinópolis-MG e a avaliação da influência dos parâmetros de secagem nas propriedades metalúrgicas.

2. Objetivos

Este estudo tem como propósito caracterizar quatro tipos distintos de minérios de ferro e avaliar a influência da secagem em diferentes condições de tempo e temperatura, sobre as propriedades de crepitação, redutibilidade e índice de degradação sob redução. A finalidade do estudo é conhecer como os fatores de tempo e temperatura de secagem afetam as propriedades metalúrgicas e possibilitar através da correlação com a caracterização inicial, estabelecer padrões de comportamento dos minérios em termos de variação das propriedades metalúrgicas, através de características usuais destas amostras.

3. Revisão Bibliográfica

3.1. Alto-forno

O alto-forno é um reator contínuo que opera em contracorrente onde coexistem as fases sólidas, líquidas e gasosas. Ao mesmo tempo que são gerados gases redutores na parte inferior do alto-forno, a carga é carregada no topo do reator. Sendo assim, os gases ascendentes aquecem e reduzem a carga metálica ao passo que esta possui um movimento descendente, se deslocando no sentido contrário, devido ação da gravidade. A função do equipamento é produzir ferro-gusa, uma liga composta de ferro (~94%), carbono (~4%) e outros elementos químicos, como silício, manganês, enxofre e fósforo (percentagem variável), onde as variações dependem das matérias-primas empregadas e da operação do reator. Este produto é utilizado no processo de produção do aço. Durante operação do equipamento, minério e redutor são carregados em camadas distintas. Na zona coesiva do alto-forno, inicia-se o amolecimento e fusão da carga metálica. O redutor reage com oxigênio do ar soprado no *raceway*, que é alimentado pela zona de coque ativo. No cadinho encontram-se o homem morto e o ferro-gusa produzido. Além do ferro-gusa, um outro produto líquido é obtido neste processo, a escória, que é formada pela ganga do minério (SiO_2 e Al_2O_3), pelos fundentes carregados (CaO e MgO) e pelas cinzas do redutor. Como estes dois produtos possuem densidades diferentes, ocorre a separação física entre eles (Castro, 2009). Tanto o ferro-gusa quanto a escória são drenados do cadinho do alto-forno através do furo de corrida. Uma vista esquemática de um alto-forno pode ser visualizada na figura 3.1, onde pode-se observar a direita as divisões das regiões do alto-forno.

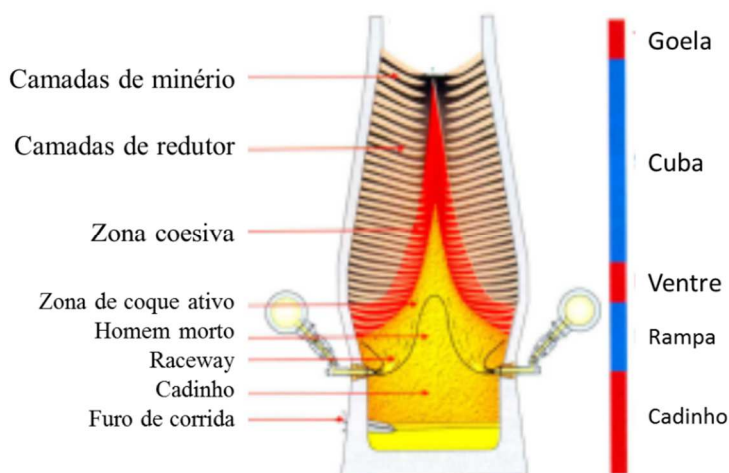


Figura 3.1– Divisões de um alto-forno (adaptado de Geerdes, 2009).

3.2. O processo de carga no alto-forno

O processo de redução que ocorre no interior do alto-forno, se dá pela reação do CO com os óxidos de ferro presentes na carga. Há excesso de oxigênio na região das ventaneiras onde é soprado o ar para combustão do redutor. Durante o processo de redução, a carga desce no interior do alto-forno, enquanto os gases resultantes da queima do redutor, ao ascenderem a coluna de carga, reduzem os óxidos de ferro e pré-aquecem o minério e os outros materiais. A composição dos componentes da carga se altera à medida que as reações de redução vão ocorrendo, onde o oxigênio combinado com ferro do minério passa a fazer parte dos gases sob a forma de óxidos de carbono. Este processo ocorre em paralelo com outras reações químicas, como por exemplo de fusão da ganga do minério e dos fundentes, para formação da escória. A figura 3.2 apresenta de forma simplificada o processo de redução em um alto-forno.

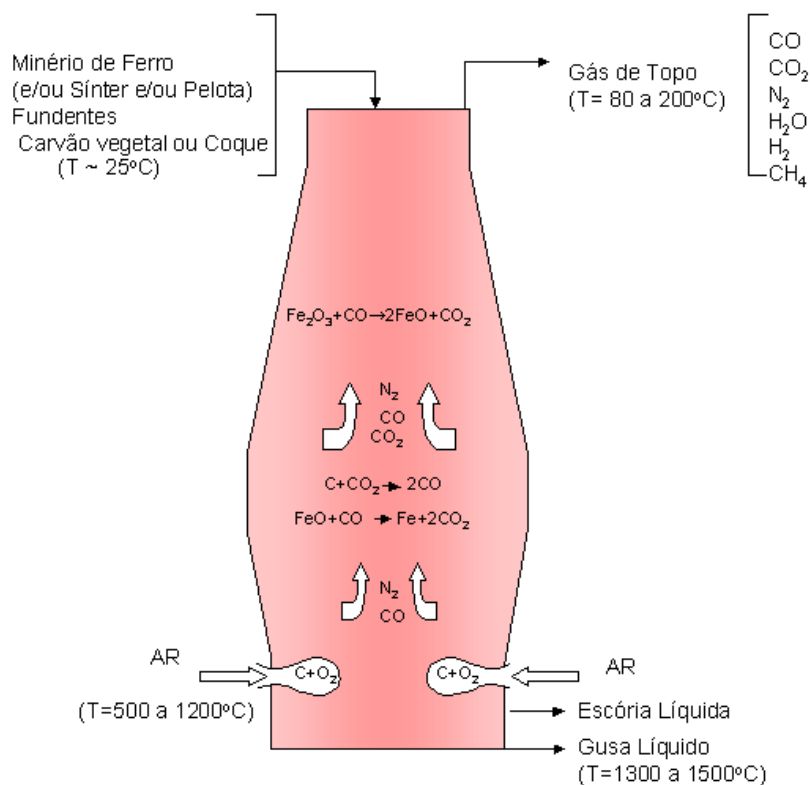
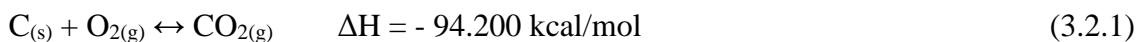


Figura 3.2 – Processo simplificado de redução (Castro, 2009).

A reação do carbono com oxigênio na região das ventaneiras produz uma mistura de monóxido e dióxido de carbono, cuja proporção dependerá das condições operacionais.



Inicialmente, tem-se a geração de CO₂ através da queima do carbono com oxigênio conforme reação 3.2.1. A reação 3.2.2 é conhecida como reação de *boudouard*, e seu sentido se dará de acordo com as concentrações dos componentes e das condições de temperatura e pressão. À medida que se tem uma elevação na percentagem de monóxido de carbono na mistura gasosa, a velocidade de sua produção diminui e a de formação de dióxido de carbono aumenta. Ao atingir o equilíbrio, as reações cessam e a mistura consistirá em CO e CO₂ em determinadas concentrações. Ao alterarmos as condições de

temperatura e pressão, as reações voltam a ocorrer de forma a atingirem novamente o equilíbrio. Na figura 3.3 pode-se observar o equilíbrio da reação de *boudouard*.

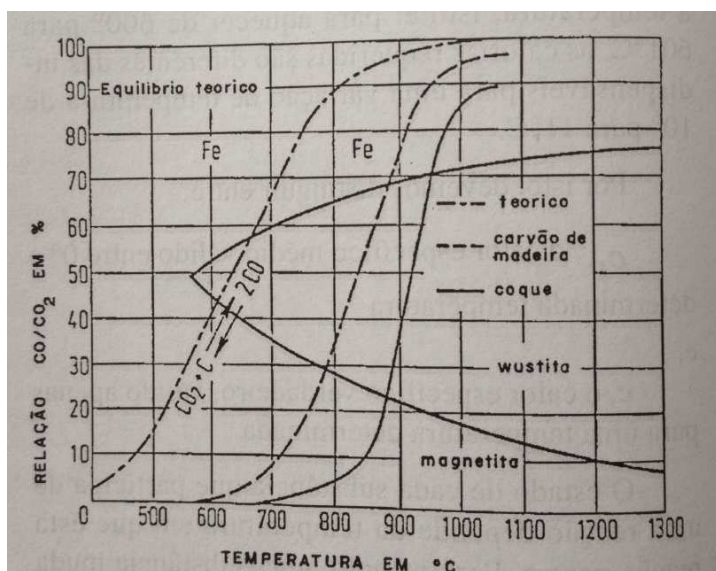


Figura 3.3 – Equilíbrio da reação de boudouard (Araújo, 2005).

Para construção da curva da reação de *boudouard*, foram calculadas as proporções de CO e CO₂ para todas as condições de temperatura, pressão e concentração. Observando o equilíbrio teórico da curva da reação de *boudouard*, podemos dizer que a 700°C, a composição do gás é 70% de CO e 30% de CO₂, já a 900°C, o gás contém 96% de CO e 4% de CO₂. Sendo assim, se o sistema em equilíbrio a 700°C for aquecido a 900°C, haverá uma produção de monóxido de carbono de acordo com a reação 3.2.2. A intensidade de ocorrência desta reação será reduzida à medida que a concentração do gás se aproxime do equilíbrio, ou seja, 96% de CO e 4% de CO₂.

Durante a passagem dos gases através da coluna de carga, ocorrem grandes variações de temperatura, pressão e concentração dos gases. Na região das ventaneiras, com a queima do redutor os gases atingem temperaturas da ordem de 1800°C. Após alguns segundos, estes deixam o topo do forno com temperaturas da ordem de 150°C. A pressão de sopro é da ordem 0,7 atm e no topo em torno de 0,2 atm. A composição dos gases na altura das ventaneiras é praticamente 100% de CO e N₂, enquanto no topo, a relação entre CO e CO₂ é de aproximadamente 2:1. Devido ao tempo de percurso do gás no interior do alto-

forno as reações na parte mais fria da coluna de carga raramente atingem o estado de equilíbrio entre gases e sólidos (Araújo, 2005).

A estabilidade dos óxidos e do ferro metálico com misturas gasosas dependem basicamente de suas concentrações em uma determinada atmosfera com relação aos gases redutores. A representação gráfica desta estabilidade é dada através do diagrama de *Baur-Glaessner*, que pode ser visto na figura 3.4, onde é possível identificar as fases em equilíbrio de acordo com as composições gasosas e pressões do sistema. No diagrama podemos visualizar os campos de estabilidade do ferro metálico e do ferro na forma dos seguintes óxidos: magnetita (Fe_3O_4) e wustita (Fe_{1-y}O). Além do equilíbrio dos óxidos na atmosfera dos gases CO e CO_2 , que dependem da reação de *boudouard*, representado pela curva de número 11 no diagrama, também estão representados os equilíbrios dos óxidos na atmosfera dos gases H_2 e H_2O , conforme reação 3.2.3 abaixo, pelas curvas de números 2, 5 e 7 no diagrama.



Podemos observar através do diagrama que em temperaturas superiores à 710°C , misturas gasosas de CO e CO_2 podem reduzir todos os óxidos de ferro. As curvas de números 3, 6 e 8 do diagrama, delimitam os campos de existência da magnetita, wustita e ferro metálico, permitindo uma previsão de qual mistura gasosa deverá ser utilizada para reduzir, a uma determinada temperatura, a magnetita para wustita, ou a wustita para ferro metálico.

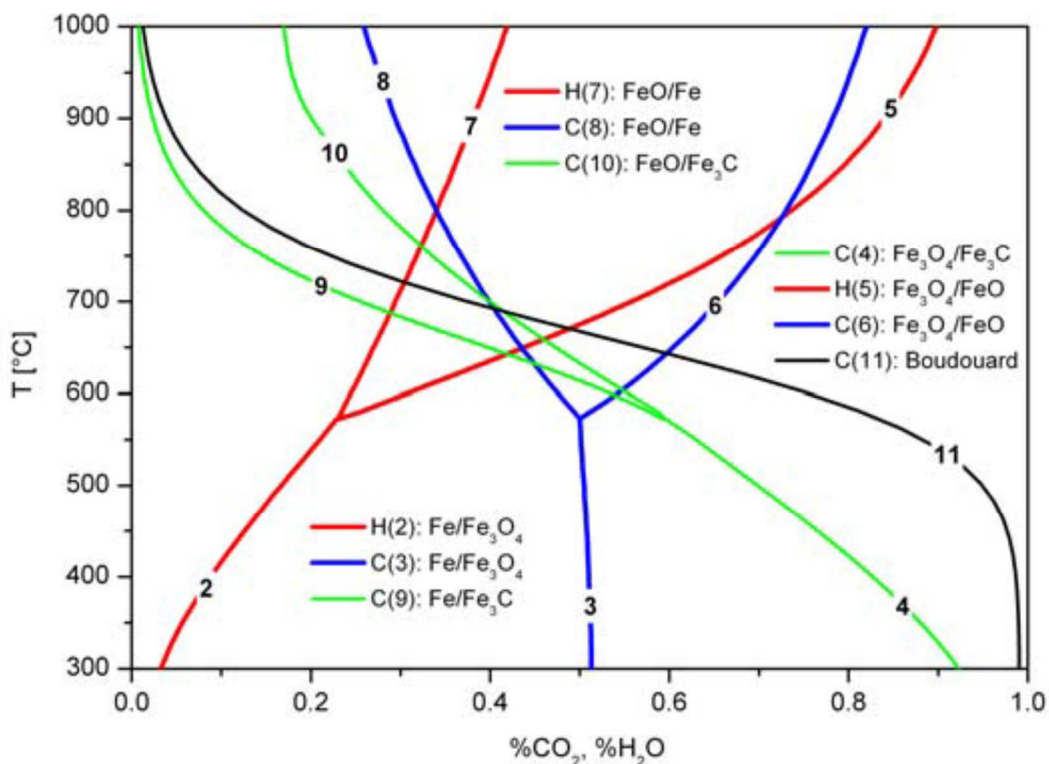


Figura 3.4 – Diagrama de equilíbrio Baur-Glaessner dos óxidos de ferro com sistema H₂/H₂O e CO/CO₂ (Němec, 2010).

Os mecanismos da redução dos minérios de ferro consistem na interação entre os gases redutores e as partículas dos minérios, sendo que a difusão dos gases nas partículas ocorre através dos macro e micro poros. As reações que representam esta redução podem ser visualizadas conforme reações 3.2.4 e 3.2.5.



Na interface óxido-gás na superfície do minério ocorre a reação química, sendo que primeiramente ocorre a adsorção do gás redutor, seguido da retirada do oxigênio do reticulado cristalino, nucleação e crescimento dos produtos da reação: magnetita, wustita ou ferro metálico. A representação esquemática deste processo pode ser vista na figura 3.5.

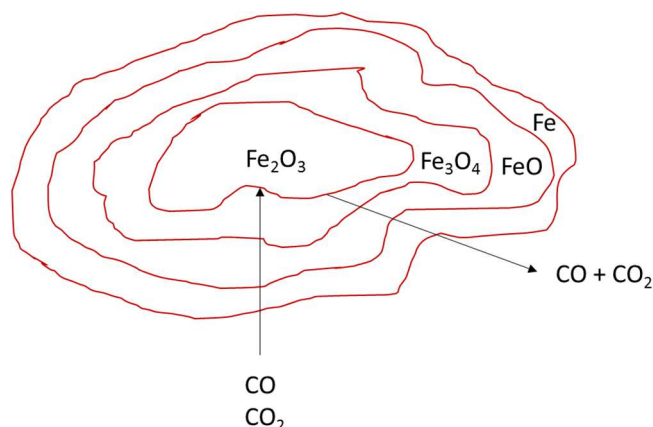
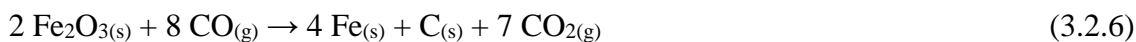


Figura 3.5 – Representação esquemática da redução minério de ferro (adaptado de Castro, 2009).

As reações de redução no interior do alto-forno ocorrem de forma gradativa à medida que determinadas temperaturas são atingidas. A 470°C uma parte da hematita é reduzida, depositando-se carbono, segundo reação 3.2.6.



A 550°C, parte do sesquióxido de ferro é reduzido à Fe_3O_4 , conforme a reação 3.2.7.



A cerca de 620°C, uma fração do Fe_3O_4 será reduzido à óxido ferroso, segundo a reação 3.2.8.



Entre as temperaturas de 620°C e 800°C, ferro metálico é formado conforme a reação 3.2.9.



A 870°C, o gás recupera seu poder redutor através da redução do CO₂ pelo carbono de acordo com a reação 3.2.2.

Toda água combinada reage com o carbono decompondo-se, conforme reação 3.2.10.



Acima de 1070°C, as reduções dos óxidos restantes são concluídas pelo carbono.



A 1550°C começa a zona de combustão onde o oxigênio e vapor de água do ar soprado combinam-se com o carbono do redutor para formar hidrogênio e óxido de carbono. Estes gases deixam a zona de combustão na temperatura de chama e ascendem no alto-forno transferindo parte do seu calor aos sólidos presentes nessa região e realizando as reações de redução descritas acima, deixando o topo do forno com temperaturas da ordem de 150°C (Araújo, 2005).

Devido à série de reações químicas que ocorrem no interior do alto-forno, existe uma necessidade de energia em diferentes intensidades ao longo dos níveis em que estas reações ocorrem. O perfil de temperatura dentro do alto-forno vem sendo estudado há vários anos, e os resultados obtidos de medidas de temperatura e análises dos gases permitiram realizar conclusões importantes sobre o processo. A figura 3.6 mostra um perfil típico de temperatura ao longo da altura do alto-forno, onde a curva tracejada de número 2, representa o caminho realizado pelos gases desde o momento que deixa a zona de combustão até chegada ao topo do forno. A curva sólida de número 1 representa o caminho dos sólidos desde do topo até a chegada ao nível das ventaneiras.

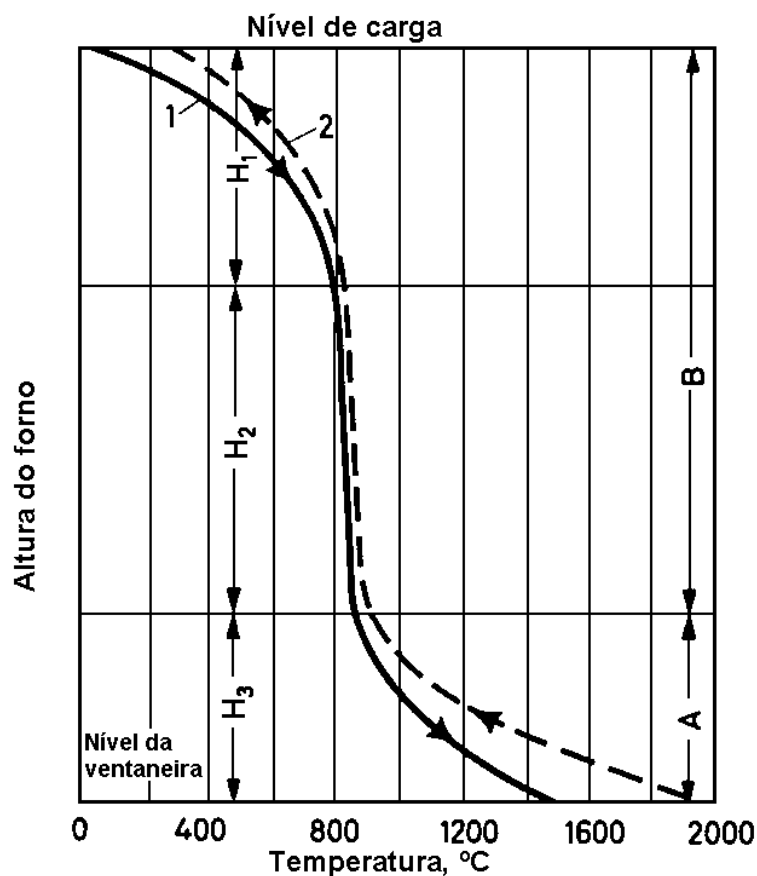


Figura 3.6 – Esquema do perfil de temperaturas dos gases e sólidos de um alto-forno (Castro, 2009).

Através deste perfil de temperaturas, podemos destacar a formação de três regiões distintas dentro do alto-forno:

H₁: parte superior do AF onde as matérias-primas carregadas são pré-aquecidas e secas;

H₂: parte intermediária do AF onde praticamente não ocorrem trocas térmicas;

H₃: parte inferior do AF onde ocorre toda a fusão da carga.

Nas regiões de H₁ e H₂, existem poucas trocas térmicas, sendo que a região de H₂, é conhecida como zona de reserva térmica. A temperatura e o volume desta região podem variar de acordo com o posicionamento da zona de amolecimento e fusão do alto-forno e a reatividade do redutor empregado, sendo que para altos-fornos a coque esta temperatura varia entre 900°C e 1000°C, e para altos-fornos a carvão vegetal, esta temperatura varia

entre 600°C e 850°C. Na região inferior de H₃, ocorrem as reduções do minério através do carbono, por isso esta região é altamente endotérmica e sua formação só se inicia após temperatura da zona de reserva térmica ser atingida. O regime de trocas térmicas no alto-forno, aliados às condições físico-químicas, permitem a divisão do alto-forno em duas zonas: zona de preparação, que englobam as regiões de H₁ e H₂, e zona de elaboração, constituída pela região de H₃ (Castro, 2009).

Basicamente, a zona de preparação e a zona de elaboração possuem características tão distintas que podemos considerar que são dois reatores diferentes: na zona de preparação o carbono não reage e mantém-se inerte, enquanto na zona de elaboração o carbono reage com CO₂ e com oxigênio do ar e se incorpora ao ferro-gusa. A figura 3.7 mostra um esquema das zonas de preparação e elaboração de um alto-forno a carvão vegetal.

