

UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO – UFOP

ESCOLA DE MINAS



DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

MILTON TELES NETO

INFLUÊNCIA DE DIFERENTES INTERVALOS DE TEMPO E TEMPERATURA DE QUEIMA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PELOTAS OBTIDAS DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS

> OURO PRETO - MG 2019

MILTON TELES NETO milton.teles29@gmail.com

INFLUÊNCIA DE DIFERENTES INTERVALOS DE TEMPO E TEMPERATURA DE QUEIMA NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE PELOTAS OBTIDAS DE RESÍDUOS DE MINÉRIO DE MANGANÊS

Monografia apresentada ao Curso de Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito para a obtenção do título de Engenheiro Mecânico.

Professora orientadora: Prof.ª Dr.ª Margarida Márcia Fernandes Lima

OURO PRETO – MG 2019

cutte

Teles Neto, Milton.

Influência de diferentes intervalos de tempo e temperatura de queima nas propriedades mecânicas de pelotas obtidas de resíduos de minério de manganês [manuscrito] / Milton Teles Neto. - 2019.

72ff.:

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Margarida Márcia Fernandes Lima.

Monografia (Graduação). Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Departamento de Engenharia Mecânica.

1. pelotização. 2. minério de manganês. 3. reaproveitamento de resíduos. 4. resistência à compressão. I. Lima, Margarida Márcia Fernandes . II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Titulo.

CDU:







UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

ATA DA DEFESA

Aos 03 dias do mês de junho de 2019, às 10h, na sala 8, localizada na Escola de Minas – Campus - UFOP, foi realizada a defesa de Monografia do aluno **Milton Teles Neto**, sendo a comissão examinadora constituída pelos professores: Prof^a DSc. Margarida Márcia Fernandes Lima, Prof. DSc. Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz e MSc. Caio César de Souza Pereira. O candidato apresentou o trabalho intitulado: **"Influência de diferentes Intervalos de Tempo e Temperatura de Queima nas Propriedades Mecânicas de Pelotas Obtidas de Resíduos de Minério de Manganês ", sob orientação da Prof^a DSc. Margarida Márcia Fernandes Lima. Após as observações dos avaliadores, em comum acordo os presentes consideraram o aluno aprovado.**

Ouro Preto, 03 de junho de 2019.

Prof^a DSc. Margarida Márcia Fernandes Lima Professora Orientadora

Prof. DSc, Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz Professor Avaliador

ciù Prof. MSc, Caio César de Souza Pereira

Prof. MSC, Calo Cesar de Souza Pereira Professor Avaliador

for

Milton Teles Neto Aluno

A Deus dedico mais esta etapa vencida, meus pais e família, pelo apoio.

A minha namorada, pelo carinho e apoio.

Ao 14.2 da mecânica por todo o apoio!

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, gostaria de agradecer a Deus por todas as bênçãos em minha vida e a minha família, em especial aos meus pais, Lindanilva e Weldon, por todo o apoio e amor. Em seguida, gostaria de agradecer minha namorada, Rayza, por todo o auxílio e apoio durante toda a graduação.

Agradeço à minha orientadora Prof^a. Dr^a Margarida Márcia Fernandes Lima por toda a orientação, disponibilização de todos os materiais e equipamentos e auxílio nos ensaios.

A todos os meus amigos que durante a graduação me apoiaram e compartilharam conhecimento comigo.

À Prof^a. Dr^a Rosa Malena Fernandes Lima, do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, pelo fornecimento de materiais e equipamentos que tornaram possível a concretização deste trabalho e pela utilização do Laboratório de Difração de Raios X.

À Prof^a. Dr^a Otávia Martins Silva Rodrigues, do Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto, pela utilização do Laboratório de Tratamentos de Minérios.

Ao Prof. Dr. Rhelman Rossano Urzêdo Queiroz, do Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG), pela realização dos ensaios de compressão.

Aos técnicos, Mariana e Flávio do Departamento de Engenharia de Minas e Débora do Departamento de Engenharia Geológica pelos auxílios nos ensaios realizados.

