

## 5 Investigações Preliminares

Para proposição de uma abordagem para condução dos estudos propostos neste trabalho, foram realizadas investigações preliminares com intuito de caracterizar a ocorrência do fósforo no *pellet feed*, nas pelotas queimadas, bem como, propor técnicas para caracterização das diversas fases presentes.

### 5.1. Procedimento Experimental

#### 5.1.1. Caracterização da Ocorrência do Fósforo no *Pellet Feed* e Fases Escorificadas das Pelotas PRDMX

Para caracterizar a ocorrência do fósforo no *pellet feed* utilizado para produção de pelotas, tipo redução direta, foi coletado no processo produtivo da Samarco, uma amostra representativa. Foram realizadas as caracterizações químicas e físicas da amostra.

Foram preparadas pastilhas embutidas em resina epóxi para observação das fases presentes através de microscopia óptica e eletrônica, para as quais foram utilizados: um Microscópio Óptico *Zeiss AxioPlan 2ie* motorizado e controlado por software, um Microscópio Eletrônico de Varredura ZEISS. Modelo DSM 960 (PUC), conforme Figura 43.

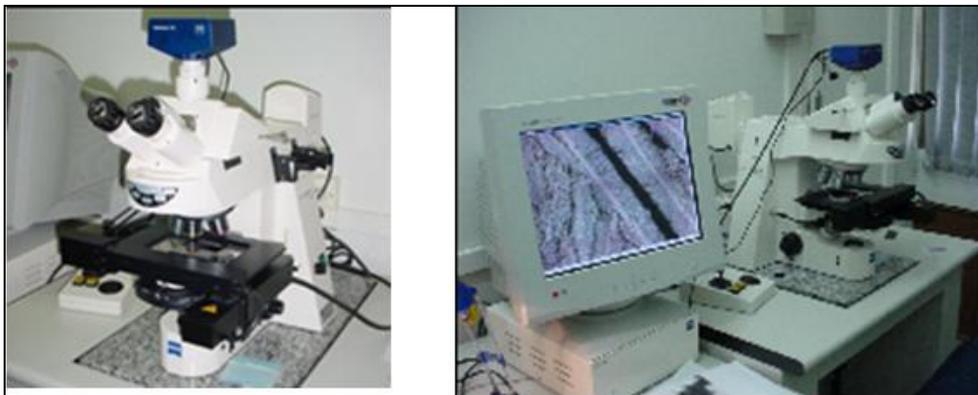


Figura 43 - Microscópio óptico *Zeiss AxioPlan*.microscópio Eletrônico de Varredura ZEISS. Modelo DSM 960 (PUC).

As seguintes técnicas para caracterização das fases foram utilizadas:

- Micrografias, com diferentes aumentos.
- Campo Estendido 3 x 7, com diferentes aumentos.
- Análises pontuais de elementos químicos (EDS).

Para avaliar a ocorrência do fósforo nas fases escorificadas, foram produzidas amostras de pelotas em disco pelotamento piloto, Figura 44, com diferentes basicidades binárias: 0,09; 0,6; 1,0 1,1. Sendo que o teor de sílica foi mantido em 1,20%. As pelotas foram aditivadas com aglomerante orgânico, calcário calcítico e carvão antracítico, conforme apresenta na Tabela 6.



Figura 44 - Disco piloto para produção de pelotas cruas.

Tabela 6 - Aditivos utilizados para a produção de pelotas verdes, análise química das pelotas queimadas, caracterização física das pelotas na camada superior, intermediária e inferior do *pot grate* e temperaturas obtidas nas três camadas e caixa de vento durante as queimas.

 GERÊNCIA DE ENGENHARIA DE PROCESSO E AUTOMAÇÃO - POT GRATE				
0102/07 - TESTE				
TESTE	1	2	3	
DATA	18/9/2007	19/9/2007	27/9/2007	
POT N°	164/07	166/07	188/07	
ALGOMERANTE UTILIZADO	PERIDUR SAM 330	PERIDUR SAM 330	PERIDUR SAM 330	
DOSAGEM DE AGLOMERANTE (%)	0,200	0,035	0,035	
BASICIDADE BINÁRIA	SEM CALCÁRIO	1,00	1,10	
DOSAGEM DE CARVÃO	SEM CARVÃO	1,050% Ccmi	1,050% Ccmi	
RITMO DE PRODUÇÃO (mt/ano)	13,8	13,8	13,8	
ANÁLISES QUÍMICAS				
	CAMADA SUPERIOR	CAMADA INTERMEDIÁRIA	COMPOSTO	COMPOSTO
FeT (%)	68,74	68,76	67,83	67,65
FeO (%)	0,18	0,35	0,53	0,83
SiO <sub>2</sub> (%)	1,01	1,02	1,18	1,20
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	0,34	0,34	0,41	0,42
CaO (%)	0,09	0,10	1,20	1,37
MgO (%)	0,03	0,03	0,10	0,12
P (%)	0,039	0,041	0,040	0,040
B <sub>2</sub>	0,09	0,10	1,02	1,14
Cr (%)	0,001	0,001	0,010	0,004
V (%)	0,001	0,001	0,003	0,002
Zn (%)	0,002	0,002	0,002	0,002
S (%)	--	--	--	--
Cu (%)	0,002	0,002	0,002	0,002
K <sub>2</sub> O (%)	0,002	0,002	0,003	0,004
Na <sub>2</sub> O (%)	0,031	0,041	0,025	0,031
TiO <sub>2</sub> (%)	0,032	0,031	0,041	0,039
Mn (%)	0,038	0,039	0,050	0,046
TESTES FÍSICOS				
COMPRESSÃO -16,0 +12,5 mm				
COMPOSTO GERAL (MÉDIA)				
Média (kgf/pel.)	249	372	311	
DP	98	133	109	
-200 (%)	30	13	21	
CAMADA SUPERIOR				
Média (kgf/pel.)	263	330	262	
DP	82	141	125	
-200 (%)	20	14	37	
CAMADA INTERMEDIÁRIA				
Média (kgf/pel.)	235	471	393	
DP	114	135	95	
-200 (%)	40	2	2	
CAMADA INFERIOR				
Média (kgf/pel.)	--	314	278	
DP	--	124	107	
-200 (%)	--	22	24	
TEMPERATURA MÁXIMA ATINGIDA NO LEITO DE PELOTAS DURANTE A QUEIMA (°C)				
CAMADA SUPERIOR	1382	1386	1385	
CAMADA INTERMEDIÁRIA	1300	1372	1376	
CAMADA INFERIOR	984	1326	1341	
CAIXA DE VENTO	414	541	599	