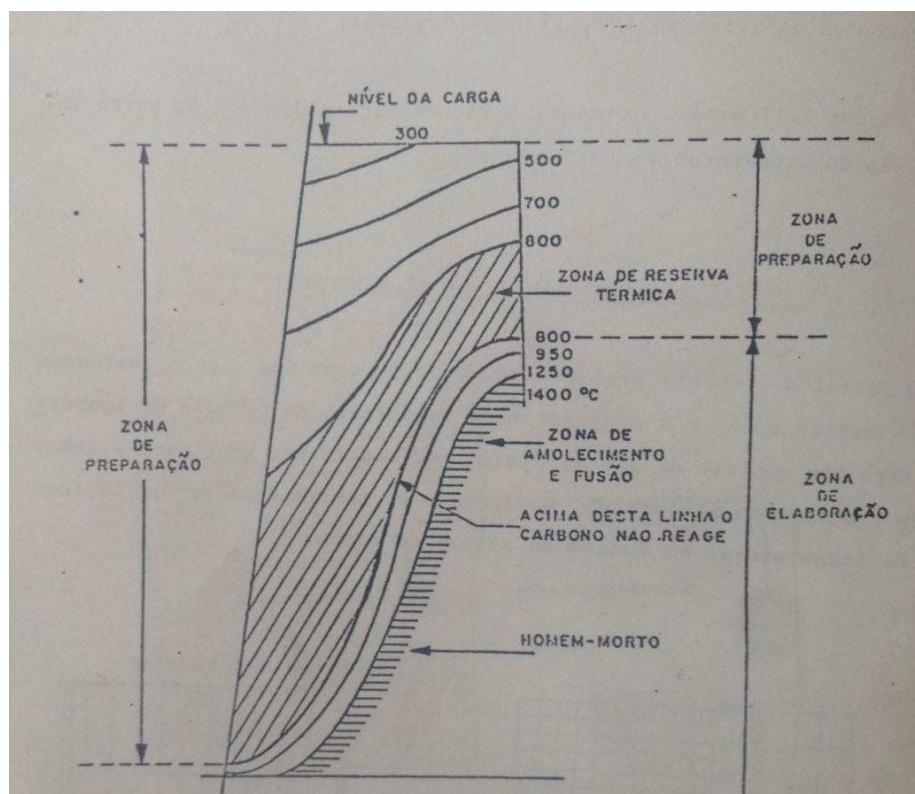


Figura 3.7 – Esquema das zonas de elaboração e preparação (Castro, 2009).

Para garantir um bom aproveitamento dos gases redutores na zona de preparação do alto-forno, é fundamental que o contato gás-sólido seja o mais eficiente possível e que a carga

metálica seja de qualidade. Para garantir um bom contato gás-sólido, é essencial a distribuição de cargas e uma operação com manutenção do nível de carga dentro do reator, ou seja, sem a ocorrência de distúrbios gasosos ou descida irregular da carga (arreamentos e engaiolamentos de carga). A permeabilidade da carga é fator primordial para evitar tais distúrbios e garantir o fluxo gasoso, sendo determinada pela quantidade de vazios. A quantidade de finos afeta diretamente a quantidade de vazios da carga, como mostra a figura 3.8, onde V_g , significa volume da partícula grande e V_p volume da partícula pequena.

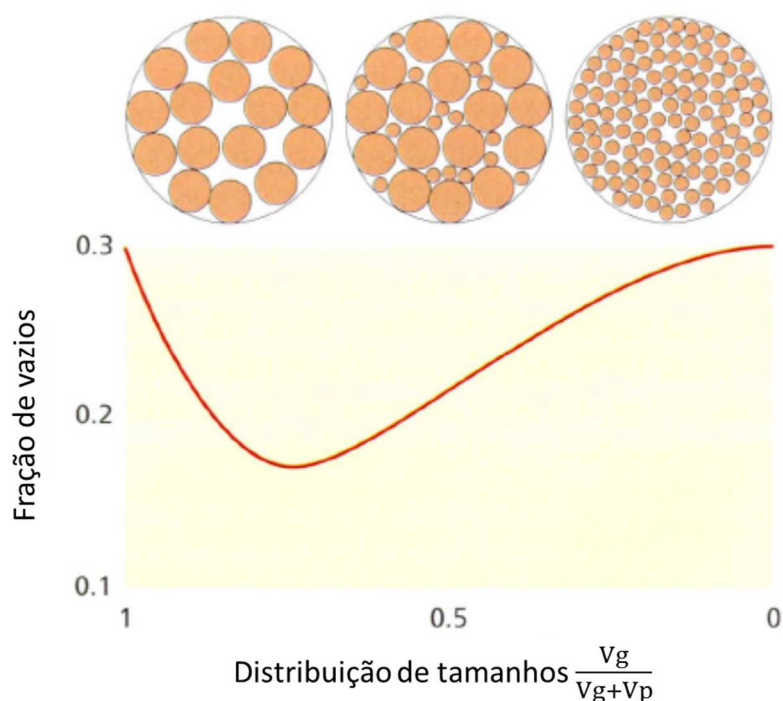


Figura 3.8 – Relação entre fração de vazios e distribuição de tamanho da carga (adaptado de Geerdes, 2009).

A fração de vazios é calculada através do percentual de volume entre as partículas do leito, com relação ao volume total do próprio leito. Caso haja quantidade de finos elevada na carga, a fração de vazios será reduzida afetando o fluxo gasoso através da carga. Existem basicamente duas fontes de finos para a carga: os finos que são carregados na carga devido a uma deficiência no peneiramento das matérias-primas e os finos que são gerados no processo. No caso do minério de ferro, a ocorrência de degradação durante o

processo é bastante comum, fazendo com que estudos nesta área tenham determinada relevância para garantir boas propriedades de redução-degradação destes materiais.

3.3. Minério de ferro

O Brasil é conhecido por possuir uma grande reserva de minério de ferro com elevados teores, localizada no Quadrilátero Ferrífero. A figura 3.9 apresenta a localização do Quadrilátero Ferrífero.

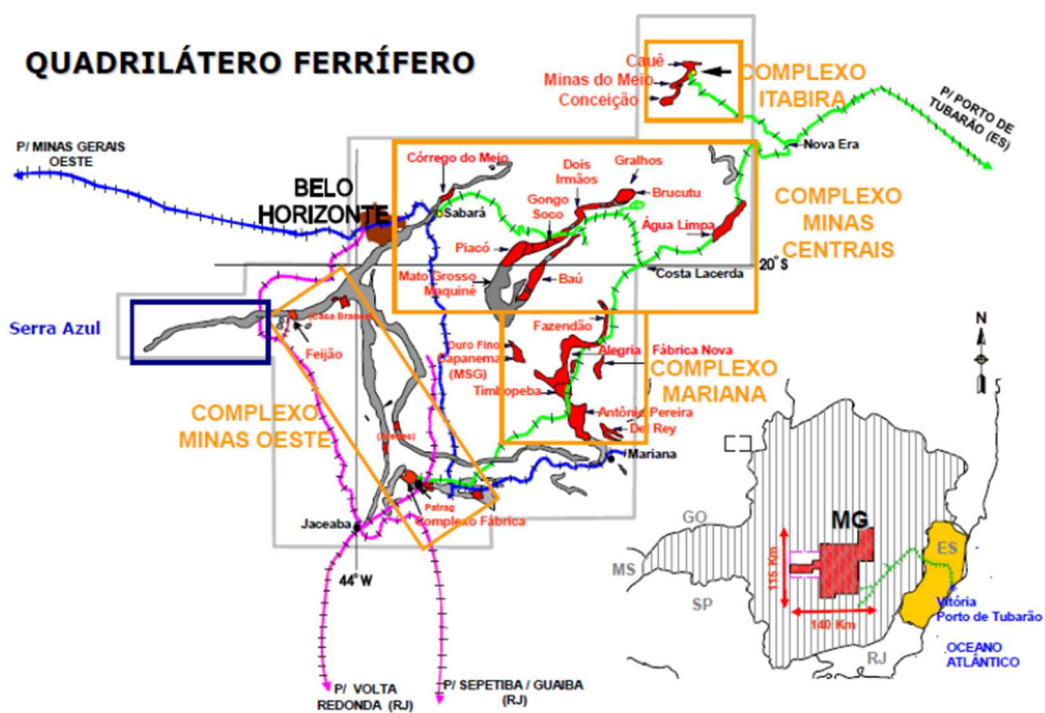


Figura 3.9 – Localização do Quadrilátero Ferrífero (Kaneko, 2016).

Uma formação ferrífera é uma designação própria para um corpo de rochas metamórficas que contém minerais compostos por ferro. O ferro pode estar presente em diferentes tipos de minerais. Os principais minerais que o contém são mostrados na Tabela III.1 com seus respectivos teores teóricos de ferro.

No quadrilátero ferrífero, a formação é composta por um tipo de rocha metamórfica, denominada por itabirito, que é composta por quartzo e hematita. Basicamente dois tipos de minérios são extraídos atualmente do quadrilátero ferrífero: minérios com elevado teor de ferro ou hematíticos, e minérios quartzosos ou itabiríticos (Santos, 2009). Estes minérios são classificados de acordo com o conteúdo mineral e a textura. Algumas características também podem distinguir estes compostos, dentre elas estão:

- Composição mineralógica;
- Tamanho de grão dos óxidos de ferro;
- Textura;
- Estrutura cristalina;
- Porosidade.

Tabela III.1 – Principais minerais portadores de ferro.

| Mineral | Fórmula Química | % Ferro Teórico |
|----------------|----------------------------------------------------|------------------------|
| Magnetita | Fe_3O_4 | 72,4 |
| Hematita | Fe_2O_3 | 69,9 |
| Goethita | $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ | 62,9 |
| Limonita | $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ | 59,8 |
| Ilmenita | FeTiO_3 | 36,8 |
| Siderita | FeCO_3 | 48,2 |
| Pirita | FeS_2 | 46,5 |
| Pirrotita | $\text{Fe}_{(1-x)}\text{S}$ | 61,0 |

Fonte: Adaptado de: www.rc.unesp.br/museudpm/banco/grm.html. Acesso em: nov/2015

O minério de elevado teor é denominado pelo mineral que o constitui, hematita, sendo reconhecido pela ausência generalizada de quartzo visível a olho nu e com teores de ferro superiores à 64%. Estes minérios são produtos de metamorfismos da rocha de itabirito. Este metamorfismo pode localmente solubilizar e remover o quartzo, produzindo hematita pura. Eles podem ser encontrados com as seguintes características de texturas: (i) minério compacto, apresenta-se maciço; (ii) minério pulverulento apresenta-se foliado, lineado ou granular; (iii) minério composto por hematita de granulometria fina.

O minério quartzoso ou itabirítico, é um produto de alteração devido ao intemperismo da rocha denominada itabirito. O intemperismo é um processo que atua tanto mais

internamente quanto mais próximo à superfície topográfica. Produz não só a liberação dos grãos ou agregados de hematita existentes na rocha, como também o aumento dos teores de ferro, visto que é um processo de solubilização preferencial do quartzo. Do ponto de vista de textura, esse tipo de minério pode ser compacto, friável ou pulverulento, dependendo da intensidade de atuação dos processos superficiais de decomposição (Fernandes, 2003). A figura 3.10 mostra as diferenças a olho nu na mina entre minérios itabiríticos e hematíticos.

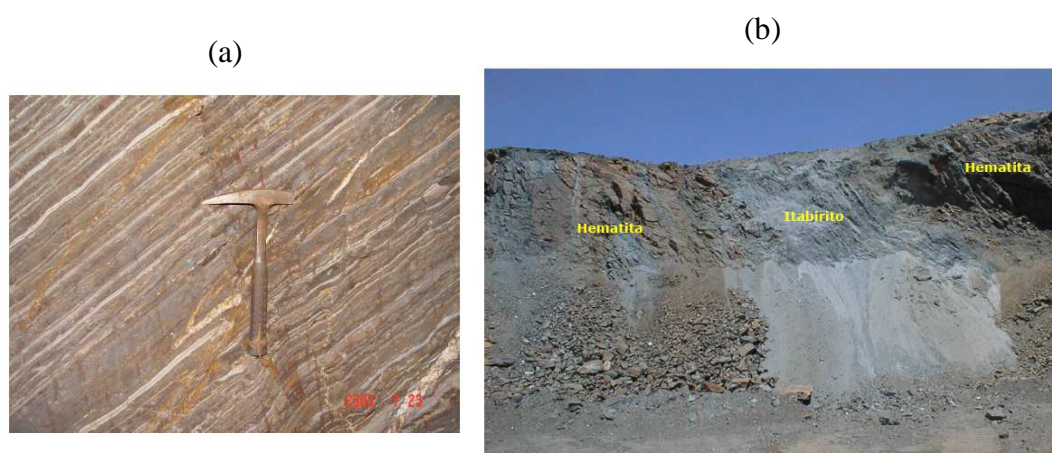


Figura 3.10 – Diferença entre minérios itabiríticos e hematíticos, (a) rocha de itabirito bandada, (b) rocha de itabirito e hematita (Kaneko, 2016).

Basicamente estas são as duas classificações dos minérios do quadrilátero ferrífero: os itabiríticos e os de alto teor, compostos por hematita. Os minérios goethíticos e magnetíticos aparecem em menores proporções. Os itabiritos apresentam alternância de bandas de espessura milimétrica a centimétrica, constituídas por óxidos de ferro e minerais transparentes (micro e mesobandas). Pode-se distinguir três tipos principais baseados na composição dos minerais transparentes:

- Itabirito normal (ou comum): constituídos de bandas ricas em SiO_2 e óxidos de ferro.
- Itabirito dolomítico: constituídos de bandas ricas em carbonatos e óxidos de ferro.
- Itabirito anfibolítico: compostos de bandas de anfibólios e óxidos de ferro.

Os minérios de alto teor são quimicamente mais homogêneos e constituídos quase inteiramente de óxidos de ferro. Os teores podem atingir valores superiores a 64%. Eles podem ser mesoscopicamente classificados como minérios compactos, apresentando-se de forma maciça, bandada à laminada, foliados ou lineados; ou como minérios pulverulentos, apresentando-se de forma foliado, lineado ou granular. (Rosière, 1993). A tabela III.2 apresenta a composição mineralógica dos diferentes tipos de minérios encontrados no Quadrilátero Ferrífero.

Tabela III.2 – Composição mineralógica dos tipos de minérios (Rosière, 1993).

| Tipos de minério | Componentes Principais | | Componentes Acessórios ** |
|------------------------|------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Itabirito comum | bandas claras | Quartzo | hematita, clorita, sericita, dolomita, pirofilita, óxidos de Mn |
| | bandas escuras | óxidos de Fe* | sericita, quartzo e óxidos de Mn |
| Itabirito dolomítico | bandas claras | Dolomita | quartzo, óxidos de Fe*, pirofilita, talco, óxidos de Mn |
| | bandas escuras | óxidos de Fe* | quartzo, dolomita, óxidos de Mn* |
| Itabirito anfibolítico | bandas claras | tremolita/actinolita, hornblenda, grunerita | quartzo, dolomita, óxidos de Fe* |
| | bandas escuras | óxidos de Fe* | quartzo, dolomita, anfibólios |
| Minério de alto teor | Hematita | | magnetita, quartzo, pirofilita |

*Hematita é o mineral dominante, magnetita aparece subordinadamente.

**Fosfatos de ferro podem ocorrer em todos os tipos. Sulfetos estão ocasionalmente presentes.

A figura 3.11 mostra as diferenças entre alguns dos tipos de minérios citados na tabela III.2 (ID - itabirito dolomítico, HC - hematita compacta, IA - itabirito anfibolítico, IC - itabirito comum).



Figura 3.11– Diferenças entre minérios Quadrilátero Ferrífero (Kaneko, 2016).

3.3.1. Mineralogia dos minérios de ferro

Um mineral é definido como qualquer substância inorgânica na natureza com estrutura homogênea e propriedades químicas e físicas bem definidas. De acordo com as propriedades químicas os minerais podem ser divididos em oito grandes grupos, de acordo com o ânion dominante. Esta classificação pode ser visualizada na tabela III.3.

Tabela III.3 – Classificação química dos minerais (adaptado de Dana, 1984).

| Classe | Ânion dominante |
|---------------------|-----------------------------------------|
| Elemento Nativo | Nenhum |
| Sulfuretos | S^{2-} |
| Óxidos e hidróxidos | O^{2-} , OH^{-} |
| Halóides | Cl^{-} , F^{-} , Br^{-} , I^{-} |
| Carbonatos | CO_3^{-} |
| Sulfatos | SO_4^{2-} |
| Fosfatos | PO_4^{3-} |
| Silicatos | SiO_4^{4-} |

De acordo com as propriedades físicas, os minerais podem ser classificados através das características: cor, brilho, traço, dureza, clivagem e densidade. Os principais minerais portadores de ferro, pertencem ao grupo dos óxidos e hidróxidos, são eles: a hematita, a magnetita e ghoetita. Abaixo segue uma breve descrição sobre cada um deles (Dana, 1984).

Hematita: em termos de utilização, é o mineral de ferro mais importante. Em termos químicos é considerado como Fe_2O_3 puro, com 69,94% de ferro e 30,06% de oxigênio. Cristalografia no sistema hexagonal. Clivagem em duas direções com ângulos quase cúbicos. Dureza entre 5,5 a 5,6 na escala mohs. Peso específico de 5,26 g/cm^3 . Brilho metálico nos cristais e opaco nas variedades terrosas. Cor castanho avermelhado a preta. Traço vermelho. Paramagnético. Aparência translúcido a opaco.

Magnetita: é um espinel (óxido duplo) e está presente em muitas formações ferríferas. Em termos químicos é considerado como Fe_3O_4 puro, com 72,4% de ferro e 27,6% de oxigênio. Cristalografia no sistema isométrico. Clivagem octaédrica em alguns cristais. Dureza 6,0 na escala mohs. Peso específico 5,20 g/cm^3 . Brilho metálico. Cor preta. Traço preto. Ferromagnético. Aparência opaca.

Goethita: formado a partir de condições de oxidação, como produto do intemperismo de minerais portadores de ferro. Em termos químicos contém 62,9% de ferro, 27,0% de oxigênio e 10,1% de água. Cristalografia no sistema ortorrômbico. Clivagem perfeita em uma direção. Dureza de 5,0 a 5,6 na escala mohs. Peso específico 4,40 g/cm^3 . Brilho adamantino a opaco. Cor castanho amarelado. Traço castanho amarelado. Paramagnético.

A figura 3.12 ilustra a identificação mineralógica da hematita, magnetita e goethita com aumento de 100 vezes.

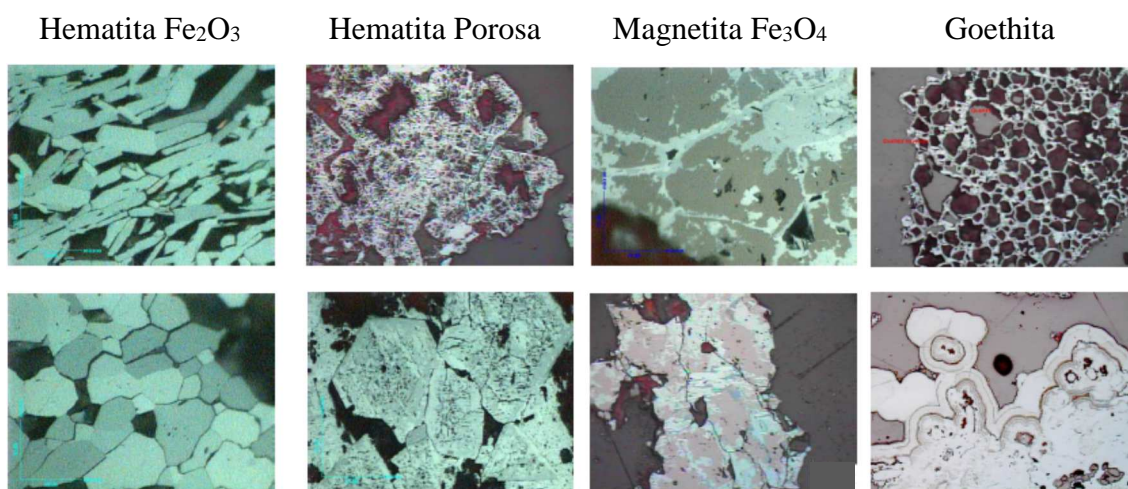


Figura 3.12 – Mineralogia dos minérios de ferro (Kaneko, 2016).

3.3.2. As Propriedades dos minérios de ferro e impactos nos altos-fornos

Os minérios de ferro, podem possuir diferentes características, que são avaliadas em termos de propriedades químicas, físicas e metalúrgicas. A composição química permite determinar através de balanço de massa, a quantidade de fundentes a ser utilizada para garantir a composição química ideal da escória que será gerada. As propriedades físicas nos fornecem uma indicação do comportamento deste material durante seu manuseio e descida dentro do Alto-Forno. Já as propriedades metalúrgicas, por outro lado, indicam o comportamento deste material durante o processo de redução. As especificações são estabelecidas em função do comportamento que o minério deve apresentar. Para transporte e manuseio: resistência mecânica, para zona granular do alto-forno: distribuição granulométrica adequada, baixa crepitação, baixo RDI e elevada redutibilidade; zona inferior do alto-forno: faixa estreita de temperatura de amolecimento e fusão e análise química favorável (Neto, 2001). A figura 3.13 exemplifica as propriedades solicitadas por região no alto-forno.

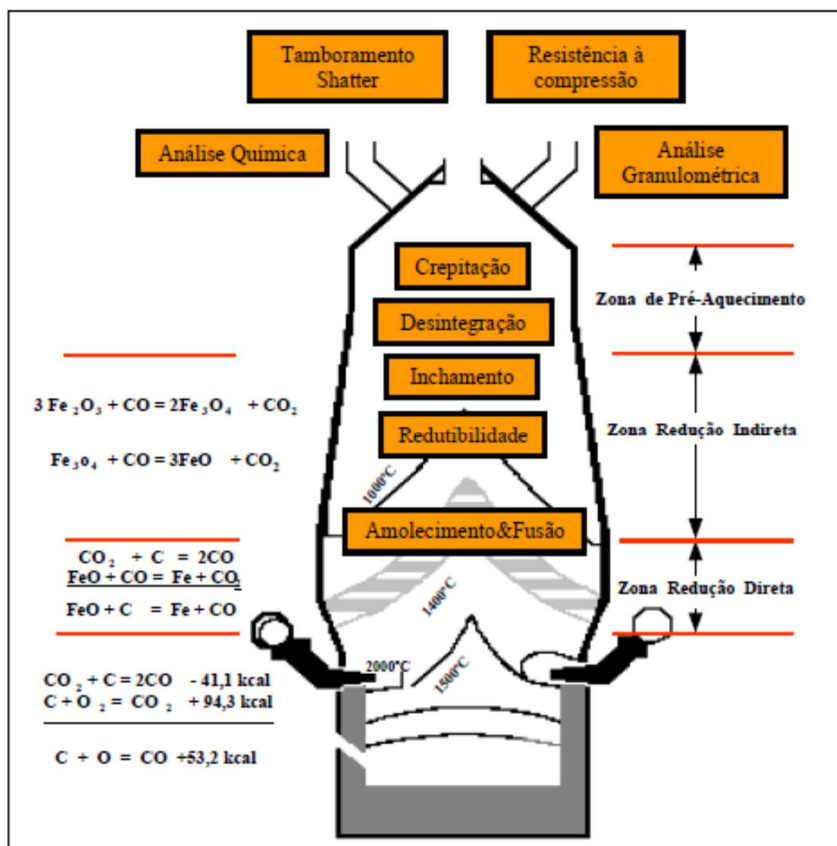


Figura 3.13 – Propriedades dos minérios no alto-forno (Neto, 2001).