A Márcio Almeida Flores do Centro de Microscopia da UFMG pela realização dos ensaios de microscopia eletrônica de varredura com microssonda eletrônica.

À Tatianna Ramos Lyra por todo compartilhamento de conhecimento e orientação nas fases iniciais dos ensaios.

À FAPEMIG pelo fornecimento de todos os equipamentos utilizados neste trabalho e à UFOP e ao CNPq pela bolsa na modalidade PIBIC/CNPq-2017-18 concedida.

"Se você decidir que irá fazer apenas o que sabe que dará certo, estará deixando um monte de oportunidades para trás.".

Jeff Bezos

RESUMO

Devido à crescente escassez dos minérios ricos nos metais de interesse e à geração de resíduos com granulometria cada vez mais fina, a pelotização tem-se apresentado como o processo atual mais adequado para aproveitamento desses materiais. Este trabalho teve como objetivo o estudo da influência de diferentes intervalos de tempo e temperatura de queima na pelotização de resíduos de minério de manganês. A princípio, uma amostra do minério foi moída e peneirada até a obtenção de uma granulometria desejada, abaixo de 0,044mm. A seguir, fez-se misturas com 12% de carvão ativado, 9% e 12% de cal. Obtiveram-se pelotas com adição de água e as queimas foram realizadas em quatro condições de trabalho: 1155°C durante 10min, 1155°C durante 30min, 1160°C durante 10min e 1160°C durante 30min. Os produtos foram caracterizados por MO, MEV/EDS, difração de raios X, análise de imagem, perda de massa, densidade geométrica e ensaios de compressão. Todas as amostras, independentemente da condição de trabalho, apresentaram porosidade alta, típica de pelotas queimadas. Nas análises feitas em MEV/EDS detectaram-se fases com predominância de manganês e outras ricas em silício evidenciando a presença de quartzo. Pela difração de raios X foram detectadas as fases: bixbyita, jadeíta, magnesioferrita, bustamita, aegirina, diopsídio e braunita. A maior porosidade, $(34,44 \pm 6,48)\%$, foi encontrada para a condição de trabalho com 12% de CaO, queima a 1160°C por 30 minutos. De maneira geral, a perda de massa de todas as condições de trabalho se manteve próxima a 30%. A condição de trabalho com a maior perda de massa, $(35,5 \pm 0,03)$ %, foi para 9% de CaO, queima a 1160°C por 10 min. Os valores de densidade geométrica das pelotas queimadas foram baixos. Para as pelotas com 9% de cal esses valores foram próximos a (1.20 ± 0.14) g/cm³ e para as amostras com 12% de cal, aproximadamente $(1,05 \pm 0,14)$ g/cm³. A maior resistência mecânica encontrada nos ensaios de compressão foi de (0.4338 ± 0.3) kN para a condição de trabalho com 12% de CaO, queima a 1160°C por 30min.

Palavras-chave: pelotização, minério de manganês, reaproveitamento de resíduos, resistência à compressão.

ABSTRACT

Due to the increasing scarcity of rich ores in the metals of interest and the generation of tailings with fine granulometry, the pelletizing has been presented as the most appropriate current process for the use of these materials. This work aimed to study the influence of different times and temperatures of burning on the pelletizing of manganese ore tailings. At the first time, a sample of the ore was ground and sifted until a desired particle size of 0.044mm. Thereafter, mixtures were made with 12% activated carbon, 9% and 12% calcium oxide. Pellets were obtained with addition of water and the burnings occurred under four working conditions: 1155°C for 10min, 1155°C for 30min, 1160°C for 10min and 1160°C for 30min. The products were characterized by OM, SEM/EDS, X-ray diffraction, image analysis, mass loss, geometric density and compressive strenght tests. All samples, regardless of the working condition, presented high porosity, typical of burned pellets. In the SEM/EDS analyzes, phases with predominance of manganese and silicon were detected, evidencing the presence of quartz. The X-ray diffraction detected the phases: bixbyite, jadeite, magnesioferrite, bustamite, aegirin, diopside and braunite. The highest porosity, (34.44 ± 6.48)%, was found for the working condition with 12% CaO, burning at 1160°C for 30min. In general, the mass loss of all working conditions remained close to 30%. The work condition with the largest mass loss, $(35.5 \pm 0.03)\%$, was for 9% CaO, burning at 1160°C for 10min. The geometric density values of the pellets were low. For the pellets with 9% calcium oxide these values were close to (1.20 ± 0.14) g/cm³ and for samples with 12% calcium oxide, approximately (1.05 ± 0.14) g/cm³. The highest mechanical strength was of (0.4338 ± 0.3) kN for the working condition with 12% CaO, burning at 1160°C for 30min.