As pelotas verdes com diferentes basicidades foram endurecidas, em escala piloto utilizando-se o forno piloto *Pot Grate* (Figura 45), equipamento completamente automatizado e capaz de submeter o leito de pelotas a um ciclo térmico muito semelhante àqueles utilizados no processamento industrial, a Tabela 6 apresenta todos os resultados das caracterizações, química e física, obtidas a partir das pelotas queimadas.

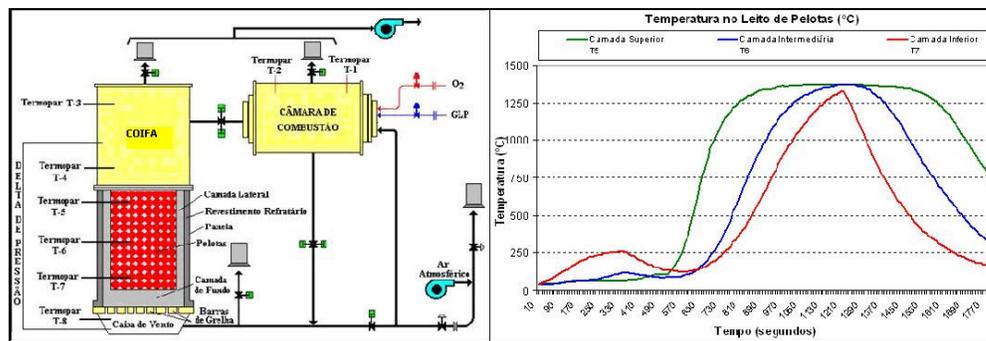


Figura 45 - Equipamento para simulação do processo de endurecimento de pelotas de minério de ferro – *Pot Grate*. À direita ciclo térmico, perfis de temperatura em diferentes camadas: superior, intermediária e inferior, de um teste de queima hipotético.

As amostras de pelotas queimadas foram embutidas em resina epoxy e especialmente preparadas para análise em microscopia ótica e MEV.

## 5.1.2. Resultados das Investigações Preliminares

### 5.1.2.1. Caracterização das Fases Presentes no *Pellet Feed*

As Figura 46 e Figura 47, foram obtidas através da técnica de campo expandido (mosaico 3x7), através delas pode-se observar a grande diversidade, forma e tamanho das fases mineralógicas que compõe o *pellet feed*. A Figura 48 apresenta a caracterização mineralógica das fases em destaque na Figura 47.

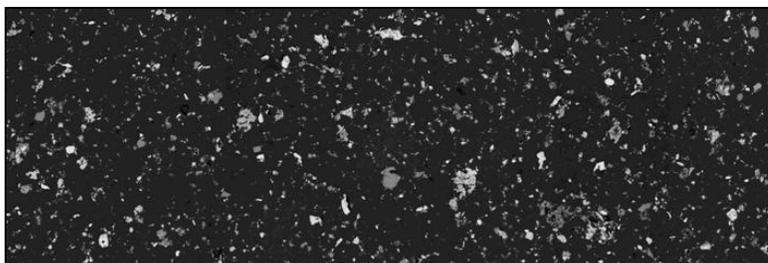


Figura 46 - Amostra de *pellet feed* campo estendido, espécies mineralógicas 100X.

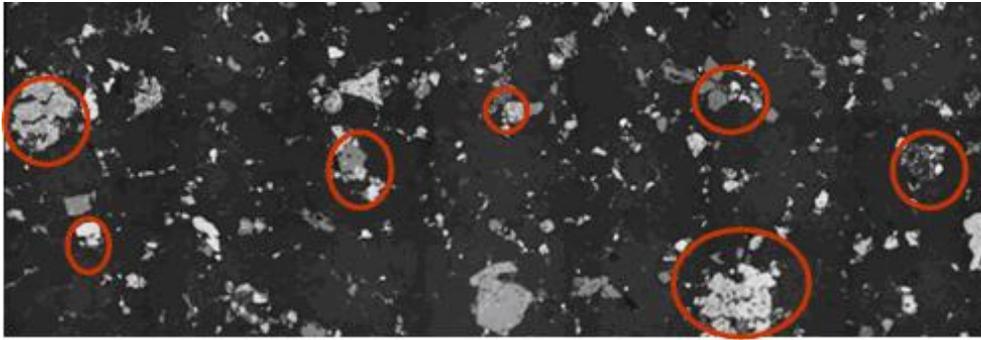


Figura 47 - Amostra de *pellet feed* campo estendido, espécies mineralógicas 500X.