Para avaliação do desempenho operacional de um Alto-Forno, faz-se necessário o conhecimento destas propriedades e o entendimento de como afetam a performance do reator, algumas delas são:

- Propriedades Físicas:

- Resistência ao impacto (*shatter test*)
- Resistência à abrasão (*tumbler test*)
- Distribuição granulométrica
- % Finos

- Propriedades Metalúrgicas:

- Índice de redutibilidade (IR)
- Índice de crepitação (IC)
- Índice de degradação sob redução (RDI)

d) Temperatura de início de amolecimento e final de fusão

Muwanguzi et al. (2012) realizaram testes para caracterização de minérios de ferro quanto às propriedades químicas, microestrutural, físicas e metalúrgicas para seis tipos de minérios da mina de Muko, na região de Uganda, com intuito de avaliar possibilidade de utilização destes minérios em diferentes rotas de produção de ferro. Entre as seis amostras foram observadas poucas variações em sua composição química. As amostras Ug1 à Ug5 apresentaram % de Fe com valores acima de 67%, somente a amostra Ug6 apresentou % de Fe em torno de 60%. Foram avaliadas diferenças significativas em suas microestruturas em termos de tamanho de grão, textura e distribuição de inclusões na matriz de hematita. A amostra Ug1 apresentou estrutura granular fina (10 a 40 μm). A amostra Ug2 apresentou a maioria dos grãos de hematita com tamanho entre 10 a 90 μm , com inclusões e estrutura cristalina fina. As amostras Ug3 e Ug4, apresentaram uma matriz cinza de hematita quase pura (baixo número de impurezas). As amostras Ug5 e Ug6 apresentaram maior irregularidade no tamanho dos grãos (de 30 a 350 μm e > 500 μm). As propriedades físicas apresentaram elevados valores para as seis amostras (*shatter test* de 0.5~2.0%; *tumbler test* de 85~93%; índice de abrasão de 0.5~3.4%). Os valores encontrados foram maiores que os valores mínimos para aplicação nas diferentes rotas de produção de ferro. Análises térmicas indicam efeitos endotérmicos e exotérmicos, devido à transformação de fases de γ -hematita para α -hematita e remoção de água de hidratação, durante aquecimento. As amostras Ug1 a Ug5 apresentaram na faixa de temperatura de 365°C a 632°C, absorção de energia devido transformação de fase (de 454 a 1076 J/g). Um efeito exotérmico foi observado na faixa de temperatura de 1267°C a 1361°C, onde foram observados liberação de energia para todas as amostras (de 154 a 188 J/g), correlacionado com a decomposição de hematita para magnetita. O teste de redutibilidade foi aplicado somente na amostra Ug6, que apresentou menor índice de qualidade em comparação com as outras amostras. Foram avaliados a taxa de redutibilidade e o grau de redutibilidade da amostra. Os valores encontrados de taxa de redutibilidade foi de 0,868%/min e grau de redutibilidade foi de 91.28%, sendo valores próximo aos de referência para utilização de minérios em altos-fornos (de 0.5 a 1.0%/min). Como a amostra Ug6 apresentou menores parâmetros de qualidade, assumiu-

se que as amostras de Ug1 a Ug5 apresentariam parâmetros de redutibilidade ainda melhores.

A redutibilidade de um minério de ferro pode variar com aspectos que influenciaram sua formação morfológica até a forma estrutural como este se apresenta. Varajão et al. (2002) estudaram a correlação entre a porosidade de um minério e sua redutibilidade, onde observaram que a porosidade pode atingir até 30% em minérios friáveis. Para hematita compacta, os valores encontrados foram de 2% a 11%. Foram observados que para amostras de minérios de hematita compacta bandados, existe uma correlação entre porosidade e redutibilidade, sendo que para valores de porosidade da ordem de 2,5%, as amostras apresentaram baixa redutibilidade. Já para as amostras com porosidade da ordem de 10%, foram observados valores mais elevados de redutibilidade. Ainda foram observados que variações texturais afetam a redutibilidade, onde minérios de hematita compacta não bandados apresentam excelentes valores de redutibilidade (96% a 97%), apesar da baixa porosidade (< 2.5%). A figura 3.14 mostra a correlação entre porosidade e redutibilidade para minérios de hematita compacta bandados e a baixa correlação entre porosidade e redutibilidade para minérios de hematita compacta não bandados.

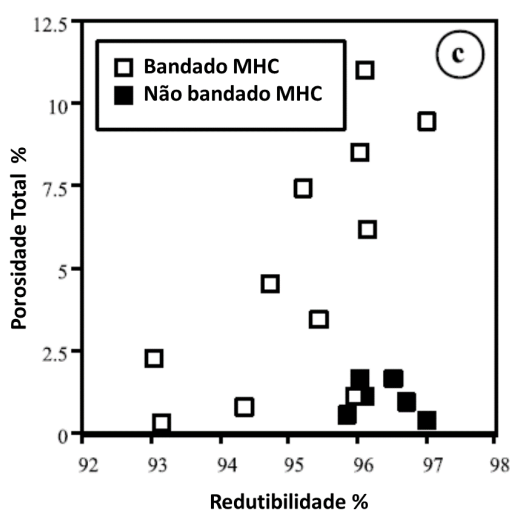


Figura 3.14 – Correlação entre porosidade e redutibilidade (Varajão, et al. 2002).

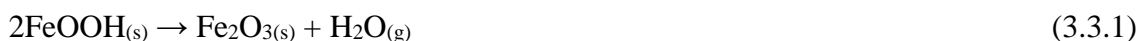
A porosidade dos minérios pode ser avaliada por diferentes métodos, sendo o mais convencional o método gravimétrico, onde é avaliado a variação de peso de uma amostra

quando esta é colocada em contato com um líquido. Esta variação ocorre devido à absorção do líquido pelos poros pela amostra quando em contato com o líquido. Beer (2004) avaliou a utilização de técnicas de radiografia de nêutrons para medição de porosidade de rochas, como por exemplo, minérios, e comparou a eficiência desta medição com o método gravimétrico. Para minérios, esta tecnologia pode ser utilizada para determinação de porosidade com boa aproximação com método convencional. Outros métodos para avaliação da porosidade ainda foram avaliados, como por exemplo: adsorção de nitrogênio (Pena, 2008), se mostrando também igualmente adequados para esta caracterização.

3.3.3. Secagem e propriedades metalúrgicas de minérios de ferro

Neves (2015) avaliou a importância do uso de pré-secagem de minérios através da utilização do gás de topo na permeabilidade da carga de um alto-forno, analisando a variação do índice de crepitação em dois períodos distintos: primeiramente o equipamento de secagem estava ativado e posteriormente o equipamento de secagem estava desativado. Durante os períodos avaliados, constatou-se uma redução significativa nos índices de crepitação dos dois minérios avaliados durante o período em que o equipamento de secagem estava ativado, visto que parte da crepitação dos minérios ocorreram durante o processo de secagem. Foram concluídos que há ganhos em produtividade, quando se mantém operando o sistema de secagem dos minérios, justificando possíveis investimentos em sistemas de pré-secagem.

Strezov et al. (2011) investigaram os mecanismos e fatores que influenciam a deterioração das partículas de minério de ferro durante o processo de aquecimento. Para amostra de goethita foi observado mudanças físicas pronunciadas enquanto para amostra de hematita as alterações da amostra foram insignificantes. O maior contribuinte para deterioração das partículas de goethita foi a evolução de água através da decomposição de hidroxila de ligação conforme reação 3.3.1.



A propagação de trincas sobre a superfície pode agir como precursor do mecanismo de degradação. Na figura 3.15 pode-se visualizar de forma esquemática o mecanismo de degradação da partícula de minério de ferro após aquecimento.



Figura 3.15 – Modelo de degradação da partícula de minério após aquecimento (adaptado Strezov et al., 2013).

O modelo proposto de deterioração foi confirmado através da análise de partículas de minérios goethíticos antes e após aquecimento entre temperaturas de 200°C e 400°C, conforme figura 3.16.

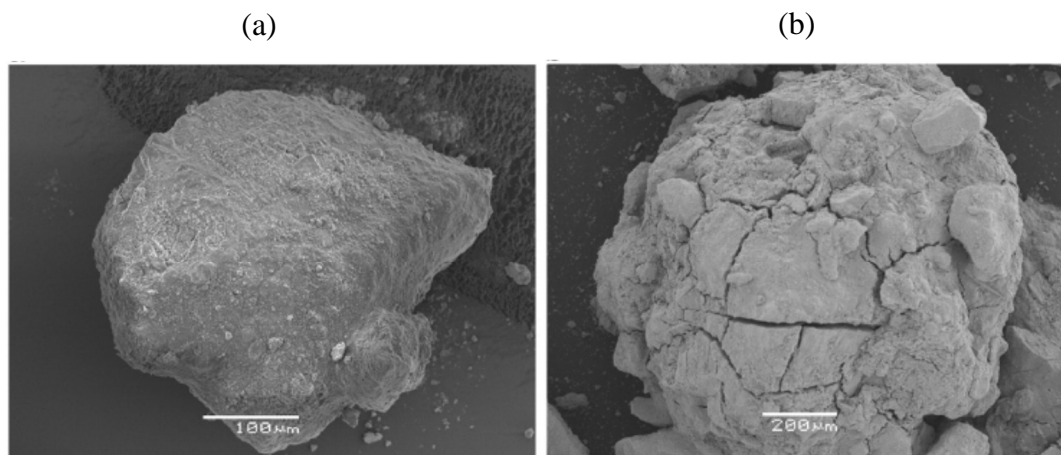


Figura 3.16 – Partícula de minério goethítico antes (a) e depois (b) de aquecimento (Strezov et al., 2011).

Muwanguzi et al., (2014) avaliaram os efeitos de diferentes fatores na degradação sob redução e redutibilidade de uma amostra de minério e a correlação entre eles. De acordo com o autor, a desintegração, a crepitação e a degradação térmica ocorrem durante a redução da hematita entre temperaturas de 300°C e 700°C. A crepitação ocorre entre

temperaturas de 300°C à 480°C durante evolução da água combinada, enquanto a degradação sob redução ocorre em temperaturas acima de 480°C, e pode ser explicada devido à expansão de volume de aproximadamente de 25% que ocorre devido à transformação da hematita para magnetita durante a redução. Os fatores avaliados pelo autor foram: temperatura (500°C e 600°C), composição do gás de redução (0-60 vol.% H₂ e 100-40 vol.% CO), peso original da amostra (> 5g e < 5g) e localização da amostra na altura do forno de reação (topo, centro e inferior). Não foram observadas dependência entre degradação e redutibilidade com a composição do gás. A posição da amostra dentro do forno se mostrou influente em degradação, sendo que amostras posicionadas no topo do forno apresentaram maiores índices de degradação. Verificou-se uma correlação forte entre degradação sob redução e redutibilidade, que é explicada pelo mecanismo de formação de trincas na superfície que influenciam tanto o início da degradação, quanto a redutibilidade da partícula.

Murakami et al. (2012), avaliaram o efeito da concentração de H₂O no gás redutor durante avaliação do grau de redutibilidade e do índice de degradação sob redução de uma amostra de sinter *feed*. Foi observado que à medida que se eleva a concentração de H₂O no gás redutor, não foram notadas variações no grau de redutibilidade, ao passo que um aumento na concentração de H₂O causou um decréscimo nos valores encontrados para índice de degradação, como pode ser observado na figura 3.17.

Van der Vyver et al. (2009), avaliaram a desintegração de quatro tipos de minério de ferro sob diferentes condições de redução. Foram observados que o aumento do percentual de hidrogênio no gás redutor (>5%), aumenta a ocorrência de desintegração em temperaturas elevadas. A desintegração diminui em temperaturas mais elevadas (>750°C). Não foram observadas correlações entre a quantidade e a distribuição da ganga na geração de finos devido desintegração durante processo de redução.

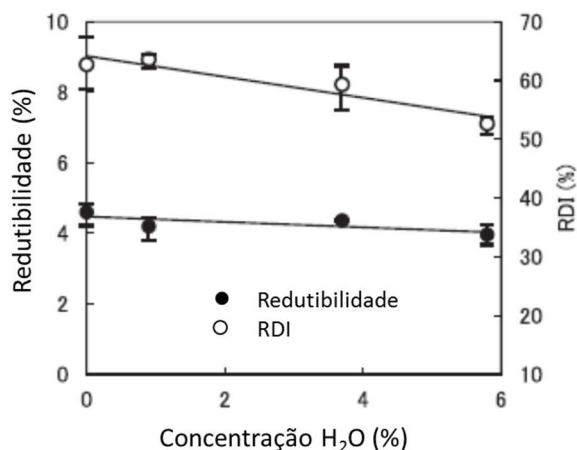


Figura 3.17 – Efeito da concentração de H₂O na redutibilidade e RDI (adaptado de Murakami et al., 2012).

3.3.4. Normas técnicas para minério de ferro

Para realização de testes e ensaios nos minérios de ferro, as normas técnicas fornecem um suporte de forma a padronizar a forma como estes são realizados. Abaixo está uma breve descrição das normas utilizadas para realização dos ensaios.

3.3.4.1. Procedimentos de amostragem e preparação de amostra

De acordo com a norma técnica ISO 3082 (2011), o requisito básico para um esquema de amostragem correto é que todas as partes do minério no lote tenham a mesma oportunidade de serem selecionadas e tornarem parte de uma amostra global para análise.

Para formação da amostra global, é necessário a coleta de uma série de incrementos. O número mínimo de incrementos é calculado em função da precisão da amostragem que se deseja para amostra global. De acordo com a norma, pode-se utilizar valores tabelados para definição do número de incrementos.

3.3.4.2. Determinação de redutibilidade pelo índice do grau de redução final

De acordo com a norma técnica ISO 7215 (2009), a redutibilidade é uma medida relativa para avaliação da extensão na qual o oxigênio pode ser removido de minérios de ferro quando reduzidos sob condições semelhantes às aquelas que prevalecem na zona de redução do alto-forno. As condições do ensaio: a porção do ensaio é reduzida isotermicamente em um leito fixo a 900°C, utilizando um gás redutor constituído por CO e N₂ (30% e 70% respectivamente), durante 180 minutos. O grau de redução da amostra é calculado a partir da perda de massa de oxigênio ao término do ensaio.

O cálculo do grau de redução final (R_{180}), expresso em percentagem é calculado a partir da equação 3.3.2:

$$R_{180} = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_0 \times (0,430w_2 - 0,111w_1)} \right] \times 10^4 \quad (3.3.2)$$

Onde w_1 é o teor de óxido de ferro, w_2 é o teor de ferro total da amostra. A massa da porção de ensaio é representada por m_1 , e m_2 representa a massa da porção ao término do ensaio.

3.3.4.3. Determinação do índice de crepitação

De acordo com a norma técnica ISO 8371 (2009), o índice de crepitação é uma medida da resistência do minério de ferro à geração de finos quando este é submetido a um choque térmico. As condições de realização do ensaio: uma amostra é aquecida em forno tipo mufla a 700°C durante 30 minutos. O índice de crepitação da amostra é calculado a partir do percentual de finos passante em 6,30mm.

Para realização do ensaio é preparada uma amostra de aproximadamente 500g. Esta passa por um processo de secagem em temperaturas na faixa de 105°C durante um período de 12 horas. Após este período é realizada a separação dos finos de aderência e amostra é submetida as mesmas condições anteriores por mais 12 horas. Após encerrado processo de secagem, é realizado o registro da massa (m_2) da amostra, que é levada a mufla a 700°C

por 30 minutos. A amostra é submetida a um peneiramento em malha de 6,30mm e é registrada a massa (m_1) do material passante. O cálculo do índice de crepitação é expresso em termos percentuais e calculado a partir da equação 3.3.3:

$$I_{-6,30mm} = 100 \frac{m_1^{(6,30)}}{m_2^{(6,30)}} \quad (3.3.3)$$

3.3.4.4. Determinação dos índices de desintegração sob redução a baixa temperatura pelo método estático

A norma técnica ISO 4696-2, descreve a degradação sob redução como uma medida relativa do grau de desintegração da partícula de minério de ferro quando reduzida em condições semelhantes às que prevalecem na zona de redução de um alto-forno. As condições de realização do ensaio: a amostra de ensaio é reduzida isotermicamente em um leito fixo a 550°C utilizando um gás redutor constituído de CO e N₂ (30% e 70% respectivamente) durante 30 minutos. A amostra de ensaio reduzida é tamborada por 900 revoluções e então peneirada em peneira de malha quadrada de abertura de 2,80mm. O índice de desintegração sob redução do minério (RDI) é calculado como a percentagem em massa de material passante em 2,80mm.

O índice de desintegração, RDI-2-2,8, expresso em percentagem em massa, é calculado a partir da equação 3.3.4, onde m_1 representa a massa retida na peneira de 2,80mm após peneiramento e m_0 representa a massa da amostra após ensaio.

$$RDI - 2_{-2,8mm} = 100 - \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (3.3.4)$$

4. Metodologia

O presente trabalho foi realizado conforme quatro etapas principais:

- (i) Amostragem dos minérios de ferro;
- (ii) Caracterização química, física e mineralógica das amostras;
- (iii) Realização dos ensaios de secagem das amostras;
- (iv) Medição das propriedades metalúrgicas.

Para escolha dos minérios de ferro para realização dos testes utilizou-se da premissa de que seria necessário realizar os ensaios em minérios com maior utilização na carga metálica dos altos-fornos da usina da Gerdau unidade Divinópolis-MG e com diferenças significativas entre os mesmos, para melhor entender a influência dessas diferenças no comportamento das amostras quando submetidas à secagem. Os minérios foram definidos baseando-se também na diferença de comportamento já conhecida existente entre eles quando utilizados em operação nos altos-fornos. Foram então denominados quatro tipos de minérios para realização do trabalho, definidos como: minério A, minério B, minério C e minério D.

Durante a realização dos trabalhos, foram formadas quatro amostras globais, uma para cada tipo de minério, a partir dos lotes dos minérios que estavam sendo formados no pátio de recebimento das matérias-primas da usina. Das amostras globais, foram separadas amostras parciais que foram utilizadas nas etapas de caracterização e ensaios previstos.

4.1. Amostragem

Durante a formação dos lotes de minérios no pátio da usina, são recebidos vários carregamentos via transporte rodoviário, onde os mesmos são descarregados próximos uns aos outros para formação de uma pilha única. Ao longo do recebimento, de cada viagem descarregada são coletados incrementos na pilha menor que é formada pela descarga do veículo na parte inferior, intermediária e topo. Estes incrementos são

acondicionados de forma a constituir uma amostra representativa do lote formado. A figura 4.1 mostra uma foto do recebimento dos minérios e da formação dos lotes.



Figura 4.1 – Formação de lotes de minério.

Os lotes de minérios formados constituem cerca de 1.550t de minério. Um novo carregamento de minério corresponde cerca de 20t. Antes deste se unir à pilha única, foram coletados incrementos para composição da amostra global, sendo que para cada novo carregamento foram retirados três incrementos na base, três na região intermediária e três na região do topo, sempre em posições equidistantes ao redor da pilha pequena formada pelo novo carregamento.

Cada incremento retirado da pilha menor de cada novo carregamento possuía cerca de 900g. A composição da amostra global de cada minério foi constituída de cerca de 625kg. A amostra global foi dividida de forma a gerar quatro amostras parciais com massa similares, sendo destinadas para realização dos ensaios de secagem e das análises de caracterização (química, granulométrica e mineralógica). O restante da amostra global compôs uma amostra reserva. A amostra gerada para realização dos ensaios de secagem, ainda foi subdividida de forma a gerar dez amostras menores que foram utilizadas individualmente nos ensaios. A figura 4.2 apresenta de forma esquemática como foi conduzida a divisão da amostra global.

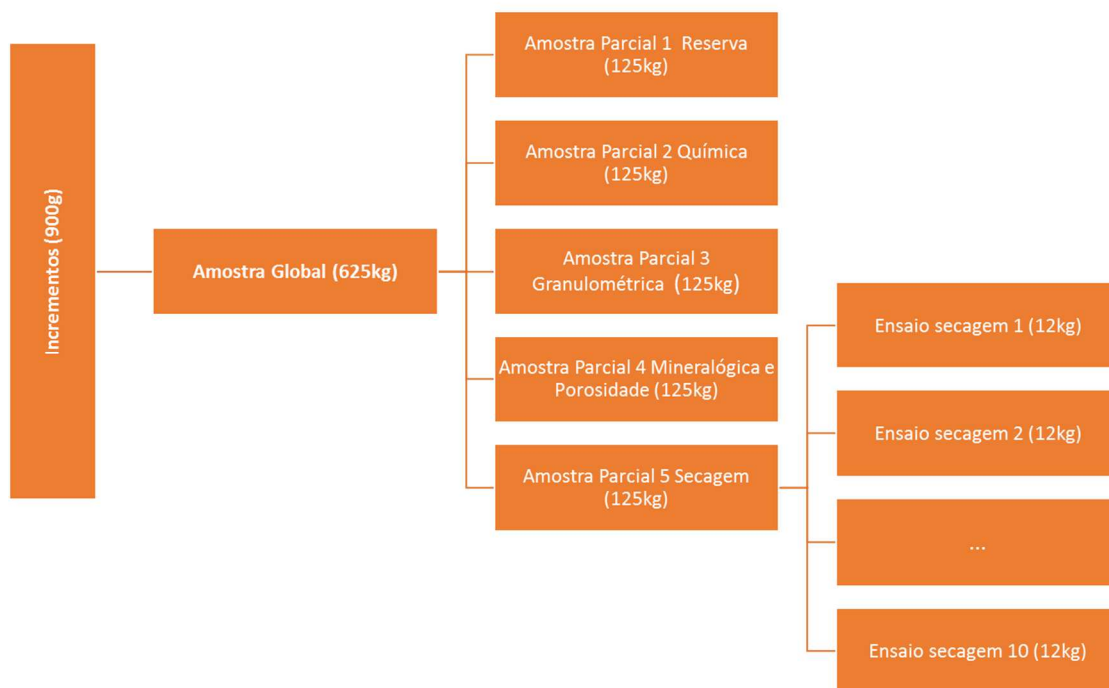


Figura 4.2 – Esquema de geração das amostras.