Key-words: pelletzing, manganese ore, reuse of waste, compressive strength

LISTA DE SIMBOLOS

- MO Microscopia Ótica;
- EDS Energy Dispersive Spectrometer;
- MEV Microscópio Eletrônico de Varredura;
- UFOP Universidade Federal de Ouro Preto;
- UFMG Universidade Federal de Minas Gerais;
- m Massa;
- g-Gramas;
- r Raio;
- mm Milímetros;
- cm Centímetro;
- s Segundos;
- min Minutos;
- π Número de pi;
- °C Graus Celsius;
- N Newtons.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Imagem aérea da cava da mina Morro da Mina em Conselheiro Lafaiete, Minas
Gerais6
Figura 2 – Fluxograma do processo de pelotização9
Figura 3 – Etapas da formação de uma pelota10
Figura 4 - Influência das tensões capilares nas ligações11
Figura 5 - Alternativas para a formação das pelotas verdes11
Figura 6 – Pelotas cruas recém-formadas12
Figura 7 – Ocorrência de trincas em pelotas, (a) trincas de origem térmica, (b) trincas de resiliência
Figura 8 - Porcentagem de perda de massa das pelotas de minério de manganês queimadas entre 800 e 1200°C em atmosfera de argônio
Figura 9 – Porcentagem de perda de massa das pelotas de minério manganês queimadas entre 1200 e 1350°C em atmosfera de argônio
Figura 10 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (1) $1155^{\circ}C - 10min$, (2) $1155^{\circ}C - 30min$, (3) $1160^{\circ}C - 10min$
Figura 11 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (4) $1160^{\circ}C - 30\min$, (5) $1165^{\circ}C - 10\min$, (6) $1165^{\circ}C - 30\min$, (6') $1165^{\circ}C - 60\min$
Figura 12 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (7) $1170^{\circ}C - 10min$, (8) $1170^{\circ}C - 30min$, (9) $1180^{\circ}C - 10min$, (10) $1180^{\circ}C - 30min$
Figura 13 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (12) $1155^{\circ}C - 10min$, (13) $1155^{\circ}C - 30min$, (14) $1160^{\circ}C - 10min$
Figura 14 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (15) $1160^{\circ}C - 30min$, (16) $1165^{\circ}C - 10min$, (17) $1165^{\circ}C - 30min$, (18) $1165^{\circ}C - 60min$
Figura 15 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (19) 1170°C – 10min, (20) 1170°C – 30min, (21) 1180°C – 10min, (22) 1180°C – 30min
Figura 16 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra, (3) poros e (4) fase contendo zircônio (PEREIRA, 2014)

Figura 17 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 18 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 19 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 20 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 21 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 22 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 23 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou Figura 24 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 9% de cal - 1155°C, 30min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3) Figura 25 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 9% de cal - 1160°C, 10min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra, (3) Figura 26 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 12% de cal - 1155°C, 10min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3)

Figura 27 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 12% de cal - 1160°C, 10min
observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3)
poros
Figura 28 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1155°C por 10 minutos40
Figura 29 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1155°C por 30 minutos
Figura 30 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1160°C por 10 minutos41
Figura 31 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1160°C por 30 minutos42
Figura 32 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1155°C por 10 minutos42
Figura 33 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1155°C por 30 minutos
Eigune 24 Difeste groupe de une gelete contende 120/ de cel e 120/ de comião etimade
Figura 34 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de car e 12% de carvao ativado,
queimada a 1160°C por 10 minutos43
Figura 35 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado,
queimada a 1160°C por 30 minutos44
Figure 26 Amostres utilizados noro os enálisos de imagene. Case 1: 00/ de est. 120/ de
Figura 50 - Amostras utilizadas para as analises de imagens. Caso 1. 9% de cai, 12% de
carvao ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvao ativado, 1155°C, 10 min,
Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de
carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min,
Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de
carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min.