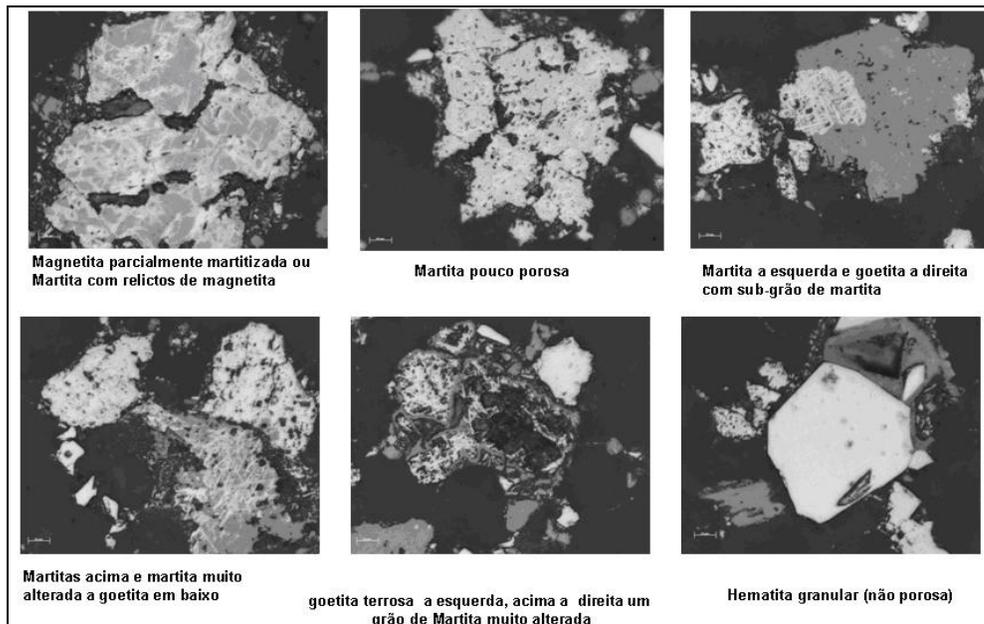


Figura 48 – Micrografias das fases mineralógicas do *Pellet Feed* (1000X).

### 5.1.2.2.

#### Caracterização da Ocorrência de Fósforo no *Pellet Feed*

Os resultados da caracterização do fósforo no *pellet feed*, por microscopia de varredura (Figura 49, Figura 51 e Figura 53) e suas respectivas análise químicas por EDS (Figura 50, Figura 52 e Figura 54), mostram que tal elemento está presente em pequenas inclusões, associadas ao cálcio e sílica.

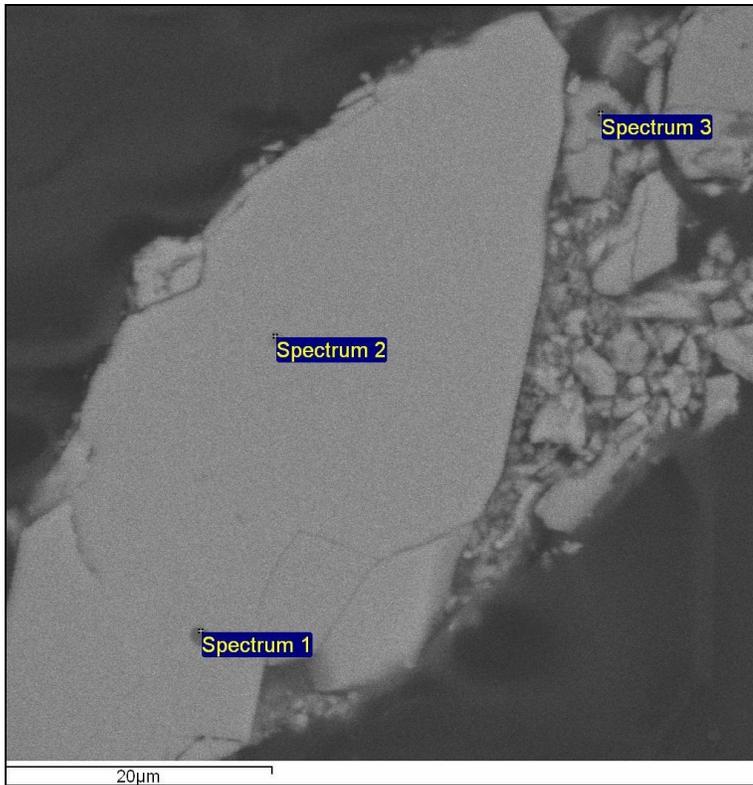


Figura 49 – Micrografia: Presença de fósforo em inclusões com associação de cálcio, em uma partícula de hematita especular ou especularita.

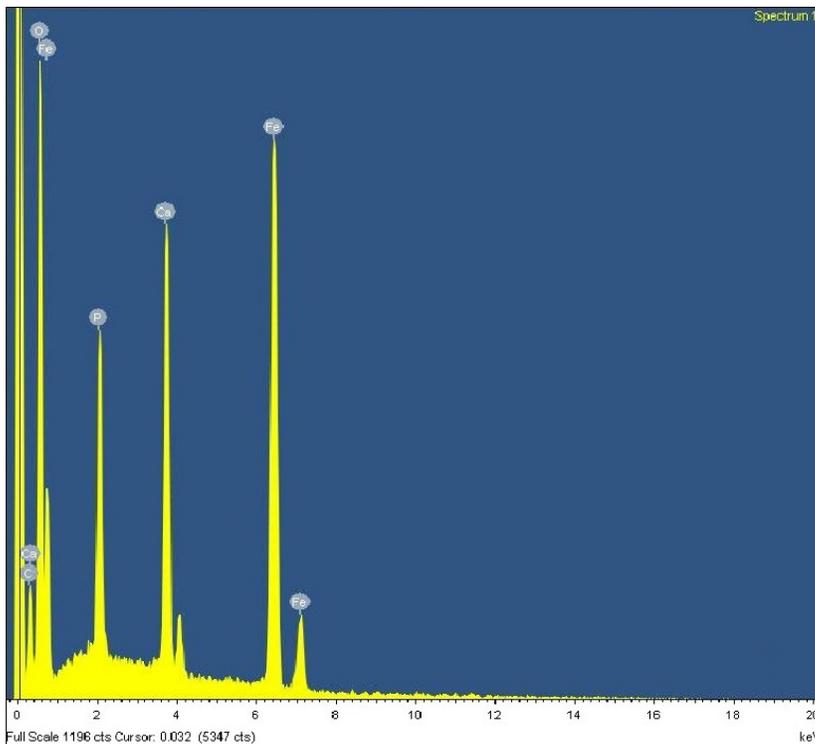


Figura 50 – Análise química por EDS. *Spectrum 1*: Presença de fósforo em inclusões com associação de cálcio, em uma partícula de hematita especular ou especularita.