As amostras foram divididas utilizando um quarteador de amostras tipo Jones. Para isso toda a amostra global foi passada pelo equipamento para permitir a separação. A figura 4.3 mostra uma foto da utilização do equipamento.

a)



b)



Figura 4.3 – Equipamentos utilizados durante amostragem.

A etapa de amostragem foi finalizada com a separação das amostras para as fases posteriores.

4.2. Caracterização das amostras

As amostras parciais de cada tipo de minério foram disponibilizadas para realização das análises de caracterização, onde foram realizadas análise química, análise de distribuição granulométrica, análise granulo-química, análise da composição mineralógica e análise de porosidade.

As análises química e granulo-química, foram realizadas utilizando um espectrômetro de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente ICP-OES, marca *Perkin Elmer Optima 5300 DV*.

Para realização da análise de distribuição granulométrica, foi utilizado um peneirador vibratório Gilson quadrado da marca *Dialmática*, onde foram empregadas as malhas com as seguintes aberturas (mm) para avaliação das amostras: 1,00; 2,00; 4,00; 6,35; 8,00; 9,50; 12,50; 16,00; 19,00; 25,00 e 32,00.

Para análise de umidade, foi utilizado uma estufa marca *Infinet* modelo *EDT200*, utilizando-se a norma ISO 3087.

A composição mineralógica, foi determinada utilizando um microscópio óptico da marca *Leica* modelo *DM4P*. A captura de imagens foi realizada com câmera da marca *Leica MC170HD* e o software para tratamento das imagens foi o *LAS* versão 4.8.0.

A medição de porosidade das amostras foi realizada através da técnica de porosimetria por intrusão de Hg, utilizando um porosímetro da marca *Micrometrics*, modelo *Auto-Pore III*.

4.3. Ensaios de secagem

Os ensaios de secagem foram definidos de forma a avaliar a influência dos parâmetros tempo e temperatura de secagem nas variáveis respostas: IC, IR e RDI. Foram definidos então três níveis para cada parâmetro para realização dos testes, conforme tabela IV.1.

Tabela IV.1 – Níveis das variáveis de ensaio.

| Variável | Nível I | Nível II | Nível III |
|------------------|---------|----------|-----------|
| Tempo (h) | 4 | 12 | 24 |
| Temperatura (°C) | 200 | 350 | 500 |

Para cada tipo de minério, as amostras foram testadas em cada combinação possível dos níveis de tempo e temperatura definidos, totalizando um conjunto de nove ensaios. A tabela IV.2 mostra os ensaios que foram realizados. Como foram definidos quatro tipos de minérios, foram realizados um total de 36 ensaios de secagem.

Tabela IV.2 – Numeração dos ensaios e combinação das variáveis.

| Identificação do ensaio | Tempo (h) | Temperatura (°C) |
|-------------------------|-----------|------------------|
| Ensaio nº 1 | 4 | 200 |
| Ensaio nº 2 | 4 | 350 |
| Ensaio nº 3 | 4 | 500 |
| Ensaio nº 4 | 12 | 200 |
| Ensaio nº 5 | 12 | 350 |
| Ensaio nº 6 | 12 | 500 |
| Ensaio nº 7 | 24 | 200 |
| Ensaio nº 8 | 24 | 350 |
| Ensaio nº 9 | 24 | 500 |

Os ensaios foram realizados em forno tipo mufla, pré-aquecido até a temperatura do ensaio, antes da realização do mesmo. A figura 4.4 mostra o forno de realização dos

ensaios. Para acondicionamento das amostras no forno foram construídos dois recipientes feitos em aço carbono 1020 com chapas de espessura de $\frac{1}{4}$ ". A figura 4.5 mostra a representação do recipiente e sua utilização.



Figura 4.4 – Forno tipo mufla.

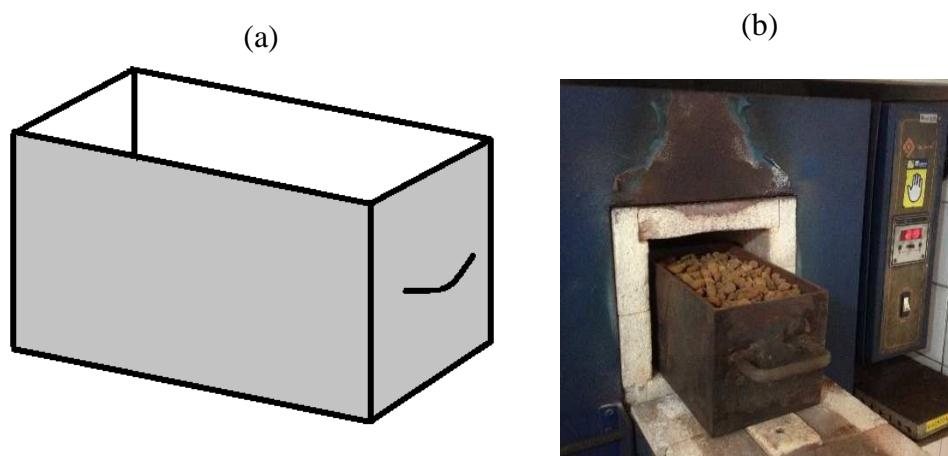


Figura 4.5 – Recipiente utilizado para realização dos ensaios.

As amostras foram pesadas antes e após a realização dos ensaios para avaliação da perda de massa durante a secagem. Na tabela IV.3 é possível visualizar a massa das amostras que foram obtidas para realização dos ensaios.

Tabela IV.3 – Massa inicial das amostras para realização dos ensaios (kg).

| Ensaio | Minério A | Minério B | Minério C | Minério D |
|---------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
| Ensaio nº 1 | 10.055 | 13.173 | 11.787 | 15.489 |
| Ensaio nº 2 | 11.028 | 12.706 | 11.507 | 15.592 |
| Ensaio nº 3 | 9.717 | 11.726 | 12.516 | 15.586 |
| Ensaio nº 4 | 10.898 | 12.255 | 13.080 | 16.354 |
| Ensaio nº 5 | 10.859 | 13.095 | 13.868 | 14.914 |
| Ensaio nº 6 | 8.830 | 12.130 | 15.356 | 15.998 |
| Ensaio nº 7 | 11.664 | 12.717 | 11.440 | 14.679 |
| Ensaio nº 8 | 10.665 | 12.561 | 12.390 | 14.010 |
| Ensaio nº 9 | 11.378 | 11.994 | 13.419 | 16.314 |

Após a realização dos ensaios, as amostras foram resfriadas ao ar em temperatura ambiente para posterior realização das análises metalúrgicas.

4.4. Análises Metalúrgicas

Para avaliarmos o impacto dos testes de secagem das amostras de minérios, foram realizadas análises de IC, IR e RDI. Para cada ensaio de secagem realizado, foram realizadas três análises metalúrgicas, totalizando 108 análises, visto que foram realizados 36 ensaios de secagem.

A crepitação dos minérios foi avaliada conforme ISO 8371, onde a amostra é submetida a choque térmico introduzindo-a no forno pré-aquecido a 700°C. Após 30 minutos é removida para resfriamento brusco ao ar ambiente e peneirada para verificar percentagem de finos gerada abaixo de 6,3mm. A figura 4.6 mostra o equipamento de forno tipo mufla que foi utilizado para medição do IC das amostras.

O IR das amostras foi avaliada conforme ensaio ISO 7215, onde a amostra de ensaio é reduzida isotermicamente em um leito fixo, a 900°C, usando um gás redutor composto por CO e N₂, por 180 minutos. O grau de redução é calculado a partir da perda de massa de oxigênio após 180 minutos. A figura 4.6 abaixo, mostra uma foto ilustrando o tipo de equipamento que foi utilizado para avaliação do IR.



Figura 4.6 – Forno vertical para análise IR marca Analógica.

A especificação de RDI das amostras foi avaliada conforme ISO 4696-2, onde o índice RDI é expresso pela quantidade de material fino (% < 2,80mm) gerado no tamboreamento da amostra que foi reduzida a 550°C. O teste de tamboreamento foi realizado deixando a amostra, após redução, em um tambor rotativo durante 900 voltas. Para ilustrar o equipamento, a figura 4.7 mostra uma foto do forno que foi utilizado para realizar as análises de RDI.



Figura 4.7 – Forno vertical para análise RDI marca Combustol.

4.5. Tabulação e análises dos dados

Para interpretação dos resultados obtidos das análises metalúrgicas, foi elaborado um experimento fatorial completo, avaliando o efeito dos fatores tempo e temperatura, em três níveis cada, nas variáveis respostas: IC, IR e RDI. O experimento fatorial foi baseado em análise de variância das médias, onde foram formuladas duas hipóteses para avaliação do mesmo:

Hipótese nula (H_0): média das variáveis respostas (IC, IR e RDI) são iguais;

Hipótese alternativa (H_1): média das variáveis respostas (IC, IR e RDI) são diferentes.

A análise de variância tem como objetivo realizar a comparação de médias de diferentes populações, verificando se as médias são iguais ou não. Ela pode ser utilizada quando se quer decidir se as diferenças amostrais observadas são reais, ou seja, causadas por algum

fator significativo, ou são casuais, decorrentes da mera variabilidade amostral (Montgomery, 2012).

O experimento consiste em comprovar uma das hipóteses como verdadeira. Caso a hipótese nula H_0 seja comprovada como verdadeira, assumi-se que os fatores tempo e temperatura não exercem influência nas variáveis respostas. Porém, caso a hipótese nula seja rejeitada, pode-se considerar a hipótese alternativa H_1 como aceitável, ou seja, os fatores tempo e temperatura exercem influência sobre as variáveis respostas.

Os valores obtidos das análises metalúrgicas, foram organizados em tabelas de acordo com tipo de minério e teste de secagem de origem. Foram obtidas quatro tabelas, uma para cada tipo de minério, conforme mostrado na tabela IV.4. Para realização das análises, foi utilizado o software Minitab.

Tabela IV.4 – Dados das análises metalúrgicas de cada ensaio de secagem.

| Ensaio | Tempo | Temperatura | Variáveis Respostas | | |
|--------|-------|-------------|---------------------|----|-----|
| | | | IC | IR | RDI |
| 1 | 4 | 200 | | | |
| 2 | 4 | 350 | | | |
| 3 | 4 | 500 | | | |
| 4 | 12 | 200 | | | |
| 5 | 12 | 350 | | | |
| 6 | 12 | 500 | | | |
| 7 | 24 | 200 | | | |
| 8 | 24 | 350 | | | |
| 9 | 24 | 500 | | | |

5. Resultados e discussão

Os resultados serão apresentados em duas sessões distintas. Primeiramente são apresentados os resultados obtidos referente à caracterização das amostras dos quatro tipos de minérios. Posteriormente, os resultados obtidos nos ensaios de secagem são apresentados também para cada tipo de minério.

5.1. Caracterização inicial das amostras

A variação entre as análises químicas dos minérios era um parâmetro já conhecido quando estes foram definidos para fazerem parte dos experimentos. A tabela V.1 abaixo apresenta as composições químicas dos minérios utilizados.

Tabela V.1 – Composição química das amostras em percentual de massa.

| | Minério A | Minério B | Minério C | Minério D |
|--------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| FeT | 60.47 | 66.44 | 57.67 | 61.81 |
| SiO ₂ | 6.20 | 1.01 | 15.46 | 5.31 |
| Al ₂ O ₃ | 1.92 | 1.63 | 1.14 | 3.24 |
| MnT | 0.08 | 0.17 | 0.04 | 0.34 |
| P | 0.06 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| CaO | 0.11 | 0.39 | 0.16 | 0.14 |
| MgO | 0.09 | 0.10 | 0.07 | 0.06 |
| FeO | 0.88 | 0.75 | 0.73 | 4.23 |
| TiO ₂ | 0.05 | 0.07 | 0.05 | 0.29 |
| PPC | 5.13 | 1.82 | 1.04 | 2.13 |
| Umidade | 1.07 | 0.90 | 0.36 | 0.93 |

As análises obtidas via espectrometria de emissão óptica por plasma realizadas permitiram comprovar as diferenças entre as composições químicas existentes entre os minérios. As diferenças mais relevantes são descritas abaixo:

- % FeT: o minério B possui o maior percentual de ferro em sua composição, os minérios A e D possuem valores intermediários, já o minério C foi encontrado o menor teor, como pode ser visualizado na figura 5.1.
- % SiO₂: o minério B possui o menor percentual de sílica em sua composição, os minérios A e D possuem valores intermediários, já o minério C foi encontrado o maior teor, como pode ser visualizado na figura 5.2.
- PPC: o minério A apresentou maior valor de perda por calcinação, seguidos pelos minérios B e D que apresentaram valores intermediários e similares, já o minério C apresentou menor valor, como pode ser visualizado na figura 5.3.

De forma individual, o minério D apresentou diferenças significativas com relação ao teor de Al₂O₃ e de FeO em sua composição, sendo que ficaram acima dos demais.

As análises de distribuição granulométrica, também mostraram as diferenças físicas entre os minérios utilizados. A tabela V.2 abaixo mostra os valores encontrados de percentagem em massa passante para cada tipo de minério em uma série de peneiras específicas.

Tabela V.2 – Análise granulométrica, percentagem em massa passante.

| Malha (mm) | Minério A | Minério B | Minério C | Minério D |
|------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 32,00 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| 25,00 | 98,7 | 100,0 | 94,6 | 100,0 |
| 19,00 | 68,9 | 85,4 | 81,2 | 96,1 |
| 16,00 | 49,3 | 56,5 | 70,1 | 75,1 |
| 12,50 | 32,8 | 45,2 | 63,3 | 61,0 |
| 9,50 | 11,9 | 18,9 | 35,3 | 27,1 |
| 8,00 | 8,6 | 11,4 | 22,8 | 16,3 |
| 6,35 | 7,4 | 6,6 | 14,7 | 9,4 |
| 4,00 | 7,0 | 5,6 | 10,5 | 7,0 |
| 2,00 | 6,8 | 4,9 | 7,2 | 5,6 |
| 1,00 | 6,7 | 4,7 | 6,6 | 5,2 |

A figura 5.1, apresenta de forma gráfica um comparativo entre as distribuições granulométricas dos minérios A, B, C e D.

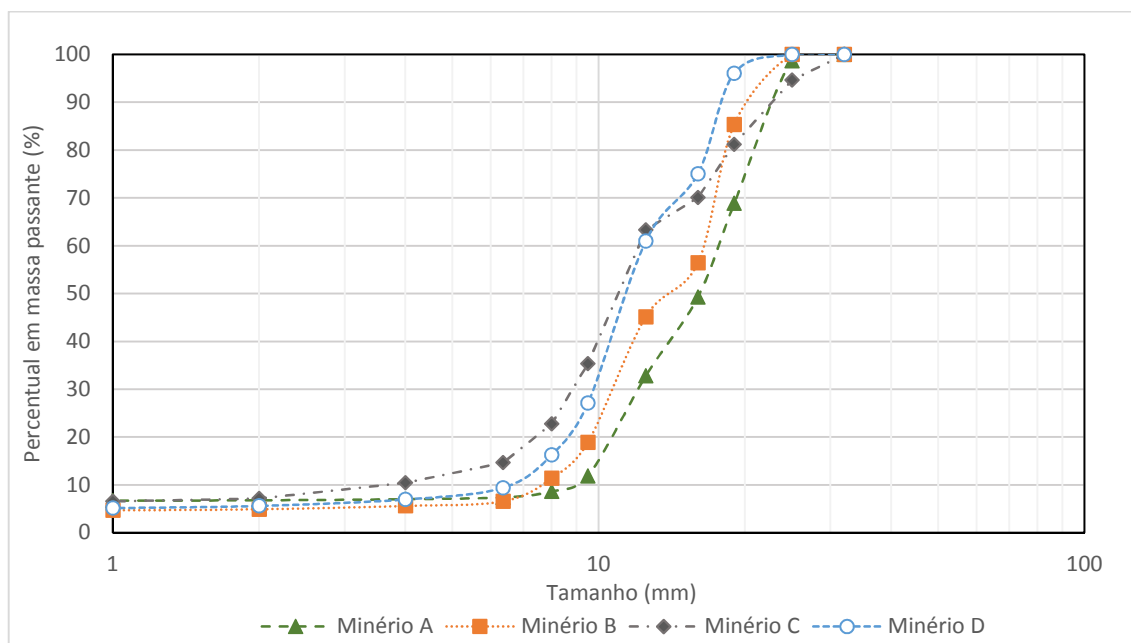


Figura 5.1 – Distribuição granulométricas dos minérios A, B, C e D.

Pela avaliação do gráfico pode-se perceber que as amostras apresentaram uma diferença com relação a distribuição de tamanhos. Os minérios A e B apresentaram granulometrias mais grosseiras e os minérios C e D, granulometrias mais finas. Utilizando a malha de 12,50mm como referência, podemos avaliar as diferenças. Para o minério A, 67,2% do material ficou retido nesta malha, sendo que a maior concentração (29,8%) encontrada ficou retida entre as malhas 19,00 e 25,00mm. Para o minério B, 54,9% do material ficou retido na malha de 12,50mm, sendo que a maior concentração (28,9%) encontrada ficou retida entre as malhas de 16,00 e 19,00mm. Para o minério C, apenas 36,7% do material ficou retido na malha de 12,50mm. A maior concentração do material (28,0%) foi encontrado entre as malhas de 9,50 e 12,50mm. O minério D, teve 39,0% do material retido na malha de 12,50mm. Sua maior concentração (33,9%) apresentada foi entre as malhas de 9,50 e 12,50mm. O minério C apresentou uma dispersão granulométrica maior, não estando tão concentrados como os outros minérios.

De acordo com os resultados encontrados para as análises granulométricas, podemos perceber as diferenças físicas entre as amostras. Além destas diferenças, foram avaliadas também as variações com relação às composições químicas para cada minério nas faixas granulométricas mencionadas.

As tabelas V.3 à V.6 mostram as análises granulo-químicas avaliadas para os minérios A, B, C e D.

Os minérios A e B, se apresentaram de forma homogênea com relação à composição química, na fração granulométrica mais representativa, de 9,50 a 19,00mm, não encontrando grandes variações em suas análises.

O minério C, por possuir uma dispersão granulométrica maior, apresentou na faixa granulométrica mais representativa, entre 6,35 e 12,50mm, uma variação maior com relação aos teores de ferro total e sílica. Os valores de PPC variaram pouco.

Tabela V.3 – Análise granulo-química minério A

| Malha (mm) | Massa (%) | FeT | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnT | P | FeO | TiO ₂ | PPC |
|---------------|--------------|-------|------------------|--------------------------------|------|-------|------|------------------|------|
| 25,00 | 1,34 | 67,10 | 0,76 | 0,52 | 0,05 | 0,055 | 0,33 | 0,168 | 2,45 |
| 19,00 | 29,81 | 62,85 | 4,61 | 1,17 | 0,14 | 0,057 | 0,96 | 0,059 | 4,03 |
| 16,00 | 19,55 | 59,52 | 7,23 | 2,35 | 0,18 | 0,067 | 1,09 | 0,085 | 4,84 |
| 12,50 | 16,50 | 59,69 | 5,44 | 3,07 | 0,06 | 0,071 | 0,83 | 0,065 | 5,84 |
| 9,50 | 20,95 | 60,06 | 5,76 | 2,52 | 0,08 | 0,061 | 0,86 | 0,046 | 5,26 |
| 8,00 | 3,23 | 58,00 | 7,07 | 2,85 | 0,05 | 0,056 | 1,22 | 0,039 | 6,73 |
| 6,35 | 1,22 | 60,32 | 6,35 | 1,77 | 0,10 | 0,069 | 0,60 | 0,055 | 5,24 |
| 4,75 | 0,39 | 60,68 | 4,86 | 1,76 | 0,07 | 0,063 | 0,72 | 0,092 | 5,46 |
| 2,00 | 0,23 | 56,43 | 9,10 | 3,01 | 0,12 | 0,082 | 1,20 | 0,099 | 6,95 |
| Fundo | 6,68 | 58,52 | 8,82 | 2,11 | 0,11 | 0,062 | 1,02 | 0,091 | 5,13 |

Tabela V.4 – Análise granulo-química minério B

| Malha (mm) | Massa (%) | FeT | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnT | P | FeO | TiO ₂ | PPC |
|---------------|--------------|-------|------------------|--------------------------------|------|-------|------|------------------|------|
| 19,00 | 14,63 | 66,19 | 0,87 | 1,98 | 0,03 | 0,032 | 0,45 | 0,050 | 2,50 |
| 16,00 | 28,91 | 66,27 | 0,56 | 1,34 | 0,88 | 0,037 | 0,55 | 0,079 | 2,16 |
| 12,50 | 11,31 | 65,42 | 1,16 | 2,01 | 0,36 | 0,049 | 0,16 | 0,170 | 2,16 |
| 9,50 | 26,23 | 66,46 | 0,77 | 1,73 | 0,11 | 0,042 | 0,29 | 0,055 | 2,06 |
| 8,00 | 7,54 | 66,31 | 0,68 | 2,31 | 0,11 | 0,033 | 0,17 | 0,081 | 2,06 |
| 6,35 | 4,82 | 65,95 | 1,69 | 1,84 | 0,15 | 0,035 | 0,17 | 0,090 | 1,90 |
| 4,75 | 0,95 | 66,90 | 0,77 | 1,26 | 0,39 | 0,029 | 0,21 | 0,081 | 1,79 |
| 2,00 | 0,70 | 64,95 | 2,08 | 2,19 | 0,24 | 0,039 | 0,20 | 0,132 | 2,44 |
| Fundo | 4,68 | 62,83 | 2,39 | 2,79 | 0,78 | 0,055 | 0,28 | 0,204 | 3,46 |

Tabela V.5 – Análise granulo-química minério C

| Malha (mm) | Massa (%) | FeT | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnT | P | FeO | TiO ₂ | PPC |
|---------------|--------------|-------|------------------|--------------------------------|------|-------|------|------------------|------|
| 25,00 | 5,35 | 56,50 | 18,88 | 0,14 | 0,03 | 0,023 | 0,79 | 0,008 | 0,18 |
| 19,00 | 13,48 | 59,71 | 12,61 | 0,69 | 0,03 | 0,078 | 1,15 | 0,022 | 1,21 |
| 16,00 | 11,11 | 60,38 | 12,08 | 0,34 | 0,03 | 0,025 | 0,84 | 0,023 | 0,60 |
| 12,50 | 6,72 | 57,51 | 14,56 | 1,15 | 0,04 | 0,074 | 0,88 | 0,075 | 1,13 |
| 9,50 | 28,00 | 57,79 | 14,70 | 1,12 | 0,04 | 0,051 | 0,76 | 0,047 | 1,29 |
| 8,00 | 12,53 | 60,34 | 10,73 | 1,17 | 0,03 | 0,080 | 0,68 | 0,046 | 1,08 |
| 6,35 | 8,11 | 58,12 | 15,07 | 0,81 | 0,04 | 0,043 | 0,74 | 0,037 | 0,85 |
| 4,75 | 4,23 | 58,83 | 12,94 | 1,03 | 0,04 | 0,077 | 0,70 | 0,036 | 0,91 |
| 2,00 | 3,25 | 57,78 | 13,98 | 0,96 | 0,06 | 0,051 | 0,68 | 0,040 | 1,16 |
| Fundo | 0,63 | 55,32 | 17,28 | 1,35 | 0,07 | 0,078 | 2,11 | 0,047 | 1,56 |

O minério D, apresentou composição química mais heterogênea com relação à distribuição granulométrica. O ferro total se mantém mais elevado para cortes acima de 9,50mm. À medida que a fração diminui, o valor percentual de ferro também diminui. A mesma variação é encontrada para sílica, sendo que acima da malha de 8,00mm o material

apresenta valores de cerca de 3% e abaixo da malha de 4.75mm os valores se elevam chegando à 20% da composição.