Figura 37 - Porcentagem de porosidade para cada condição de trabalho. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12%

Figura 38 - Perda de massa das pelotas para cada condição de trabalho. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12

Figura 48 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min54
Figura 49 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Ensaio de compressão54
Figura 50 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min55
Figura 51 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Ensaio de compressão55
Figura 52 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min56
Figura 53 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min. Ensaio de compressão
Figura 54 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min57
Figura 55 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min. Ensaio de compressão
Figura 56 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min58
Figura 57 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Ensaio de compressão
Figura 58 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min 59
Figura 59 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Ensaio de compressão
Figura 60 – Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min
Figura 61 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min
Figura 62 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos principais minerais de manganês
Tabela 2 - Processos de aglomeração com as respectivas granulometria de finos
Tabela 3 – Fases minerais e metálicas detectadas por difração de raios X após a queima em atmosfera de argônio
Tabela 4 - Indicadores utilizados para mensurar as variáveis deste trabalho
Tabela 5 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 9% de cal - 1155°C, 30min. Ponto 1 da Figura 24. Porcentagem em peso
Tabela 6 - Análise química de microrregião EDS do quartzo para a condição de trabalho: 9% de cal - 1160°C, 10min. Ponto 4 da Figura 25. Porcentagem em peso
Tabela 7 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 12% de cal - 1155°C, 10min. Ponto 1 da Figura 26. Porcentagem em peso
Tabela 8 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 12% de cal - 1160°C, 10min. Ponto 1 da Figura 27. Porcentagem em peso
Tabela 9 - Óxidos previstos nas fases das amostras
Tabela 10 - Fases obtidas por difração de raios X

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO		
	1.1	Formulação do Problema	1
	1.2 Justificativa		
	1.3	Objetivos	3
	1.3.1	Geral	3
	1.3.2	Específicos	3
	1.4	Estrutura do Trabalho	3
2	REV	ISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
	2.1	Mineralogia do minério de manganês	5
	2.2	Depósito de minério de manganês de Morro da Mina	6
	2.3	Metalurgia do Pó	7
	2.4	Pelotização	8
	2.4.1	Preparação das matérias primas	9
	2.4.2	Formação de pelotas cruas	9
	2.4.3	Produção de pelota queimada	12
	2.4.4	Ocorrências de trincas nas pelotas queimadas	13
	2.4.5	Influência do carvão e da cal na pelotização	14
	2.4.6	Influência da umidade na formação das pelotas	15
	2.4.7	Influência da porosidade em pelotas	15
	2.5	Pelotização do minério de manganês	15
	2.5.1	Resistência à compressão das pelotas de minério de manganês	17
3	MET	CODOLOGIA	19
	3.1	Tipo de Pesquisa	19
	3.2	Materiais e métodos	19
	3.2.1	Preparação do minério	19
	3.2.2	Homogeneização e adição de carvão e cal	20
	3.2.3	Formação de pelotas cruas	21
	3.2.4	Queima	21
	3.2.5	Preparação metalográfica	23
	3.2.6	Microscopia óptica	24
	3.2.7	Microscopia eletrônica de varredura	24
	3.2.8	Ensaios de compressão	25