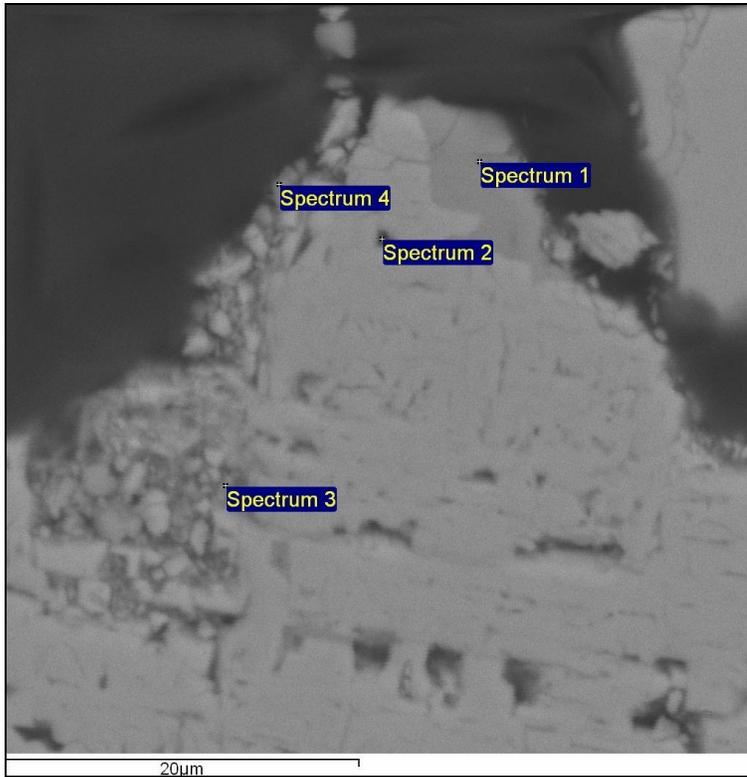


Figura 51 - Micrografia: Grão de martita e agregado de partículas de hematitas e goethitas.

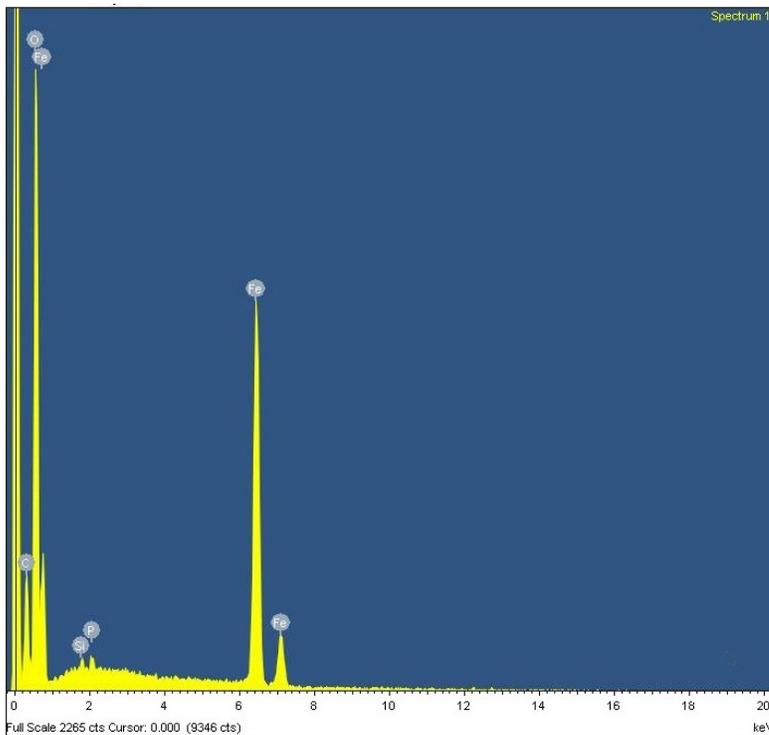


Figura 52 - – Análise química por EDS. Observa-se presença de fósforo na partícula de goethita no *Spectrum 1*, associado a silício.