Tabela V.6 – Análise granulo-química minério D

| Malha (mm) | Massa (%) | FeT | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | MnT | P | FeO | TiO ₂ | PPC |
|------------|-----------|-------|------------------|--------------------------------|------|-------|------|------------------|------|
| 19,00 | 3,93 | 62,24 | 3,03 | 3,31 | 0,06 | 0,086 | 0,75 | 0,133 | 4,42 |
| 16,00 | 21,00 | 64,56 | 2,47 | 3,13 | 0,08 | 0,052 | 3,96 | 0,317 | 1,61 |
| 12,50 | 14,05 | 63,61 | 3,85 | 3,63 | 0,06 | 0,042 | 4,70 | 0,351 | 1,56 |
| 9,50 | 33,91 | 63,60 | 3,56 | 2,70 | 0,25 | 0,053 | 4,23 | 0,233 | 2,36 |
| 8,00 | 10,83 | 59,73 | 7,40 | 4,34 | 0,20 | 0,046 | 3,44 | 0,268 | 2,33 |
| 6,35 | 6,86 | 59,65 | 9,15 | 2,64 | 0,16 | 0,049 | 3,70 | 0,212 | 2,50 |
| 4,75 | 2,44 | 57,37 | 12,38 | 3,10 | 0,06 | 0,057 | 4,20 | 0,294 | 1,62 |
| 2,00 | 1,35 | 49,67 | 22,16 | 3,17 | 0,07 | 0,052 | 2,84 | 0,241 | 2,88 |
| 1,00 | 0,46 | 50,42 | 23,37 | 2,76 | 0,11 | 0,042 | 5,41 | 0,237 | 1,82 |
| Fundo | 5,16 | 42,04 | 23,15 | 9,26 | 0,17 | 0,063 | 1,87 | 0,536 | 6,89 |

Com relação às composições mineralógicas, as amostras dos minérios foram avaliadas para possibilitar a identificação dos minerais mais predominantes nas amostras, permitindo sua classificação quanto à composição. Como chave de classificação foi adotada a concentração em termos percentuais de óxidos/hidróxidos e outros minerais acima de 18%, como sendo mineral predominante. Para concentrações entre 9% e 18%, o mineral entra como aditivo na classificação do minério. Para concentrações menores que 9%, não entra na classificação.

De acordo com as composições encontradas, os minérios podem ser classificados como:

- (a) Hematíticos, que apresentam hematita especular, hematita tabular ou lamelar e hematita lobular;
- (b) Martíticos, que apresentam martita na composição. Apesar da martita ser uma variedade da hematita, esta é computada de forma separada por ser considerada como indicativo de grau de intemperismo do minério. Suas partículas são

compostas por grãos com características geométricas bem distintas das observadas nas demais variedades de hematita;

- (c) Magnetíticos, por possuírem em sua composição a magnetita;
- (d) Goethíticos, por apresentarem em sua composição a goethita ou a goethita terrosa (também conhecida como limonita).

A figura 5.2 apresenta as fotomicrografias encontradas nas análises do minério A. A figura 5.3 apresenta os dados de composição encontrados para o minério A. De acordo com a composição, pode-se definir o minério A como sendo martítico-goethítico, com hematita.

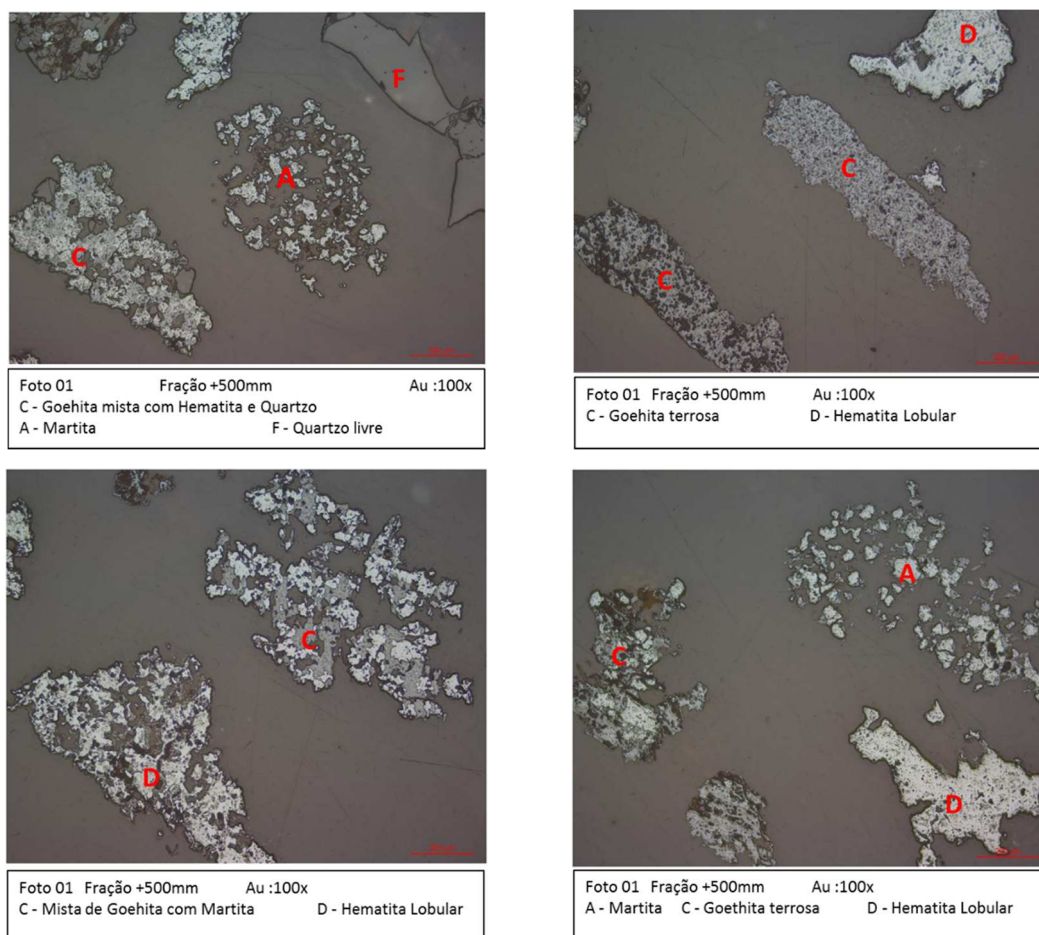


Figura 5.2 – Fotomicrografias do minério A.

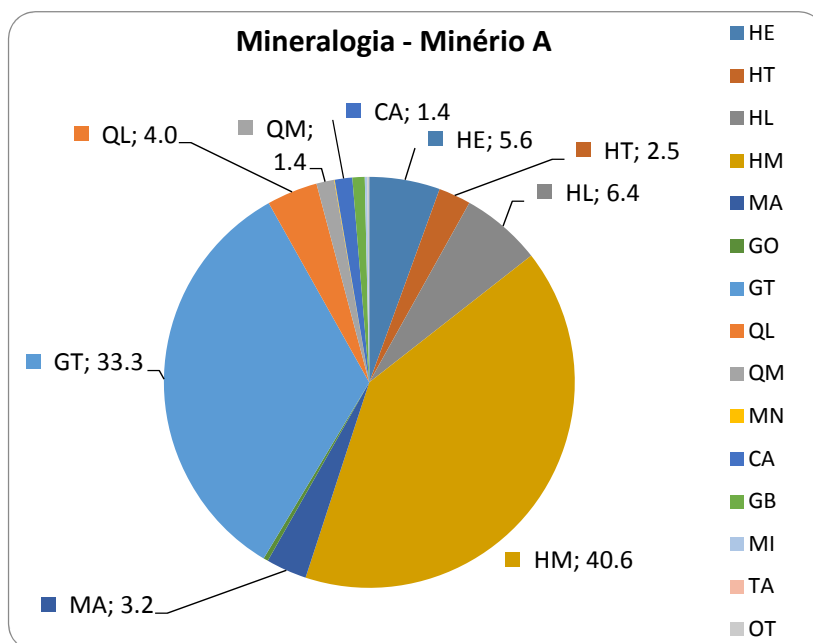
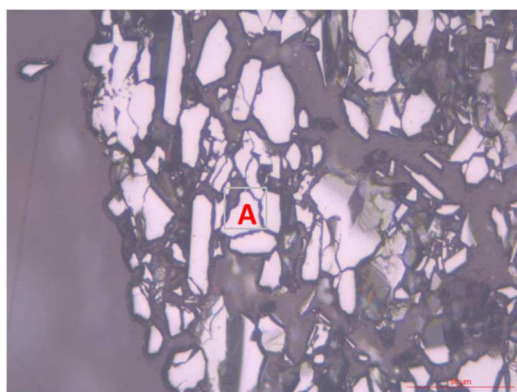


Figura 5.3 – Mineralogia do minério A.

Legenda: HE – hematita especular; HT – hematita tabular; HL – hematita lobular; HM – hematita martítica; MA – magnetita; GO – goethita; GT – goethita terrosa; QL – quartzo livre; QM – quartzo misto; MN – manganês; CA – caulinita; GB – gibsita; MI – mica; TA – talco; OT – outros.

A figura 5.4 apresenta as fotomicrografias encontradas durante análise para o minério B, onde o mesmo apresentou uma concentração elevada de hematita tabular, como pode ser visto na figura 5.5. Devido a esta composição, o minério B foi classificado como minério hematítico.



Fração +0,500
A - Hematita Tabular

Au : 200x

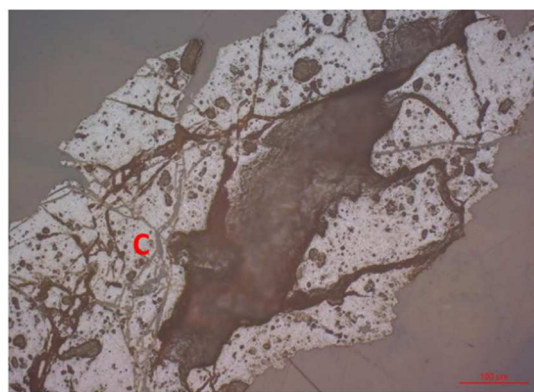


Foto 03 Fração +0,500mm
C - Goethita Terrosa

Au : 200x

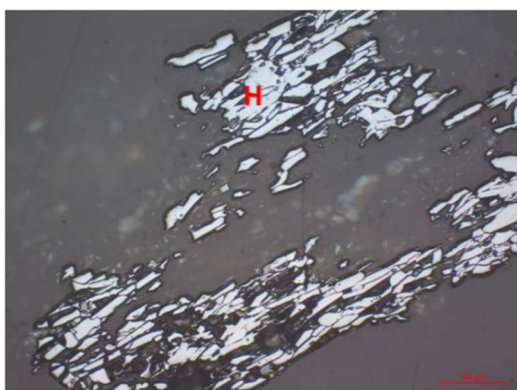


Foto 04 Fração +0,500mm
H - Hematita Especular

Au : 200x

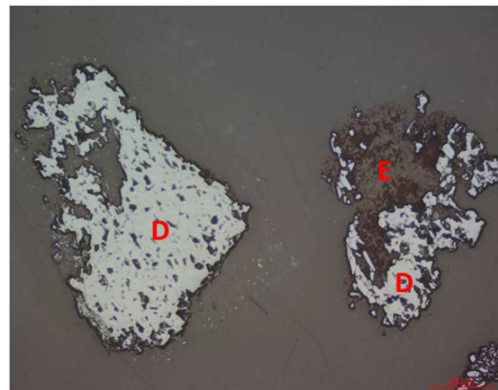


Foto 02 Fração +0,500mm
D - Hematita Lobular
E - Gibbsita
Partícula mista de hematita e Gibbsita

Au : 100x

Figura 5.4 – Fotomicrografias do minério B.

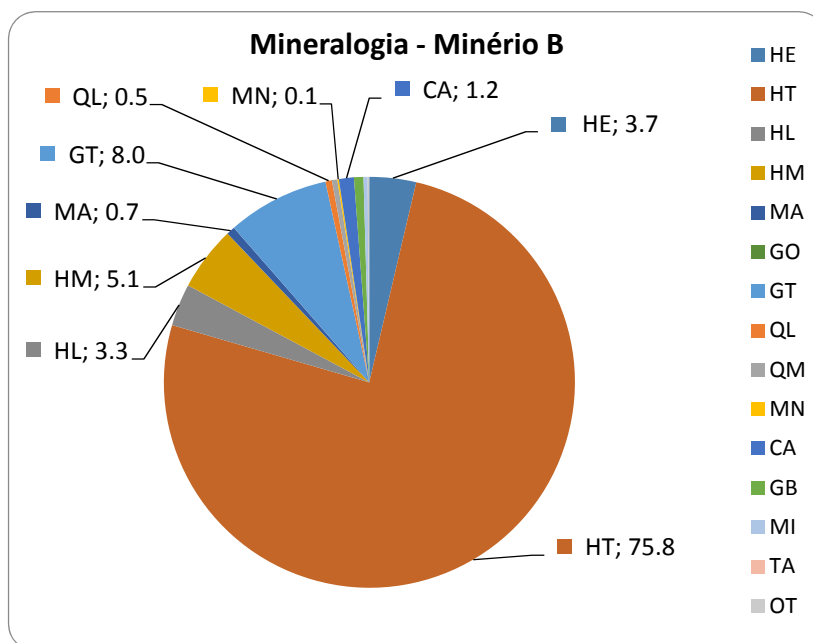
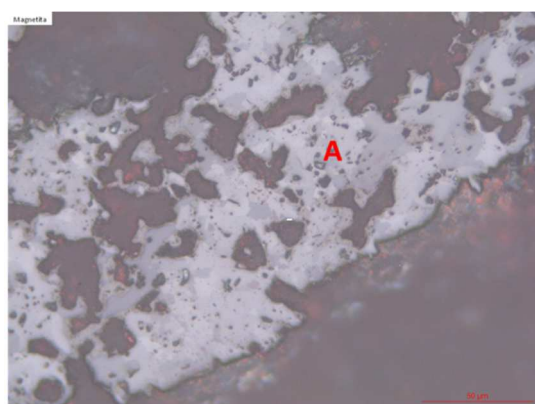


Figura 5.5 – Mineralogia do minério B.

Legenda: HE – hematita especular; HT – hematita tabular; HL – hematita lobular; HM – hematita martítica; MA – magnetita; GO – goethita; GT – goethita terrosa; QL – quartzo livre; QM – quartzo misto; MN – manganês; CA – caulinita; GB – gibsita; MI – mica; TA – talco; OT – outros.

O minério C, apresentou em sua composição grande quantidade de hematita e também quartzo, podendo ser definido como minério hematítico-quartzítico. A figura 5.6 apresenta as fotomicrografias utilizadas na análise encontrada para o minério C, enquanto a composição mineralógica pode ser visualizada na figura 5.7.



Fração +0,500mm Au :200x
A - Hematita Lobular

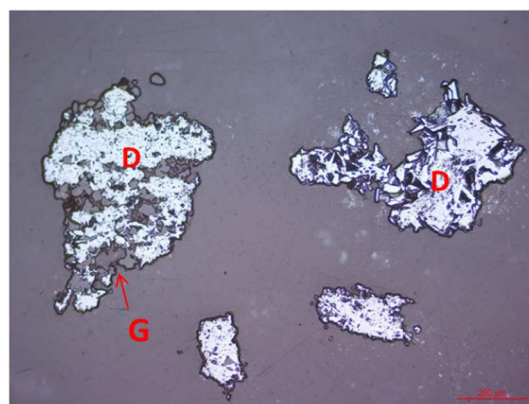


Foto 02 Fração +0,500mm Au :200x
G - Quartzo Misto
D - Hematita Lobular

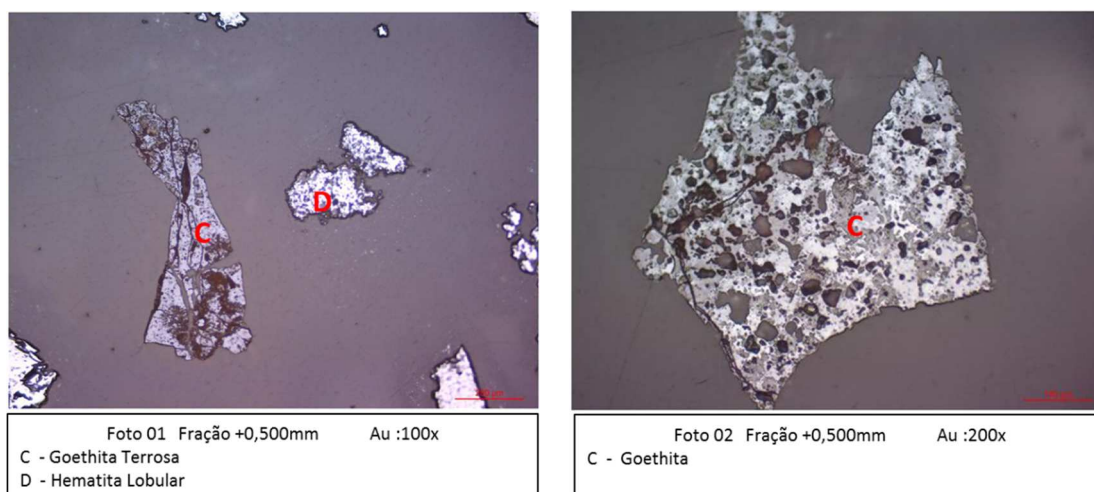


Figura 5.6 – Fotomicrografias do minério C.

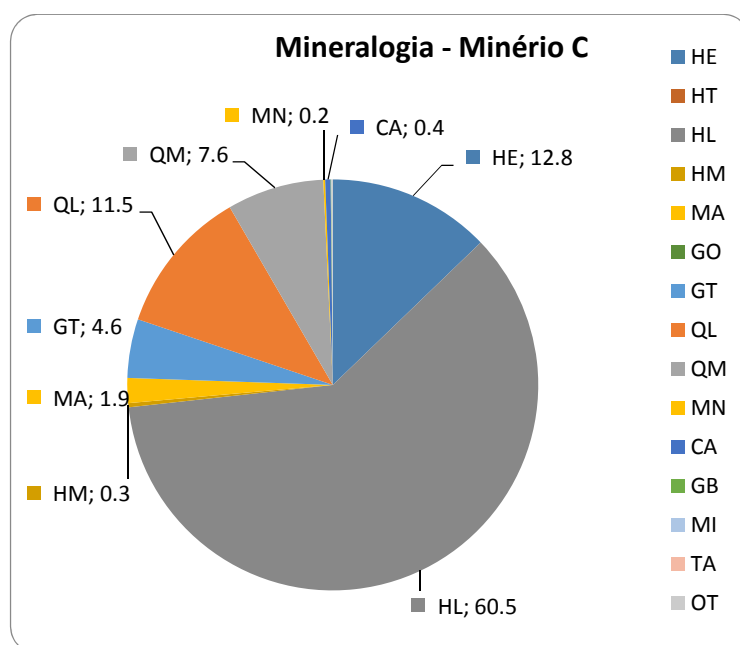


Figura 5.7 – Mineralogia do minério C.

Legenda: HE – hematita especular; HT – hematita tabular; HL – hematita lobular; HM – hematita martítica; MA – magnetita; GO – goethita; GT – goethita terrosa; QL – quartzo livre; QM – quartzo misto; MN – manganês; CA – caulinita; GB – gibsita; MI – mica; TA – talco; OT – outros.

A figura 5.8 apresenta as fotomicrografias utilizadas na análise para o minério D. Como pode ser visto na figura 5.9, o minério D, do ponto de vista mineralógico, é o mais

heterogêneo de todos, pois apresentou uma composição bastante equilibrada com relação ao percentual de hematita, martita, magnetita e goethita, podendo ser denominado como um minério hematítico-martítico-magnetítico-goethítico.