3.2.9		9]	Densidade geométrica	25
3.2.10		10	Difração de raios X	25
3.2.11		11	Análise de imagem	26
	3.2.	12	Perda de massa	26
	3.3	Vari	iáveis e indicadores	26
	3.4	Inst	rumento de coleta de dados	27
	3.5	Tab	ulação de dados	27
	3.6	Con	siderações finais do capítulo	27
4	RF	STIL 7	LADOS E DISCUSSÃO	28
•	A 1	Fyn	erimentos preliminares de queima	28
	4.2	Δná	ilise Microestrutural	32
	4.2 Analise Microscopia Óptica		Microscopia Óptica	32
4.2.1		1]	Microscopia eletrônica de varredura com análise EDS	34
		3	Difração de Rajos X	40
	43	Δná	lises de imagem	40
4.5 Analises de imagem		la de massa	46	
4.4 Perua de massa		Den	sidade Geométrica	+0
	т .5 Л б	Ens	aios de compressão	 7
	4.0	LIIS		
5	CO	NCL	USÕES E RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	68
	5.1	Con	clusões	68
	5.2	Rec	omendações para trabalhos futuros	69
P		ÂNC		=0
К	EFER	LNC	IA BIBLIUGKAFIUA	70

1 INTRODUÇÃO

1.1 Formulação do Problema

A metalurgia do pó é um processo que consiste em homogeneizar, compactar ou modelar uma mistura de pós e aquecê-la a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão do elemento principal, com o objetivo de melhorar a coesão da estrutura interna e conferir ao produto resistência mecânica. Nessa linha, os processos de aglomeração mais comuns são: pelotização, sinterização e briquetagem (MORO; AURAS, 2007).

Devido a crescente escassez dos minérios ricos nos metais de interesse e geração de resíduos com granulometria cada vez mais fina, a pelotização tem-se apresentado como o processo atual mais adequado para aproveitamento desses materiais. A invenção desse processo se deu em 1912 por A.G.Anderson e C.A. Brackelsberg e somente em 1926 iniciou uma produção industrial em massa nas instalações da Krupp Stahl na Alemanha. Após a segunda guerra mundial, o minério granulado da região de Minnesota, nos Estados Unidos, se encontrava escasso devido a grande demanda durante o período, momento em que a pelotização começou a ocupar espaço e essa inovação tecnológica foi prontamente conduzida pela "Mines Experimental Station of the University of Minnesota" no ano de 1943. Anos mais tarde, em 1946, a Suécia tomou conhecimento dos estudos que estavam sendo realizados em Minnesota e decidiu estabelecer um comitê para estudar a viabilidade da aplicação da pelotização nos concentrados de minério de ferro existentes naquele país (JANUZZI, 2008).

A pelotização com o minério de manganês é semelhante à de minério de ferro, com algumas particularidades. As pelotas aproximadamente esféricas, com tamanhos adequados são uma das matérias primas dos altos fornos e suas boas características mecânicas são essenciais para que o transporte para os clientes se torne possível, sem a geração de novos finos (NUNES, 2004).

As pelotas possuem características peculiares como: alta porosidade, tamanho aproximadamente uniforme, alta resistência mecânica e à abrasão e grande concentração do minério de interesse, todos esses parâmetros são relevantes para a qualificação das pelotas (NUNES, 2004).

Correlacionando essas propriedades com as pelotas de minério de manganês, que serão o objetivo de estudo neste trabalho, o grande problema de produção é a fragilidade apresentada pelas mesmas após a etapa de queima, com a formação de trincas visíveis nas superfícies, reduzindo a resistência mecânica e por consequência tornando-as inutilizáveis. Essas trincas podem ser de origem térmica, provenientes do choque térmico ou de resiliência, ocasionadas por tensões internas durante a secagem das pelotas (FONSECA, 2004). Devido ao problema da fragilidade das pelotas, propôs-se estudar diferentes intervalos de tempo de queima para tentar minimizar a ocorrência desse fenômeno.

Portanto, o seguinte questionamento fora o responsável pela condução deste trabalho:

Como variam as propriedades mecânicas de pelotas obtidas de minério de manganês quando submetidas a diferentes intervalos de tempo de queima?

1.2 Justificativa

Apesar de sua abundância na natureza, o minério de manganês é distribuído em algumas regiões do mundo, no que diz respeito às reservas no espaço geológico, tornando assim a sua utilização extremamente estratégica (ABREU, 1973).