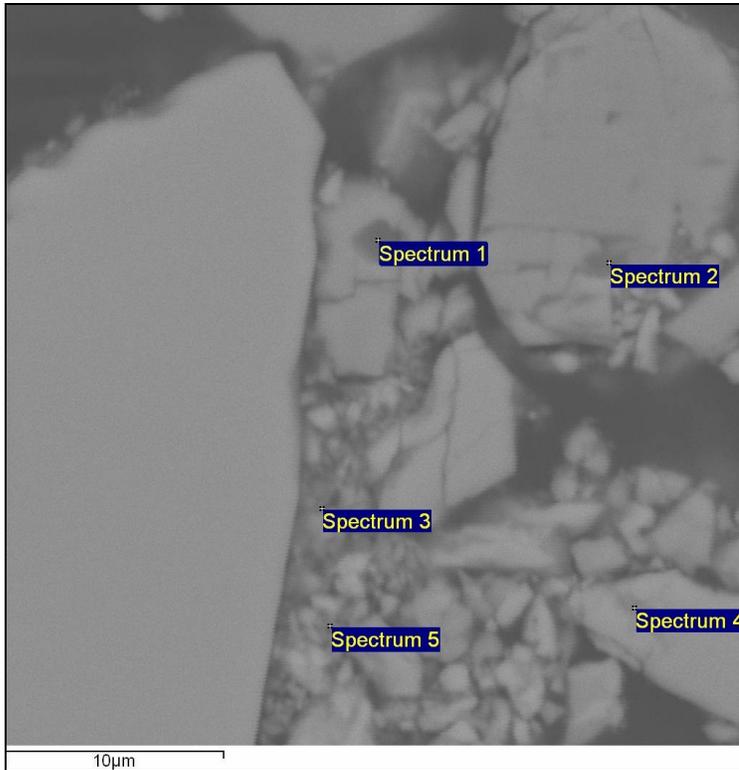


Figura 53 - Micrografia: Grão de hematita especular, à esquerda e agregado de partículas de hematitas e goethitas à direita.

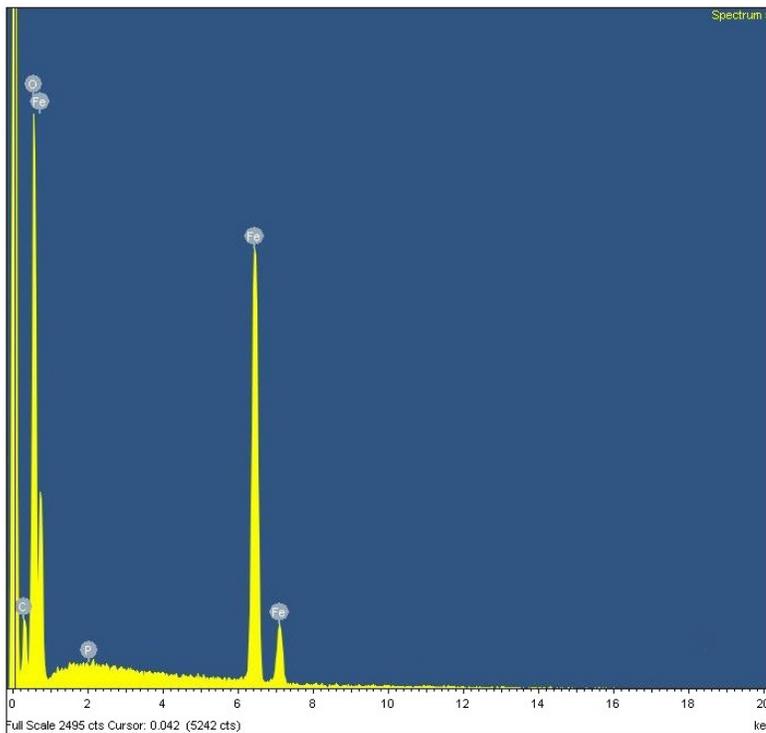


Figura 54 - Análise química por EDS. Presença de fósforo no *Spectrum 5*, provavelmente um agregado de goethita.

### 5.1.2.3.

#### Caracterização da Ocorrência de Fósforo nos Pelotas PDRMX

##### 5.1.2.3.1.

#### Resultados da Caracterização de Pelotas com Basicidade de 0,09

Nas pelotas com basicidade de 0,09, não foram encontradas fases portadoras de fósforo, apenas discreta presença de cálcio nos contornos de grãos conforme Figura 55 e Figura 56.

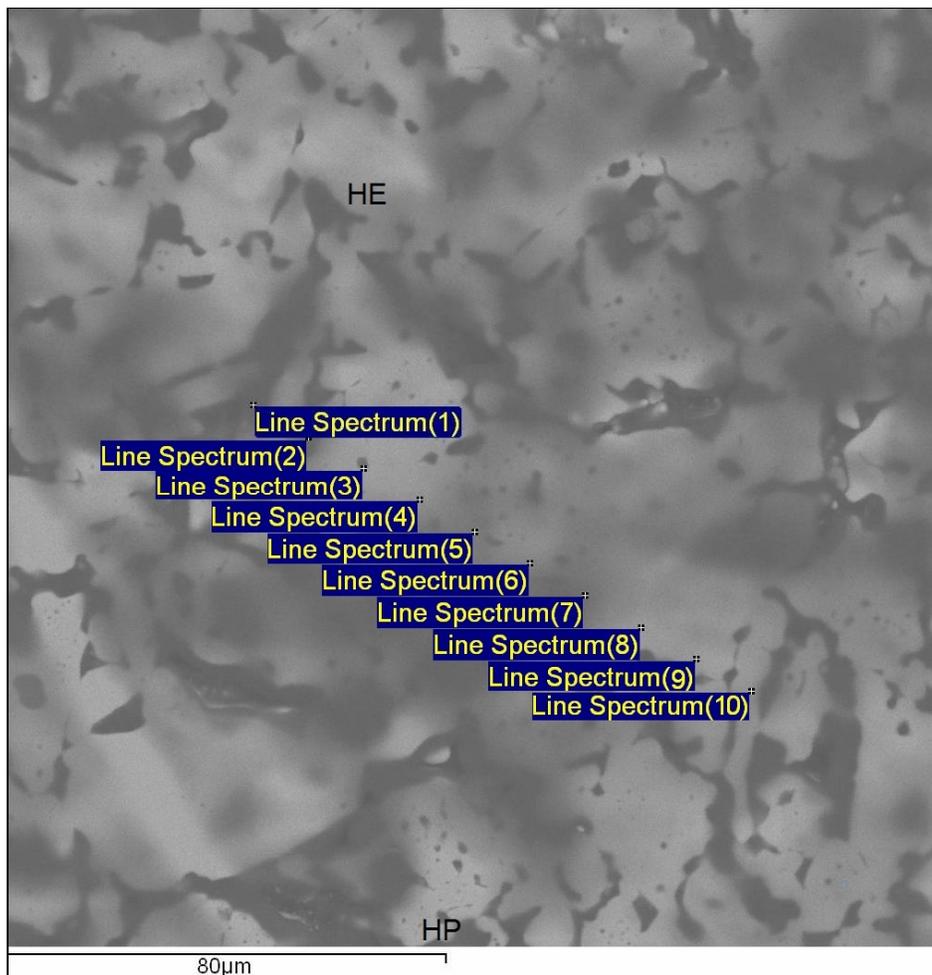


Figura 55 - Micrografia: Grão de hematita especular (HE) e hematitas porosas (HP) provenientes da transformação das goethitas e ou martitas.