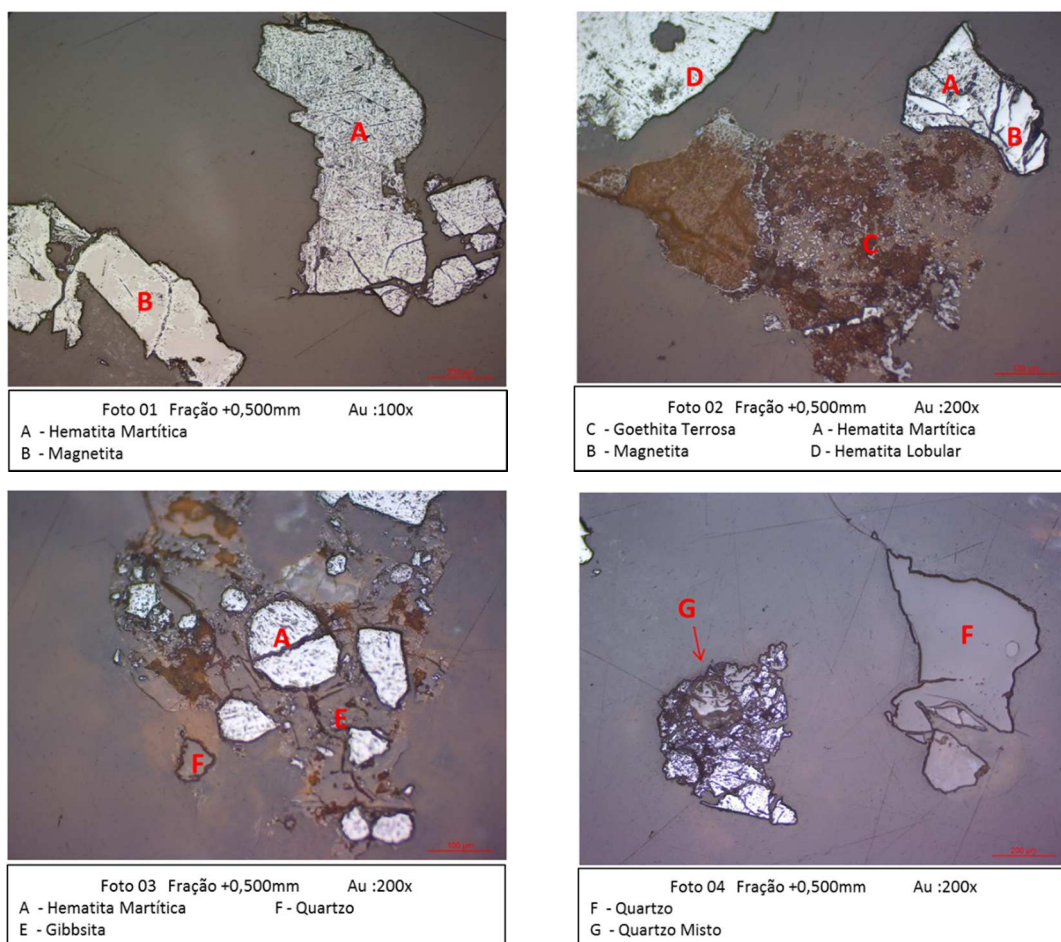


Figura 5.8 – Fotomicrografia do minério D.

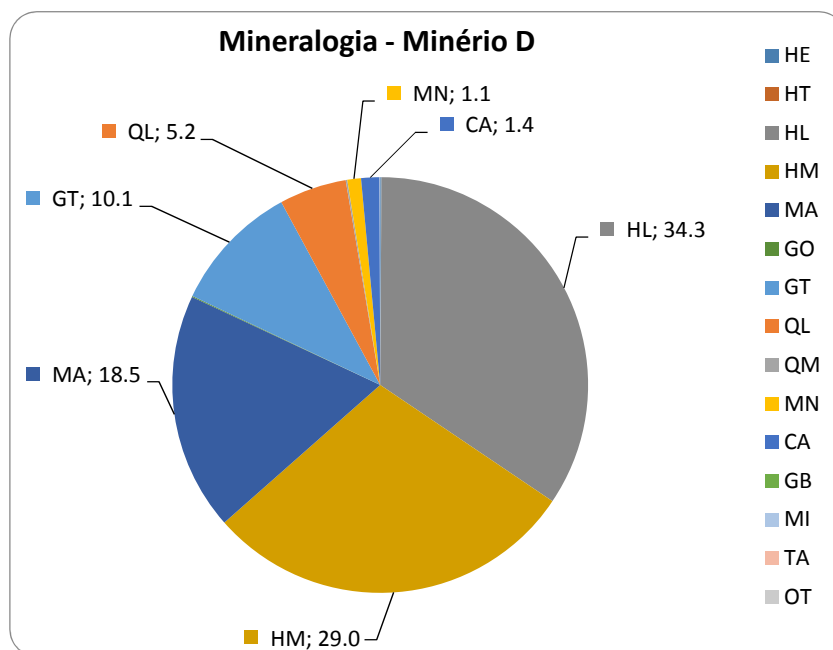


Figura 5.9 – Mineralogia do minério D.

A análise de porosidade dos minérios é apresentada na tabela V.7. O minério A apresentou valor mais elevado de percentual de porosidade. O minério B foi o que apresentou menor valor de porosidade. O diâmetro médio dos poros do minério C foi o mais elevado.

Tabela V.7 – Análise de porosidade dos minérios.

| Parâmetros | Minério A | Minério B | Minério C | Minério D |
|--------------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Volume intrusão (ml/g) | 0,11 | 0,06 | 0,08 | 0,06 |
| Porosidade (%) | 32,86 | 21,89 | 26,82 | 22,81 |
| Densidade aparente (g/ml) | 4,40 | 4,98 | 4,50 | 4,63 |
| Diâmetro médio dos poros (μm) | 0,06 | 0,06 | 0,08 | 0,05 |
| Área dos poros (m^2/g) | 7,68 | 3,88 | 4,29 | 5,23 |

Correlacionando-se as características encontradas dos minérios, pode-se estabelecer relações que auxiliam nas conclusões sobre como os minérios se comportam durante sua utilização nos ensaios de secagem. Por exemplo, alguns dos componentes mineralógicos afetam diretamente o teor de ferro na composição: hematitas (HE), goethitas (GO) e martita (MA). Sendo assim existe uma correlação entre a presença destes constituintes e

o percentual de ferro total da amostra. A figura 5.10 apresenta de forma gráfica esta correlação.

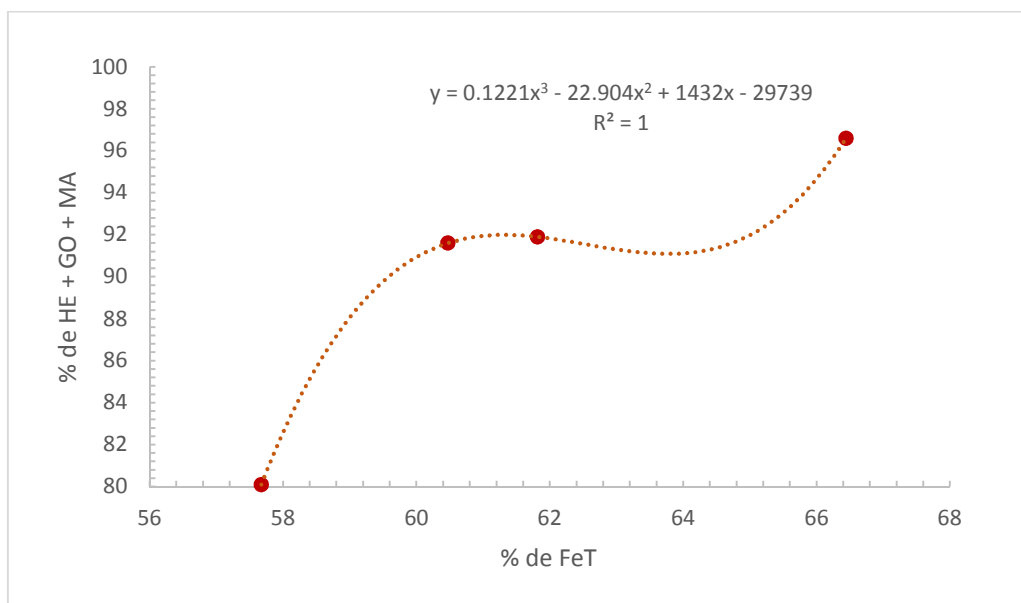


Figura 5.10 – Correlação entre presença de hematitas, goethitas e martita com ferro total.

Os valores de PPC das amostras estão associados à evolução de água, CO₂ e outros gases ligados quimicamente às substâncias. Sendo que a presença de goethita, hidratos e carbonatos, contribuem para elevação do PPC. Os constituintes mineralógicos que contribuem para elevação dos valores encontrados de substâncias que apresentam hidratos e carbonatos, foram de no máximo 2.5% para todas as amostras, podendo-se considerá-los pouco relevante com relação à presença de goethita. Sendo assim, pode-se estabelecer uma correlação de forma razoável entre os valores de PPC e presença de goethita. A figura 5.11 apresenta de forma gráfica esta correlação.

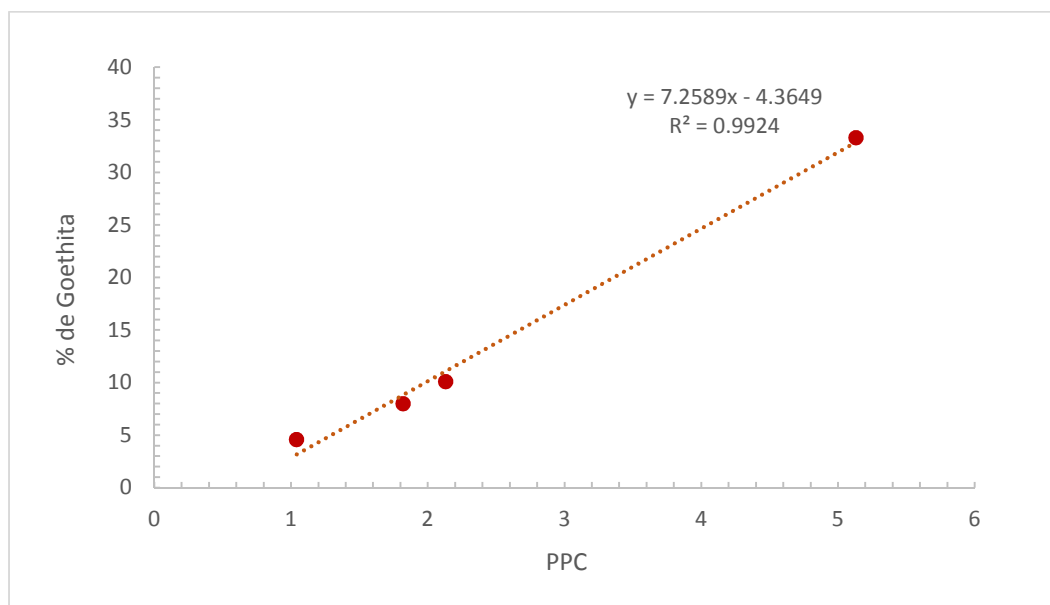


Figura 5.11 – Correlação entre presença de goethita e PPC.

Através desta correlação pode-se afirmar que para valores elevados de PPC, existe uma presença considerável de goethita na composição mineralógica do minério.

Para valores de porosidade, pode-se observar também uma correlação com a presença de goethita nas amostras. A figura 5.12 apresenta esta correlação.

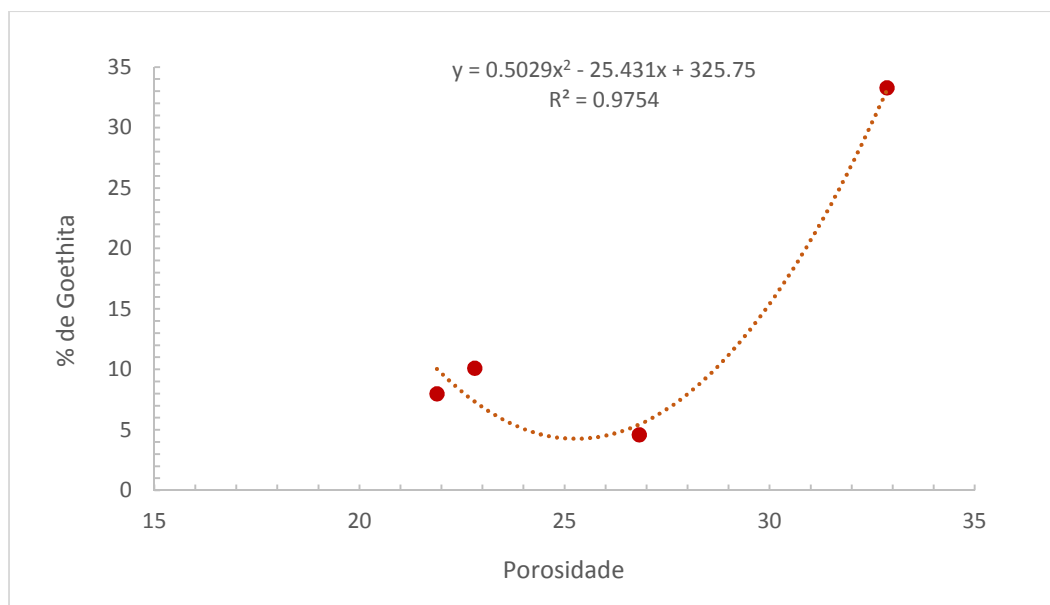


Figura 5.12 – Correlação entre presença de goethita e porosidade.

5.2. Ensaio de secagem e análises metalúrgicas

Para cada tipo de minério foram realizados nove ensaios de secagem variando-se o tempo e a temperatura de exposição das amostras de acordo com a tabela IV.1. No total foram realizados 36 ensaios com duração total de 480 horas de exposição para todas as amostras. Foram avaliadas após os ensaios as propriedades metalúrgicas e a variação de massa de cada amostra.

Após os ensaios, as amostras apresentaram aspectos visuais bem distintos, desde coloração até presença de partículas que visivelmente se partiram durante a secagem. Podemos visualizar através da figura 5.13 o aspecto visual de algumas amostras após ensaios de secagem.



Figura 5.13 – Amostras de minério após os ensaios de secagem: (a) amostra minério A após 12 horas em 350°C; (b) amostra minério B após 4 horas em 500°C; (c) amostra minério C após 4 horas em 200°C; (d) amostra minério D após 24 horas em 200°C.

Os percentuais de redução de massa ($\% \Delta M$) encontradas para os minérios indicaram comportamentos diferentes entre as amostras, conforme pode ser visto na figura 5.14. Na temperatura de 200°C, o minério A apresentou maior $\% \Delta M$ comparado aos outros minérios, de 1,0% a 4,0% nos diferentes tempos de ensaios. Para tempo de secagem de 24 horas, os valores ficaram bem próximos, independente da temperatura de ensaio, em torno de 4,5%. Os valores obtidos de $\% \Delta M$ para os minérios B, C e D tiveram comportamentos similares, sendo que em temperaturas mais elevadas se mostraram maiores de forma geral. Em tempos mais elevados de ensaios, foram observadas menores variações. O minério B apresentou $\% \Delta M$ entre 0,12% e 2,46%. O minério C apresentou menor $\% \Delta M$, sendo que o maior valor encontrado ficou em 1.23%, para temperatura de 500°C e tempo de 24 horas. O minério D apresentou $\% \Delta M$ entre 0.65% e 2.84% de perdas de massa.

O aumento $\% \Delta M$, durante os ensaios, era esperado tanto para tempos quanto para temperaturas mais elevadas. Estas variações possuem relação com perda de umidade e as perdas devido à calcinação das amostras. Sendo assim, durante os ensaios, o máximo de

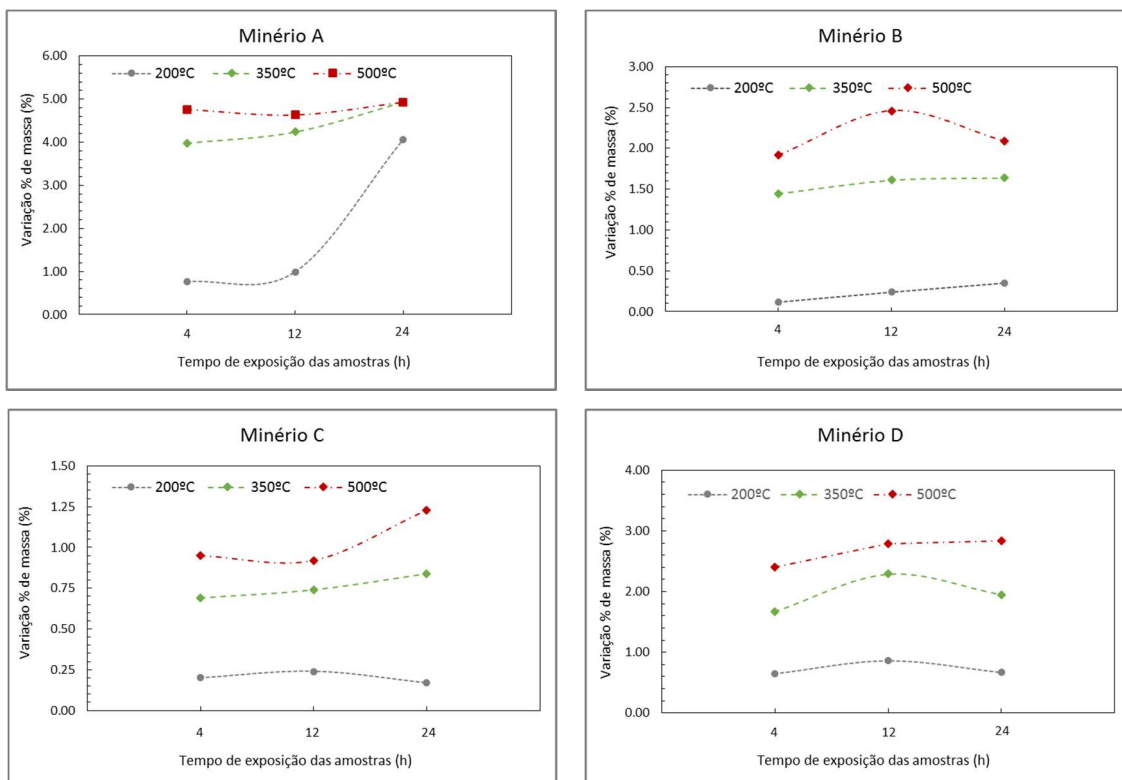


Figura 5.14 – Variação de massa das amostras após secagem.

perda de massa encontrada seria a soma dos valores de PPC e umidade de cada amostra. Valores superiores poderiam ser encontrados em caso de degradação da amostra durante os ensaios. À medida que se aproxima deste valor máximo, tem-se a condição ideal, pois toda a umidade foi removida e a amostra foi calcinada. A tabela V.8 apresenta os dados de variação máxima de massa ($\% \Delta M_{\text{máx}}$) para amostras.

Tabela V.8 – Variação máxima esperada de massa das amostras.

| | Minério A | Minério B | Minério C | Minério D |
|----------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| PPC | 5,13 | 1,82 | 1,04 | 2,13 |
| Umidade | 1,07 | 0,90 | 0,36 | 0,93 |
| $\% \Delta M_{\text{máx}}$ | 6,20 | 2,72 | 1,40 | 3,06 |

Comparando-se a perda de massa das amostras ($\% \Delta M$) com relação à máxima variação de massa esperada ($\% \Delta M_{\text{máx}}$), pode-se obter uma ideia do comportamento destas amostras com relação à tempo e temperatura dos ensaios. A figura 5.15 apresenta os gráficos para relação entre perda de massa e máxima variação esperada de massa ($\Delta M / \Delta M_{\text{máx}}$), considerando os valores de umidade e PPC obtidos nas análises anteriores.

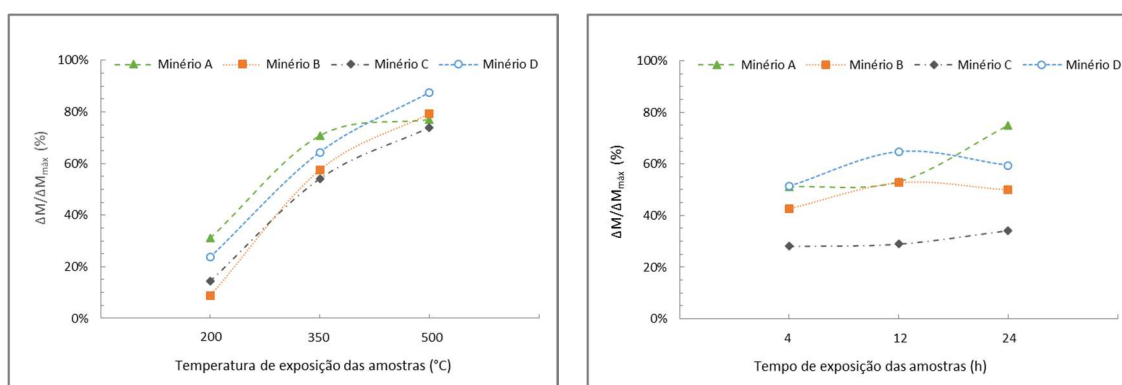


Figura 5.15 – Relação entre perda de massa e perda de máxima esperada das amostras após secagem.

Através dos gráficos podemos observar que a temperatura influencia diretamente a perda de massa das amostras, sendo que de uma forma geral pode-se afirmar que para temperaturas mais elevadas, tem-se maiores valores de $\Delta M / \Delta M_{\text{máx}}$. Para o minério A

podemos observar uma tendência de manter mesmos valores para temperaturas de 350°C e 500°C. Observando o comportamento das amostras com relação ao tempo de exposição, nota-se que os valores de $\Delta M/\Delta M_{\text{máx}}$ mantem-se praticamente constantes, somente o minério A apresentou uma elevação para tempo de 24 horas.

Os valores obtidos quanto aos ensaios metalúrgicos estão expostos nas figuras 5.16 a 5.18 para cada amostra ensaiada.