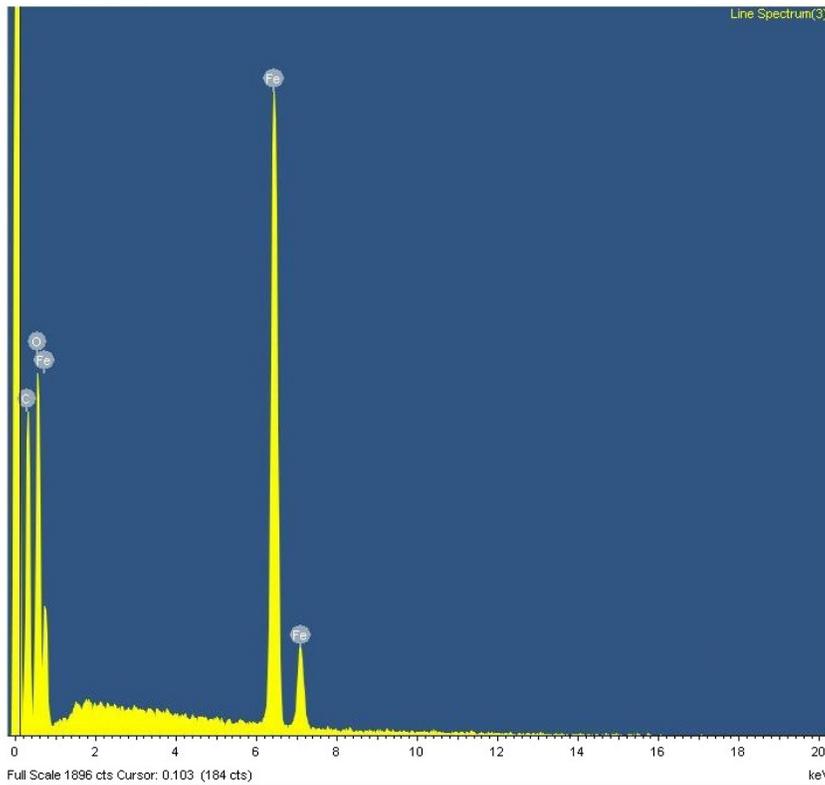


Figura 56 - Análise química por EDS, onde não foi constatada a presença de fósforo.

#### 5.1.2.3.2.

#### Resultados da Caracterização de Pelotas com Basicidade de 0,6

Através dos ensaios de MEV observou-se nas pelotas com basicidade de 0,6 poucas incidências de fases escorificadas nas regiões próximo a borda, apenas presença discreta de sílica e cálcio. Observou-se grandes concentrações de grãos de hematitas especulares e porosas, proveniente, provavelmente das transformações de fases das martitas e goethitas durante o processo de endurecimento, Figura 57 e Figura 58. Nas regiões mais centrais das pelotas, observam-se fases escorificadas abundante nos contornos de grão, presença de fósforo associado ao cálcio e silício, Figura 59 e Figura 60, principalmente próximo às fases porosas.

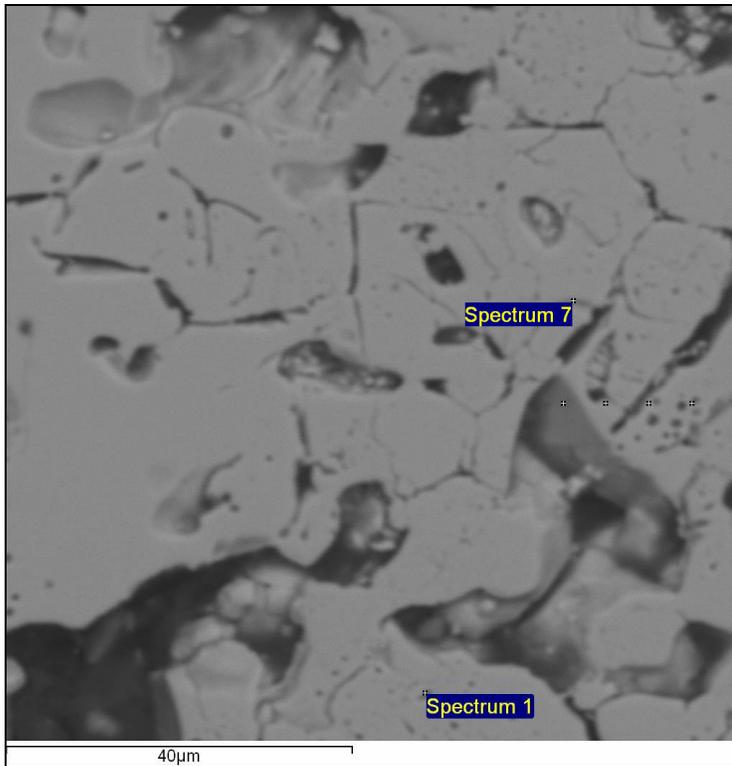


Figura 57 - Micrografia (aumento 1000x): Fases sinterizadas compactas e porosas nas “bordas” das pelotas com basicidade 0,6.

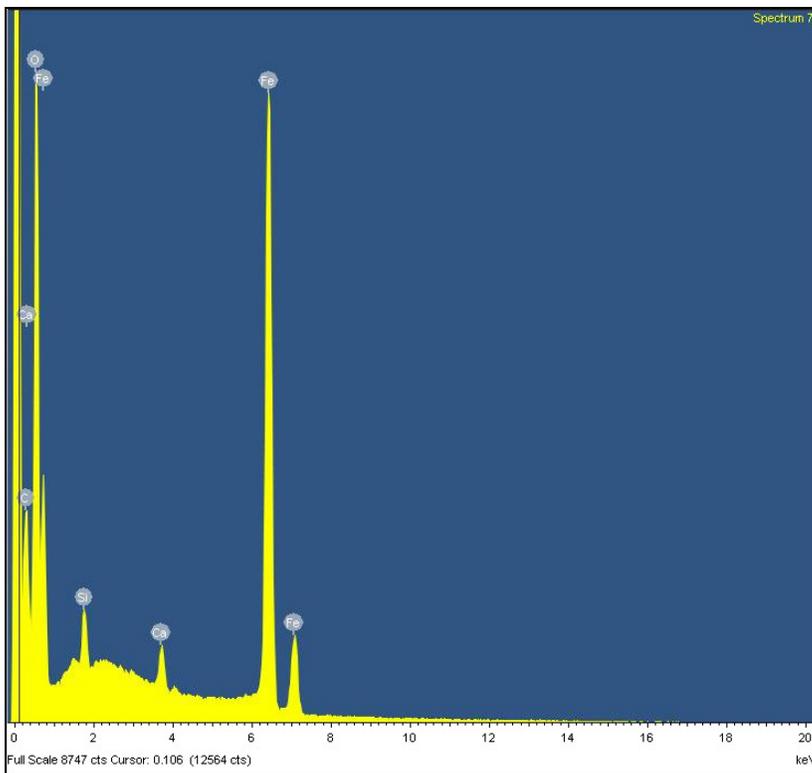


Figura 58 - Análise química por EDS no *Spectrum 7*: presença discreta de sílica e cálcio.



**5.1.2.3.3.****Resultados da Caracterização de Pelotas com Basicidade de 1,0**

A estrutura e fases presentes são semelhantes ao caso anterior, observam-se grandes concentrações de grãos, principalmente, de hematitas especulares e fases porosas, provavelmente oriundas das transformações de fases das martitas e goethitas durante o processo de sinterização, Figura 61. Nas regiões mais centrais das pelotas, fases escorificadas abundante nos contornos de grão e presença de fósforo associado ao cálcio e silício. Na Figura 62 pode-se observar a presença de silício, cálcio e fósforo nas fases escorificadas.

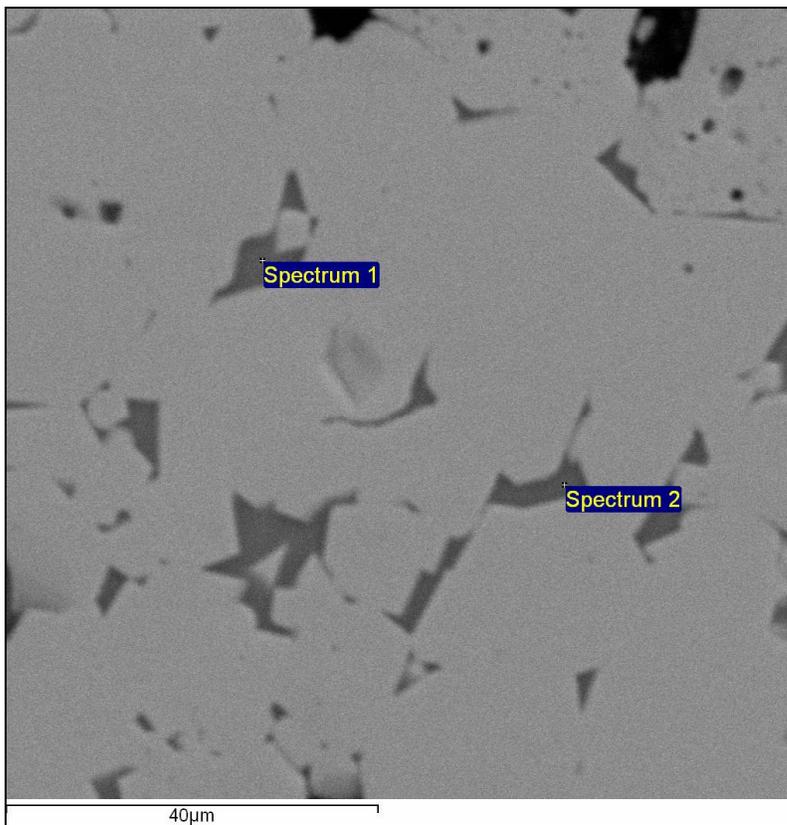


Figura 61 - Micrografia (aumento 1000x): sinterizadas na "bordas" das pelotas com basicidade 1,0.