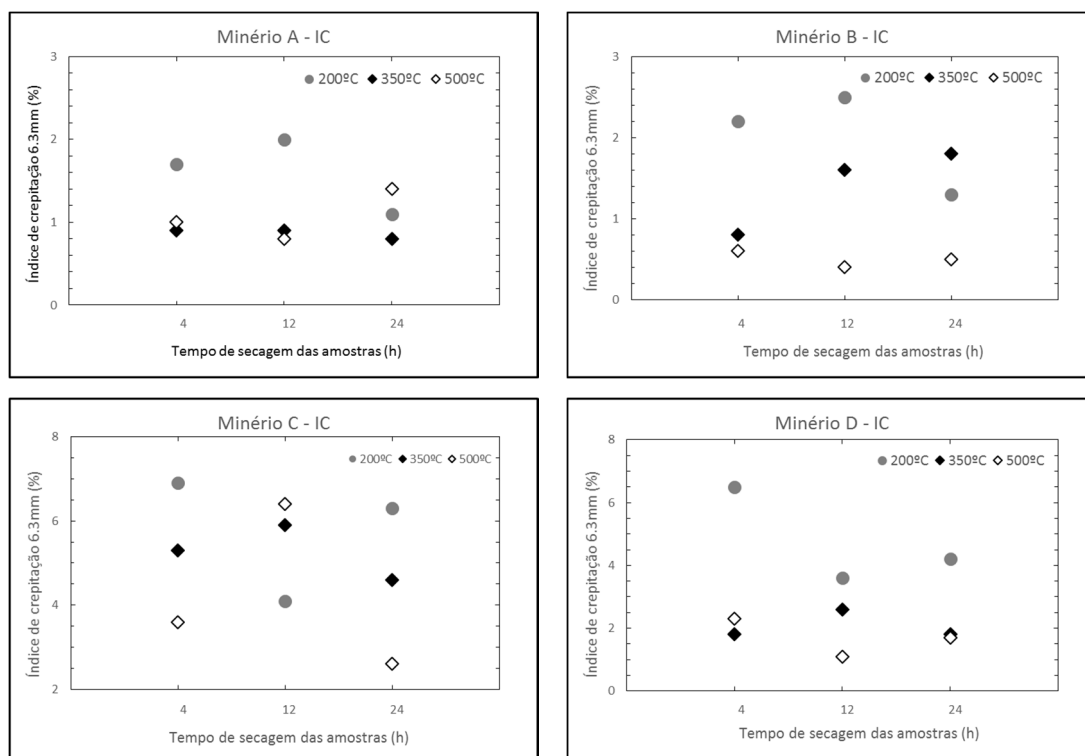
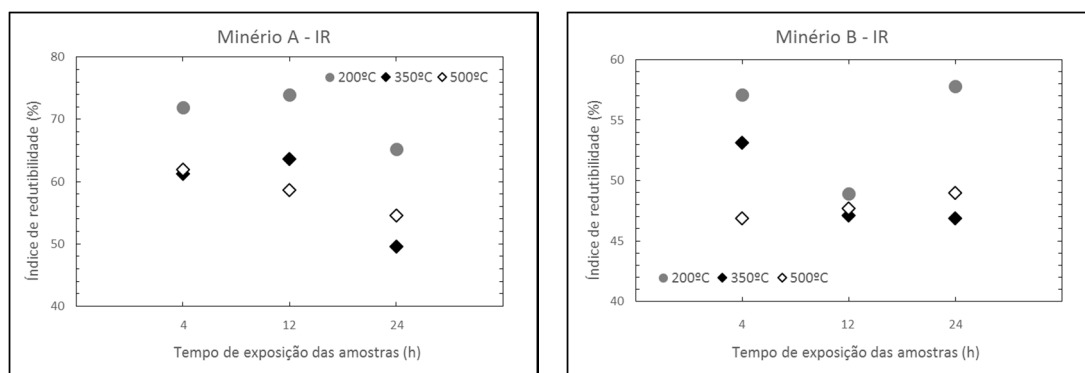


Figura 5.16 – Índice de crepitação dos minérios após os ensaios.



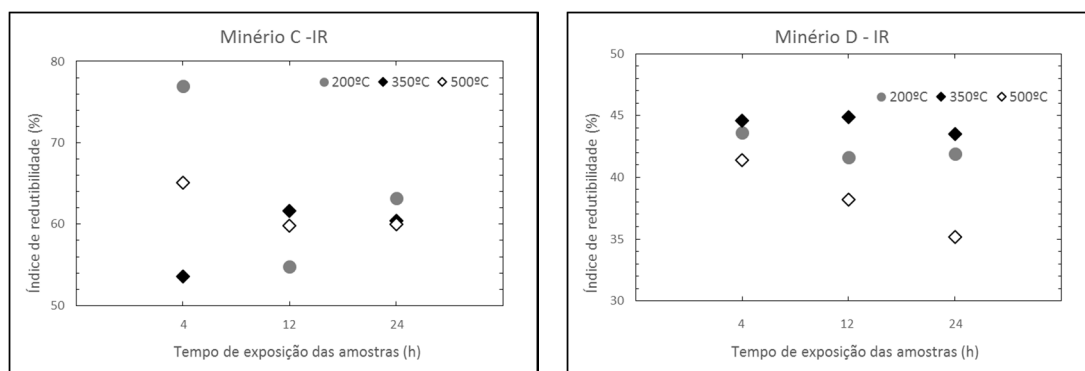


Figura 5.17 – Índice de redutibilidade dos minérios após os ensaios.

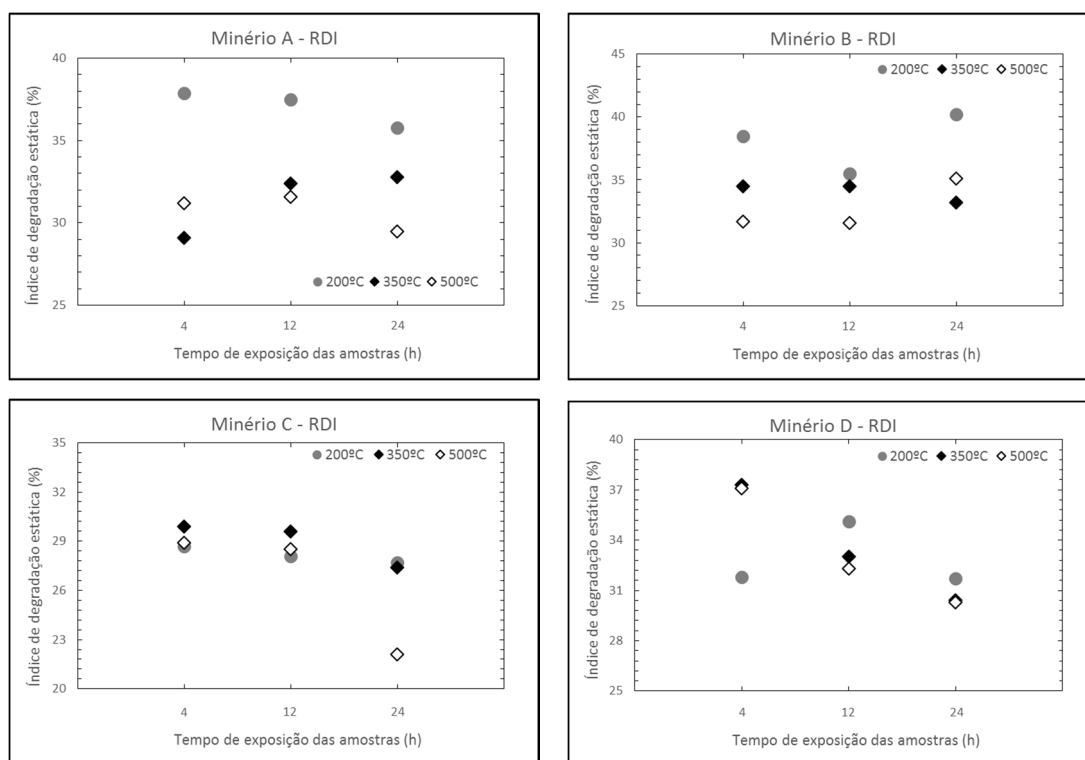


Figura 5.18 – Índice de degradação estática das amostras após secagem.

Avaliando os gráficos dos resultados individualmente é possível identificar o que ocorreu com cada amostra após os ensaios de secagem para cada parâmetro avaliado. Porém, é bastante complexo avaliar tendências e estabelecer padrões de comportamentos para cada tipo de ensaio. Sendo assim, a análise de variância das médias, é uma ferramenta que nos permite chegar a conclusões com fundamentos estatísticos, sobre diferenças significativas

entre as médias das análises e se os fatores que exercem ou não influência nas variáveis avaliadas.

Os resultados apresentados, são saídas do software utilizado, onde foram medidas as probabilidades de erro (*P-value*) para escolha da hipótese conforme formulação prévia. Para valores de P muito elevados, próximos a 1, aceitou-se a hipótese H_0 , ou seja, as médias são iguais e o fator não exerce influência sobre a variável resposta. Já para valores de P muito baixos, próximos de 0, rejeitou-se H_0 e aceitou-se H_1 , ou seja, fator exerce influência sobre variável resposta.

No anexo I, encontram-se os quadros com valores de saída do software Minitab de todas as análises realizadas para os ensaios de secagem realizados e posteriores ensaios metalúrgicos. Pode-se avaliar os valores encontrados de probabilidade de erro (*P-value*) para cada ensaio metalúrgico, que direcionou decisão de afirmar sobre influência ou não nos fatores estudados.

Para o minério A, os valores de IC não possuem diferença significativa entre as médias. Pode-se afirmar, portanto que os fatores tempo e temperatura não exercem influência para IC para o minério A. Os valores de IR apresentaram valores de *P-value* muito baixos, sendo assim pode-se afirmar que esta variável é influenciada pelos fatores de tempo e temperatura de secagem ao nível de confiança de 95%, pois as médias são diferentes. Para os valores de RDI, somente mostrou-se significativo o fator temperatura.

A figura 5.19 mostra o gráfico dos efeitos principais para os fatores avaliados, quanto ao minério A.

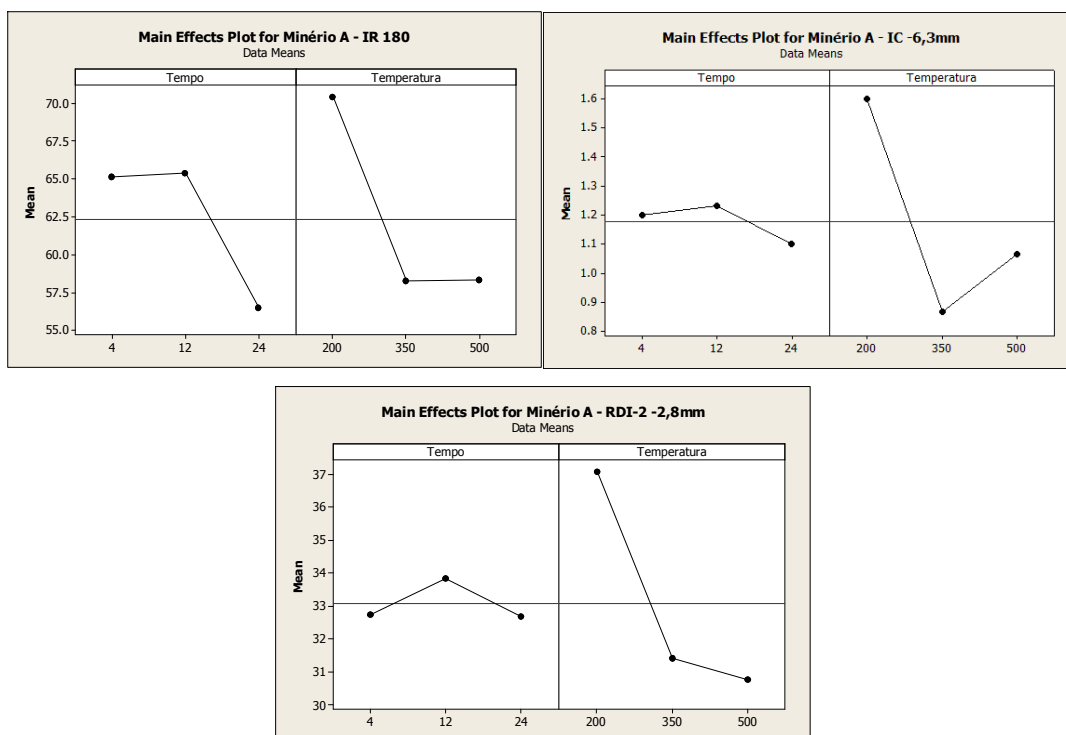


Figura 5.19 – Apresentação dos efeitos principais para o minério A.

Para o minério B, somente o fator temperatura se apresentou como significativo, ao nível de confiança de 90%, influenciando valores de IC e RDI. Os valores de *P-value* para IR se apresentaram bastante elevados, indicando que não há diferenças entre as médias para esta variável.

A figura 5.20 mostra o gráfico dos efeitos principais para os fatores avaliados para o minério B.

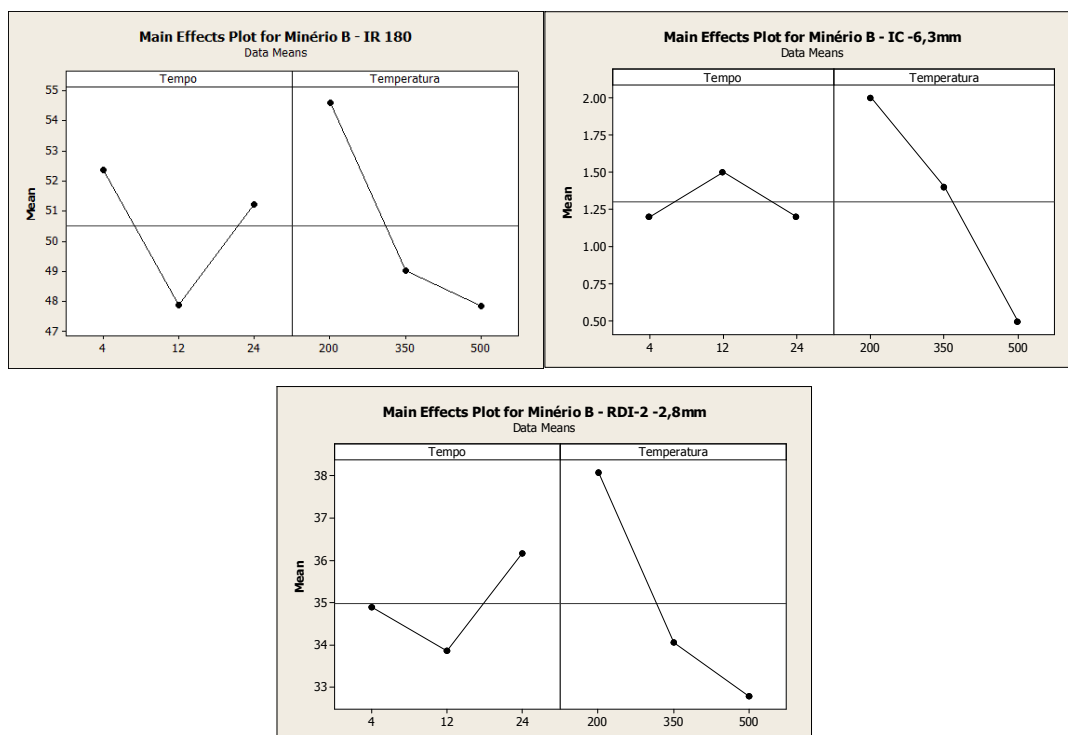


Figura 5.20 – Apresentação dos efeitos principais para o minério B.

Para o minério C, não foram obtidas relações significativas entre as variáveis tempo e temperatura de secagem e suas propriedades IC, IR e RDI. Valores de *P-value* obtidos nas análises ficaram bastante elevados, indicando que não houve diferença significativa entre as médias para os fatores avaliados.

A figura 5.21 mostra o gráfico dos efeitos principais para os fatores avaliados para o minério C.

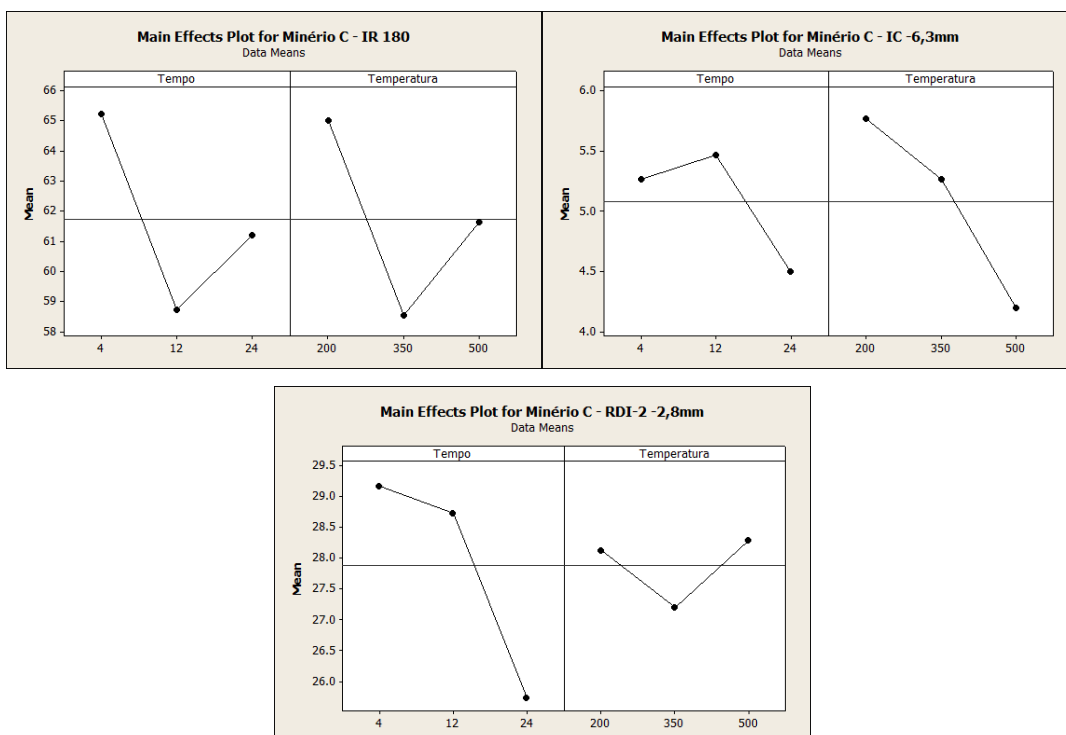
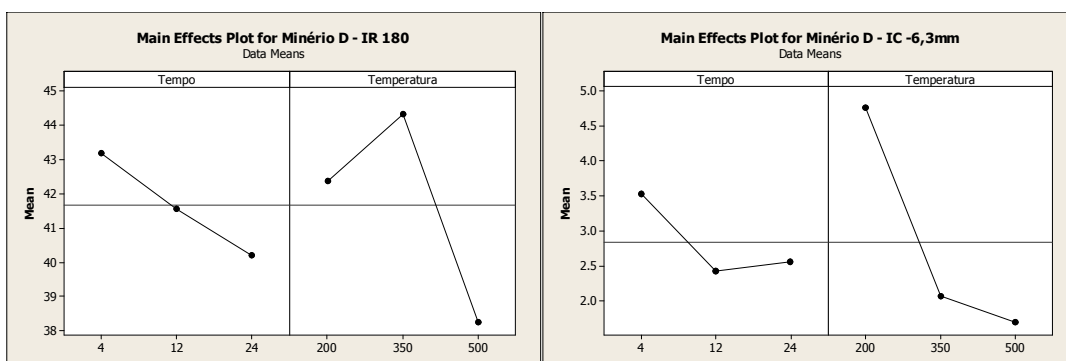


Figura 5.21 – Apresentação dos efeitos principais para o minério C.

Para o minério D, de acordo com os dados obtidos nas análises, pode-se afirmar que somente a temperatura de secagem exerce influência de forma significativa nas variáveis IC e IR. Não foram encontradas correlações significativas entre RDI e os fatores de secagem.

A figura 5.22 mostra o gráfico dos efeitos principais para o minério D.



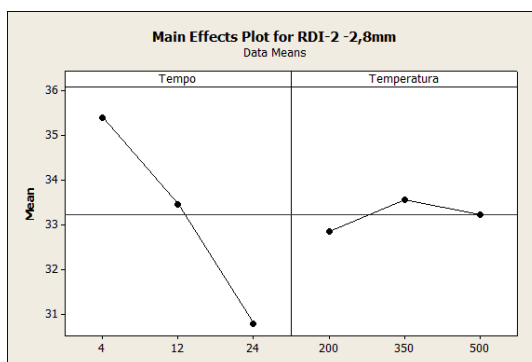


Figura 5.22 – Apresentação dos efeitos principais para o minério D.

Um quadro com resumo dos resultados obtidos é apresentado na tabela V.9, onde o campo que contém um traço representa que não há interação entre a propriedade avaliada do minério e fator de secagem. Já o campo que contém o símbolo \surd , representa correlação obtida entre a propriedade e o fator de secagem.

Tabela V.9 – Resumo das correlações obtidas.

| | Minério A | | Minério B | | Minério C | | Minério D | |
|-------------------------|-----------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|
| | Tempo | Temperatura | Tempo | Temperatura | Tempo | Temperatura | Tempo | Temperatura |
| IR ₁₈₀ | \surd | \surd | - | - | - | - | - | \surd |
| IC _{-6,3mm} | - | - | - | \surd | - | - | - | \surd |
| RDI-2 _{-2,8mm} | - | \surd | - | \surd | - | - | - | - |

Para os minérios A e D, pela análise de variância das médias, pode-se concluir que a variável resposta IR é influenciada pela secagem. Através da correlação dos resultados obtidos nos ensaios de secagem e resultados das análises metalúrgicas com dados de caracterização das amostras, pode-se avaliar como cada característica contribui para os resultados obtidos.

Pode-se correlacionar a variação de massa ($\% \Delta M$) das amostras com os valores obtidos de IR afim de avaliar semelhanças entre o comportamento apresentado para as amostras A e D. Através da figura 5.23 pode-se perceber que a medida que se eleva $\% \Delta M$ das amostras, há uma tendência de redução dos valores de IR encontrados nas análises. Esta tendência de redução pode ser explicada pelo fato de que durante a realização de ensaio de redutibilidade, a amostra é submetida a um aquecimento, que provoca o mesmo efeito

obtido pelos ensaios de secagem realizados, ou seja, parte das reações de remoção de umidade e calcinação que ocorrem normalmente durante o ensaio de redutibilidade, ocorreram durante a realização dos ensaios de secagem, contribuindo para reduções dos valores encontrados de IR.

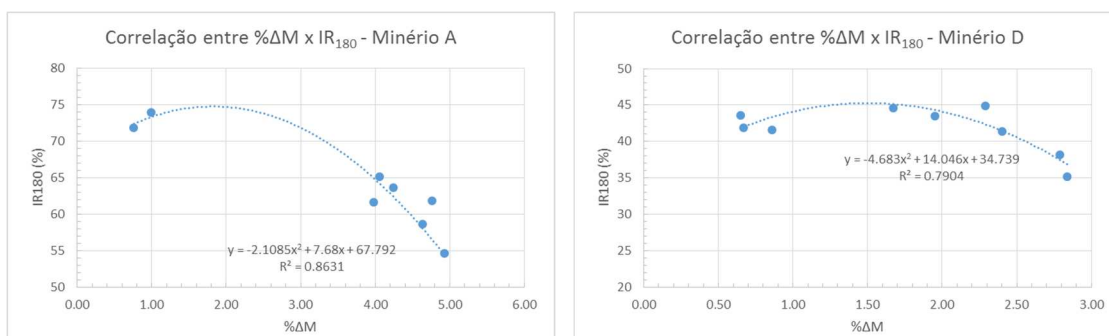


Figura 5.23 – Correlação entre %ΔM e IR para os minérios A e D.