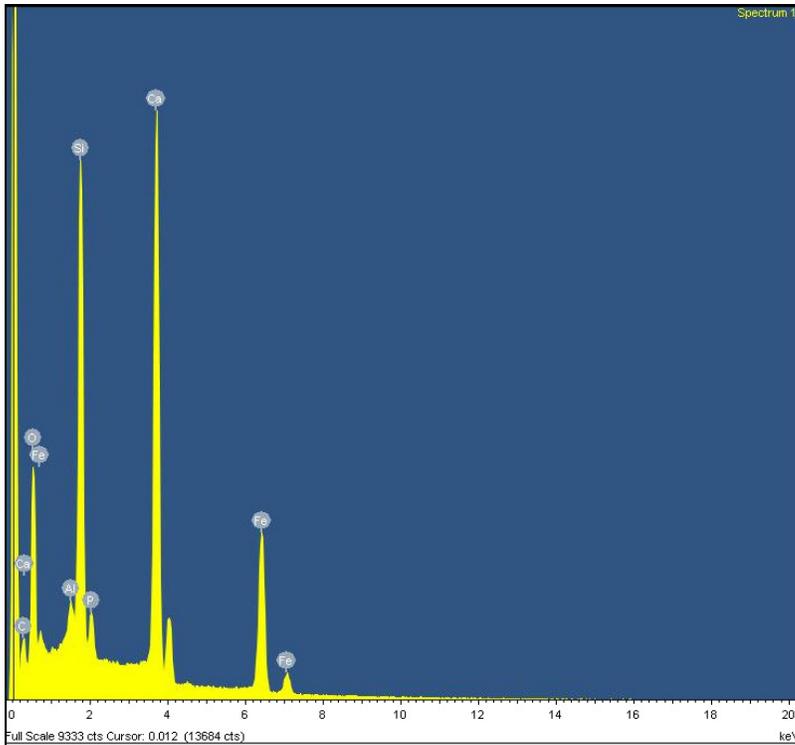


Figura 62 - Análise química por EDS no *Spectrum 1*: presença de fases escorificadas com presença de silício, cálcio e fósforo.

#### 5.1.2.3.4.

#### Resultados da Caracterização de Pelotas com Basicidade de 1,1

Nas pelotas com basicidade de 1,1, verificou-se grande predominância de fases escorificadas portadoras de fósforo, cálcio e silício nos contornos de grão e nas “pseudos inclusões”, associadas às fases porosas ou porosidade resultante do coalescimentos de grãos, conforme Figura 63.

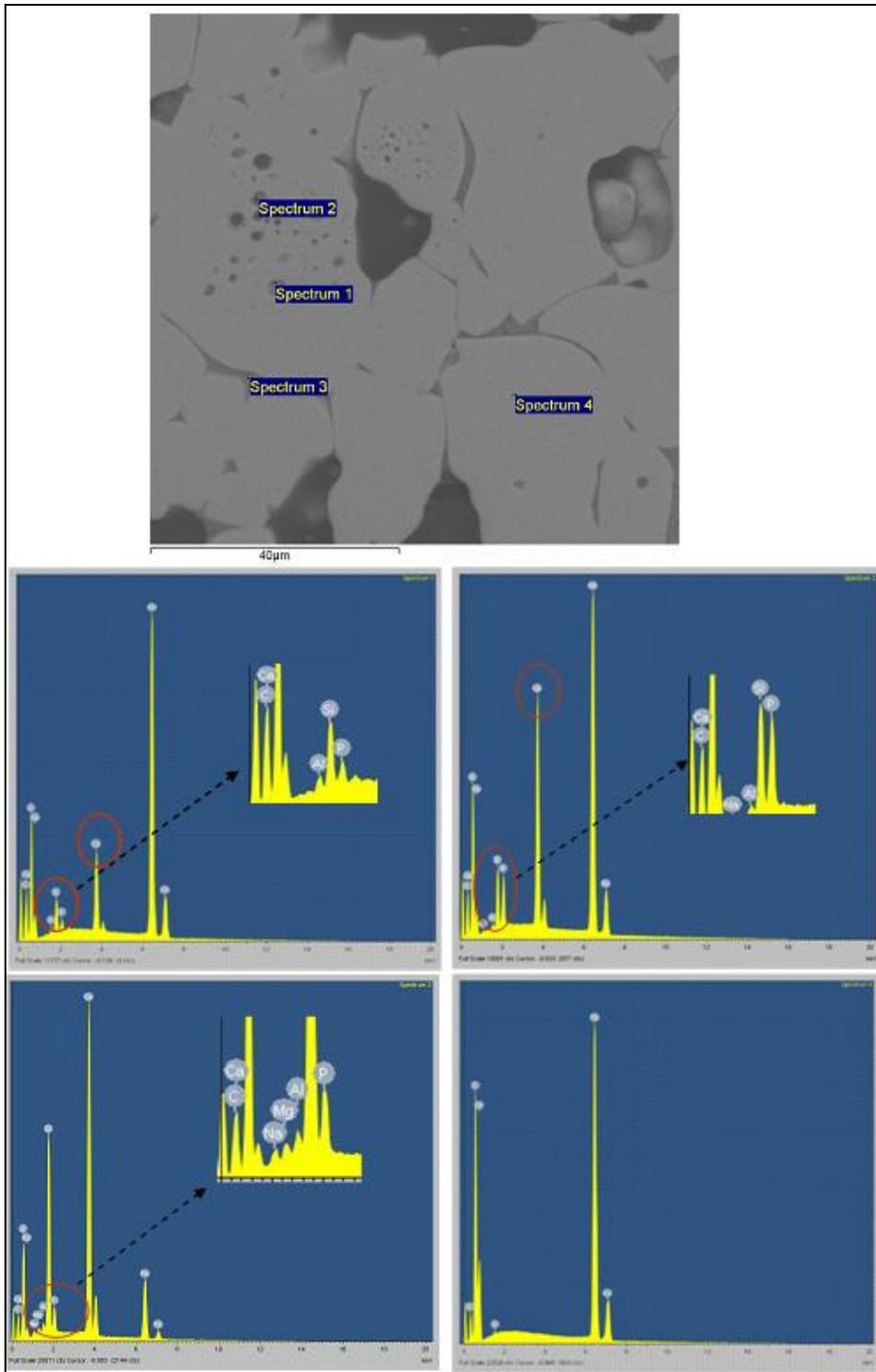


Figura 63 - Fases sinterizadas porosas proveniente da transformação das goethitas e ou martita e presença de fases compactas provenientes das especularitas. Abundância de fases escorificadas.