Pode-se perceber que o comportamento é o mesmo apresentado para as duas amostras. Para o minério A, tem-se uma tendência de redução dos valores de IR, que se apresenta de forma mais acentuada do que para o minério D. Estas diferenças entre as duas curvas são explicadas a partir das diferenças entre as características que os dois minérios apresentam.

Avaliando a análise mineralógica dos dois minérios, pode-se perceber que há uma presença de goethita considerável para ambos os minérios (> 10%). Através de uma análise de regressão, pode-se estipular o valor IR como função dos parâmetros de secagem (tempo e temperatura), comportamento durante ensaio de secagem (%ΔM) e características das amostras (%GO), conforme equação 5.1.

$$IR = f(t, T, \Delta M, \%GO) \quad (5.1)$$

Utilizando o modelo de regressão do Minitab, pode-se determinar uma equação para determinação dos valores de IR para os dados obtidos para os minérios A e D. No anexo II, pode-se visualizar o quadro da saída do software para a regressão. A equação que representa esta regressão é apresentada na equação 5.2.

$$IR = 38.6 - 0.170t - 0.0027T - 3.03\Delta M + 1.14\%GO \quad (5.2)$$

Para os minérios B e D, pôde-se constatar que o fator temperatura, exerce influência sobre a variável resposta IC. Correlacionado os valores de $\% \Delta M$ encontrados com valores de IC, pode-se perceber um comportamento similar entre os dois minérios, conforme apresentado na figura 5.24.

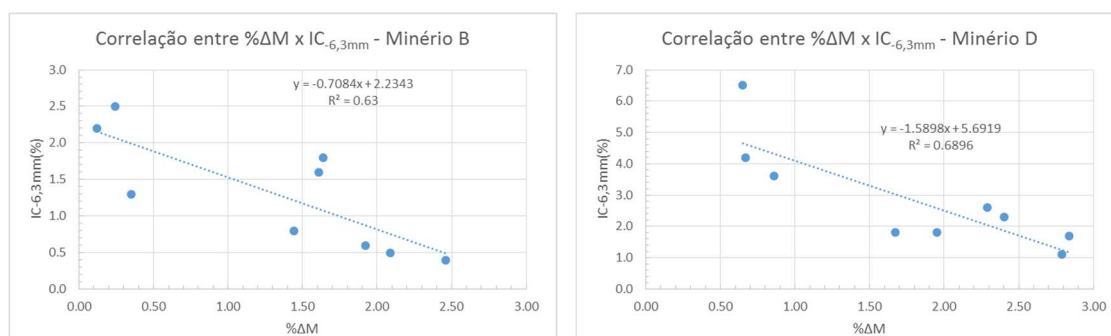


Figura 5.24 – Correlação entre $\% \Delta M$ e IC para os minérios B e D.

Para valores de $\% \Delta M$ mais elevados, (que ocorreram para tempos e temperaturas mais elevados, conforme figura 5.14) observou-se uma redução nos valores IC. Devido as ocorrências de partículas que se partiram durante os ensaios de secagem, pode-se concluir que parte da crepitação destes minérios foi realizada durante os ensaios de secagem. Além disso, os minérios B e D apresentaram menor porosidade em sua análise, que contribuiu para maior intensidade das crepitações ocorrerem.

Para os minérios A e B, os valores de RDI apresentaram variação significativa com relação à temperatura empregada nos ensaios de secagem. A correlação entre $\% \Delta M$ e RDI, permite constatar comportamento similar entre os minérios A e B. A figura 5.25 apresenta este comportamento.

Os valores de RDI apresentaram tendência a redução à medida que temos elevação nos valores de $\% \Delta M$. Avaliando-se o impacto da temperatura, conforme apresentado na figura 5.14, temperaturas mais elevadas representam maiores valores de $\% \Delta M$, ou seja, menores valores de RDI. Esta redução ocorre devido à parte da degradação ter ocorrido

durante os ensaios de secagem. A figura 5.26 apresenta de forma gráfica este comportamento.

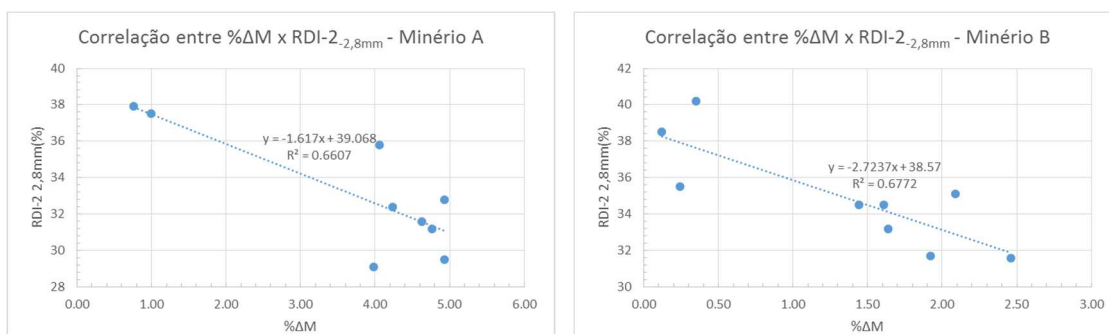


Figura 5.25 – Correlação entre %ΔM e RDI para os minérios A e B.

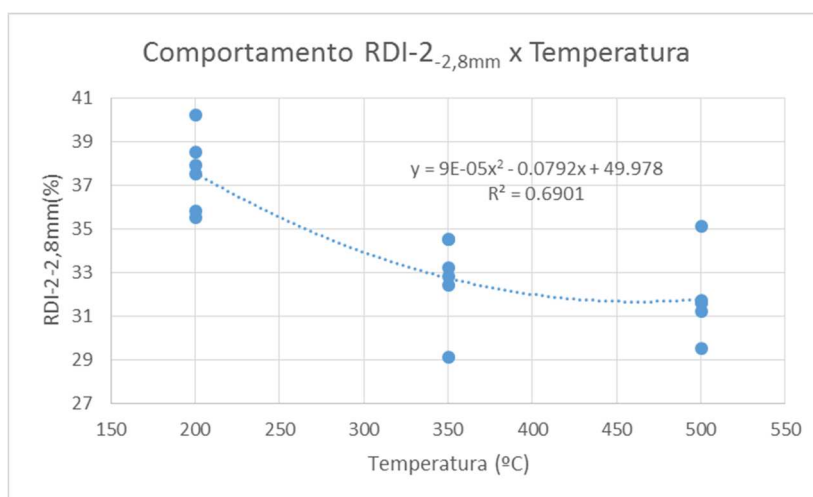


Figura 5.26 – Comportamento do RDI dos minérios A e B em relação à temperatura de secagem.

6. Conclusões

A partir do trabalho realizado, pôde-se concluir que os fatores de secagem (tempo e temperatura), afetaram as amostras dos minérios de formas diferentes.

Para o minério A os testes indicaram que o fator tempo afeta de forma significativa a variável IR_{180} , sendo que, quanto maior o tempo de exposição à secagem, menor o valor obtido de IR_{180} . Já a temperatura afeta as variáveis IR_{180} e $RDI-2-2,8mm$, sendo que, quanto maior os valores de temperatura de secagem, menores serão os valores de IR_{180} e $RDI-2-2,8mm$ encontrados.

Para o minério B os testes indicaram que somente o fator temperatura afeta de forma significativa as variáveis $IC-6,3mm$ e $RDI-2-2,8mm$. Pode-se observar que maiores temperaturas, obteve-se menores valores de $IC-6,3mm$ e $RDI-2-2,8mm$.

Para o minério C, não foram obtidos nos ensaios resultados significativos entre os fatores de secagem e as variáveis. Este fato pode estar relacionado à maior presença de quartzo em sua composição mineralógica.

Para o minério D os testes indicaram que somente o fator temperatura afeta de forma significativa as variáveis $IC-6,3mm$ e IR_{180} , sendo que maiores valores de temperatura levam à menores valores de $IC-6,3mm$ e IR_{180} .

Avaliando-se o comportamento dos minérios que se mostraram afetados em suas propriedades metalúrgicas pelos fatores de secagem estudados, pode-se concluir que a perda percentual de massa ($\% \Delta M$) tende a aumentar à medida que se aumentam os valores de tempo e temperatura de secagem. Esta perda está associada à retirada de umidade e calcinação das amostras, que durante os ensaios, contribuem de forma geral para redução dos valores analisados de IC, IR e RDI.

No caso dos minérios A e D, que apresentaram interação entre IR e os fatores de secagem, pode-se perceber que existe uma diferença na forma como estes dois minérios são

afetados. Para o minério A, os valores de IR apresentaram reduções de forma mais acentuada do que para o minério D, à medida que se eleva a $\% \Delta M$. As correlações obtidas entre $\% \Delta M$, PPC, presença de goethita na composição mineralógica, nos permite fazer uma associação entre estas características e o comportamento dos minérios. O modelo de análise de regressão descrito, nos mostra relação entre as características dos minérios e os valores de IR.

Para os minérios B e D que apresentaram valores de IC influenciados pelos parâmetros de secagem, pode-se concluir que à medida que se aumenta temperatura de secagem, os valores de IC obtidos apresentam tendência de redução. Observou-se que as amostras B e D apresentaram os menores valores de porosidade na caracterização.

Os minérios A e B, apresentaram interação significativa entre os parâmetros de secagem e os valores de RDI. A redução nos valores de RDI obtida para os ensaios de secagem com aumento das temperaturas de exposição, indicam que a degradação se inicia durante o processo de secagem.

7. Relevância dos resultados

De acordo com os resultados encontrados, pode-se considerá-los como relevantes, visto que conseguimos atender aos objetivos propostos, de correlacionar fatores de secagem de minérios de ferro com propriedades metalúrgicas que estes apresentam.

Através deste estudo, pode-se justificar investimentos na área de altos-fornos com intuito de elevação de temperaturas nos sistemas de secagem existentes.

8. Sugestões para trabalhos futuros

Como oportunidade para futuro, pode-se avaliar diferentes tipos de minério com mesma composição mineralógica para avaliar a extensão das diferenças e uma correlação entre a variação dos parâmetros de secagem e as propriedades metalúrgicas.

Para avaliar maiores impactos nas alterações, ranges de trabalho para tempo e temperatura de secagem mais abertos também podem ser testados.

9. Anexo I

Análise de variância para minério A:

| Analysis of Variance for IC -6,3mm - Minério A , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 0.0289 | 0.0289 | 0.0144 | 0.10 | 0.908 |
| Temperatura | 2 | 0.8622 | 0.8622 | 0.4311 | 2.95 | 0.163 |
| Error | 4 | 0.5844 | 0.5844 | 0.1461 | | |
| Total | 8 | 1.4756 | | | | |

S = 0.382245 R-Sq = 60.39% R-Sq(adj) = 20.78%

| Analysis of Variance for IR 180 - Minério A , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|-------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 154.43 | 154.43 | 77.21 | 10.83 | 0.024 |
| Temperatura | 2 | 291.22 | 291.22 | 145.61 | 20.43 | 0.008 |
| Error | 4 | 28.51 | 28.51 | 7.13 | | |
| Total | 8 | 474.16 | | | | |

S = 2.66979 R-Sq = 93.99% R-Sq(adj) = 87.97%

| Analysis of Variance for RDI-2 -2,8mm - Minério A , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|-------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 2.496 | 2.496 | 1.248 | 0.47 | 0.658 |
| Temperatura | 2 | 71.869 | 71.869 | 35.934 | 13.40 | 0.017 |
| Error | 4 | 10.724 | 10.724 | 2.681 | | |
| Total | 8 | 85.089 | | | | |

S = 1.63741 R-Sq = 87.40% R-Sq(adj) = 74.79%

Análise de variância para minério B:

| Analysis of Variance for IC -6,3mm - Minério B , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 0.1800 | 0.1800 | 0.0900 | 0.31 | 0.753 |
| Temperatura | 2 | 3.4200 | 3.4200 | 1.7100 | 5.80 | 0.066 |
| Error | 4 | 1.1800 | 1.1800 | 0.2950 | | |
| Total | 8 | 4.7800 | | | | |

S = 0.543139 R-Sq = 75.31% R-Sq(adj) = 50.63%

| Analysis of Variance for IR 180 - Minério B , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 32.35 | 32.35 | 16.17 | 1.48 | 0.330 |
| Temperatura | 2 | 77.69 | 77.69 | 38.84 | 3.55 | 0.130 |
| Error | 4 | 43.71 | 43.71 | 10.93 | | |
| Total | 8 | 153.74 | | | | |

S = 3.30555 R-Sq = 71.57% R-Sq(adj) = 43.14%

| Analysis of Variance for RDI-2 -2,8mm - Minério B , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 7.962 | 7.962 | 3.981 | 1.28 | 0.372 |
| Temperatura | 2 | 45.342 | 45.342 | 22.671 | 7.29 | 0.046 |
| Error | 4 | 12.431 | 12.431 | 3.108 | | |
| Total | 8 | 65.736 | | | | |

S = 1.76289 R-Sq = 81.09% R-Sq(adj) = 62.18%

Análise de variância para minério C:

| Analysis of Variance for <u>IC -6,3mm - Minério C</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 1.562 | 1.562 | 0.781 | 0.27 | 0.773 |
| Temperatura | 2 | 3.842 | 3.842 | 1.921 | 0.67 | 0.559 |
| Error | 4 | 11.391 | 11.391 | 2.848 | | |
| Total | 8 | 16.796 | | | | |

S = 1.68754 R-Sq = 32.18% R-Sq(adj) = 0.00%

| Analysis of Variance for <u>IR 180 - Minério C</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 64.60 | 64.60 | 32.30 | 0.53 | 0.623 |
| Temperatura | 2 | 62.76 | 62.76 | 31.38 | 0.52 | 0.630 |
| Error | 4 | 241.95 | 241.95 | 60.49 | | |
| Total | 8 | 369.32 | | | | |

S = 7.77739 R-Sq = 34.49% R-Sq(adj) = 0.00%

| Analysis of Variance for <u>RDI-2 -2,8mm - Minério C</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 20.976 | 20.976 | 10.488 | 2.13 | 0.235 |
| Temperatura | 2 | 2.109 | 2.109 | 1.054 | 0.21 | 0.816 |
| Error | 4 | 19.731 | 19.731 | 4.933 | | |
| Total | 8 | 42.816 | | | | |

S = 2.22099 R-Sq = 53.92% R-Sq(adj) = 7.83%

Análise de variância para minério D:

| Analysis of Variance for <u>IC -6,3mm - Minério D</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------|----|---------|---------|--------|------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 2.1622 | 2.1622 | 1.0811 | 1.18 | 0.396 |
| Temperatura | 2 | 16.8289 | 16.8289 | 8.4144 | 9.17 | 0.032 |
| Error | 4 | 3.6711 | 3.6711 | 0.9178 | | |
| Total | 8 | 22.6622 | | | | |

S = 0.958007 R-Sq = 83.80% R-Sq(adj) = 67.60%

| Analysis of Variance for <u>IR 180 - Minério D</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|-------|--------------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 13.536 | 13.536 | 6.768 | 2.97 | 0.162 |
| Temperatura | 2 | 57.482 | 57.482 | 28.741 | 12.63 | 0.019 |
| Error | 4 | 9.104 | 9.104 | 2.276 | | |
| Total | 8 | 80.122 | | | | |

S = 1.50868 R-Sq = 88.64% R-Sq(adj) = 77.27%

| Analysis of Variance for <u>RDI-2 -2,8mm - Minério D</u> , using Adjusted SS for Tests | | | | | | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|----|--------|--------|--------|------|-------|
| Source | DF | Seq SS | Adj SS | Adj MS | F | P |
| Tempo | 2 | 32.009 | 32.009 | 16.004 | 2.65 | 0.185 |
| Temperatura | 2 | 0.736 | 0.736 | 0.368 | 0.06 | 0.942 |
| Error | 4 | 24.191 | 24.191 | 6.048 | | |
| Total | 8 | 56.936 | | | | |

S = 2.45922 R-Sq = 57.51% R-Sq(adj) = 15.02%

10. Anexo II

Análise de regressão para IR:

| Regression Analysis: IR versus Tempo; Temperatura; ΔMassa; % GO | | | | | |
|------------------------------------------------------------------------|----------|---------|--------|-------|-------|
| The regression equation is | | | | | |
| IR = 38.6 - 0.170 Tempo - 0.0027 Temperatura - 3.03 ΔMassa + 1.14 % GO | | | | | |
| Predictor | Coef | SE Coef | T | P | |
| Constant | 38.627 | 4.572 | 8.45 | 0.000 | |
| Tempo | -0.1700 | 0.1185 | -1.43 | 0.175 | |
| Temperatura | -0.00274 | 0.01236 | -0.22 | 0.828 | |
| ΔMassa | -3.028 | 1.275 | -2.37 | 0.034 | |
| % GO | 1.1446 | 0.1289 | 8.88 | 0.000 | |
| S = 3.65013 R-Sq = 93.0% R-Sq(adj) = 90.9% | | | | | |
| Analysis of Variance | | | | | |
| Source | DF | SS | MS | F | P |
| Regression | 4 | 2303.07 | 575.77 | 43.21 | 0.000 |
| Residual Error | 13 | 173.21 | 13.32 | | |
| Total | 17 | 2476.28 | | | |
| Source | DF | Seq SS | | | |
| Tempo | 1 | 110.72 | | | |
| Temperatura | 1 | 195.21 | | | |
| ΔMassa | 1 | 947.12 | | | |
| % GO | 1 | 1050.02 | | | |

11. Referências Bibliográficas

ARAÚJO, L.A. *Manual de Siderurgia*. 2ª edição. São Paulo: Editora Arte & Ciência, 2005. 470 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. *ABNT NBR ISO 3082:2011*, Minérios de ferro – Procedimentos de amostragem e preparação de amostra. Rio de Janeiro, 2011, 91p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. *ABNT NBR ISO 7215:2009*, Minérios de ferro como insumo para alto-forno – Determinação da redutibilidade pelo índice de grau de redução final. Rio de Janeiro, 2009, 11p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. *ABNT NBR ISO 4696-2:2008*, Minérios de ferro como insumo para alto-forno – Determinação dos índices de desintegração sob redução a baixa temperatura pelo método estático. Parte 2: Redução com CO e N₂. Rio de Janeiro, 2008, 10p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. *ABNT NBR ISO 8371:2007*, Minérios de ferro como insumo para alto-forno – Determinação do índice de crepitação. Rio de Janeiro, 2007, 5p.

BEER, F.C.; MIDDLETON, M.F.; HILSON, J. *Neutron radiography of porous rocks and iron ore*. Applied Radiation and Isotopes, v.61, n.4, p487-495, out. 2004.

CASTRO, L.F.A.; FIGUEIRA, R.M.; TAVARES, R.P. *Princípios Básicos e Processos de Fabricação do Gusa ao Aço líquido*; Belo Horizonte: Apostila da disciplina Siderurgia I, DEMET, UFMG. 2009. 109p.

DANA, J. D. *Manual de Mineralogia*; 1ª edição. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S. A., 1984. 642 p.

FERNANDES, E.Z. *Aplicação da caracterização tipológica ao planejamento de lavra de minério de ferro*; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2003. 125p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas).

GEERDES, M.; TOXOPEUS, H.; VAN DER VLIET, C. *Modern Blast Furnace Ironmaking an introduction*. Amsterdam: IOS Press, 2009. 176p.

KANEKO, K.M. Processos de Exploração e beneficiamentos de minério de ferro. In: I WORKSHOP DE MINERAÇÃO DA GERDAU, nº 1, 2015, Belo Horizonte.

MONTEGOMERY, D.C.; RUNGER, G.C. *Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros*. Edição 5ª. Editora: LTC; 2012. 548p.

MURAKAMI, T. et al. *Reduction disintegration behavior of iron ore sinter under high H₂ e H₂O conditions*; ISIJ International, vol.52, n. 8, p1447-1453, mar. 2012.

MUWANGUZI, A.J.B. et al. *Effect of different factors on low temperature degradation on hematite iron ore during reduction*; Metallurgical Research and Technology, vol.111, n.1, p57-66, mar. 2014.

MUWANGUZI, A.J.B. et al. *Characterisation of physical and metallurgical properties of natural iron ore for iron production*; International Scholarly Research Network, vol.2012, p1-9, jun. 2012.

MUWANGUZI, A.J.B. et al. *Characterisation of chemical composition and microstructure of natural iron ore from Muko deposits*; International Scholarly Research Network, vol.2012, p1-9, jun. 2012.

NĚMEC, M.; WACKER, L.; GÄGGELER, H. *Optimization of the graphitization process at AGE-1*. 20th International Radiocarbon Conference Proceedings, edited by A J T Jull. v.52, n.2-3, p1380-1393, jan. 2010.

NETO, A.N.S. et al. Entendendo a especificação de minério de ferro para Alto-Forno. In: Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro, 3, 2001, Ouro Preto, MG. *Anais III Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro*. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001. p.113-123.

NEVES, L.; TEIXEIRA, R.L.P.; GOUVEIA, L.L.A. *Estudo do reaproveitamento do gás de topo de Alto-Forno a carvão vegetal para redução do fenômeno de crepitação em granulados de minério de ferro*; Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, São Paulo, v. 12, n. 1, p.77-81, jan./mar 2015.

PENA, E.Q. et. al. *Caracterização dos parâmetros de porosidade de concentrados de minério de ferro pelo método de adsorção de nitrogênio*; Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.4, n.4, p.53-57, abr.-jun. 2008.

ROSIÈRE, C.A. et. al. *Um modelo para a evolução microestrutural dos minérios de ferro do Quadrilátero Ferrífero. Parte I - estruturas e recristalização*; Geonomos, Belo Horizonte, v.1, n.1 e 2, p. 65-84, 1993.

SANTOS, W.K. *Rotas de processo para concentração de minérios itabiríticos e hematíticos da mina de fábrica*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2009. 155p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia de Minas).

STREZOV, V. et al. *Structural deterioration of iron ore particles during thermal processing*; International Journal of Mineral Processing, vol.100, n. 1, p.27-32, abr. 2011.

VAN DER VYVER, W.F. et al. *Disintegration of Northern Cape iron ores under reducing conditions*, Ironmaking and Steelmaking, vol.36, n. 5, p.354-362, out. 2009.

VARAJÃO, C.A.C et. al. *Microporosity of BIF hosted massive hematite ore, Iron quadrangle, Brazil*. Anais da Academia Brasileira de Ciências, vol.74, n.1, p.113-126, set. 2002.