O minério de manganês é um item essencial na fabricação das ferroligas, em especial do aço e a maior parte da produção desse minério é destinada a essa finalidade. A presença do manganês nos aços e nas ferroligas em geral tem como objetivos aumentar a resistência mecânica e diminuir a quantidade de sulfeto de ferro, evitando assim a fragilidade a quente pela sua maior afinidade ao enxofre do que o ferro (ALMEIDA, 2010).

O descarte indevido de efluentes e rejeitos provenientes do beneficiamento mineral e da lavra pode provocar um grande impacto ambiental, seja pela contaminação de águas, seja pelo assoreamento dos leitos de rios pelos finos. Recentemente, devido a grande geração de finos no processamento de minérios pobres no metal de interesse, a pelotização tem-se destacado como o processo mais adequado para este propósito. Diferentes intervalos de tempo de queima foram utilizados neste trabalho, visando à diminuição da fragilidade das pelotas.

1.3 Objetivos

1.3.1 Geral

• Caracterizar pelotas obtidas de resíduos de minério de manganês, utilizando diferentes intervalos de tempo de queima.

1.3.2 Específicos

- Realizar uma Revisão Bibliográfica sobre a mineralogia do minério de manganês, a metalurgia do pó, o depósito de minério de manganês de Morro da Mina, o processo de pelotização, a pelotização de minério de manganês, a influência do carvão, da cal, da porosidade e da umidade sobre as propriedades mecânicas das pelotas e a resistência à compressão das pelotas de minério de manganês;
- Obter amostras a partir de resíduos de minério de manganês com diferentes quantidades de cal, intervalos de tempos e temperaturas de queima;
- Caracterizar as pelotas obtidas por: MO, MEV/EDS, difração de raios X, densidade geométrica e resistência à compressão;
- Avaliar a porosidade das amostras por análise de imagem;

1.4 Estrutura do Trabalho

O trabalho está dividido em cinco capítulos, no primeiro capítulo foi feita uma introdução do tema a ser estudado, a formulação do problema, a justificativa para a realização do trabalho e seus objetivos, geral e específico.

O segundo capítulo apresenta a revisão bibliográfica que consiste na fundamentação teórica do tema, relatando sobre o que consiste o processo de pelotização em geral e, em específico, a do minério de manganês.

O terceiro capítulo apresenta os materiais e métodos utilizados no estudo para a obtenção e caracterização das pelotas.

Os resultados e discussão estão apresentados no quarto capítulo.

No quinto capítulo, as conclusões do trabalho estão apresentadas, levando em consideração todos os resultados obtidos anteriormente.

Por fim, foram apresentadas as referências bibliográficas utilizadas para embasar esse trabalho.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Mineralogia do minério de manganês

A mineralogia do minério de manganês é vasta e complexa. Há a comprovação da existência de mais de 300 minerais que possuem em sua constituição esse minério. No entanto apenas uma pequena parte possui valores realmente significativos desse elemento, como afirma Olsen *apud* Faria (2008).

O manganês não é encontrado de forma elementar na natureza, se apresentando somente na forma de minerais (com outros elementos). Segundo Abreu (1973), os compostos mais comuns são: pirolusita, criptomelana, hausmannita, psilomelana e braunita.

Os principais minerais de manganês e suas respectivas fórmulas químicas podem ser observados na Tabela 1, juntamente com sua classificação.

Óxidos		Hidróxidos		
Criptomelana KMn ₈ 0 ₁		Manganita	MnO(OH)	
Pirolusita	MnO ₂	Grautita	MnO(OH)	
N-sutita	MnO ₂	Pirocroita	MnO(OH) ₂	
Hollandita	BaMn ₈ O ₁₆	Litioforita	$(Li, Al)MnO_2(OH)_2$	
Birnessita	MnO ₂	Psilomelana	$BaMn_5O_{10}H_2O$	
Bixbyita	Mn_2O_3	Todorokita	$[(Na, Ca, K)_2 Mn_6 O_{12}(H_2 O)]$	
Jacobisita	(Mn, Fe)0 ₄		Silicatos Anidros	
Hausmannita	Mn_3O_4	Rodonita	MnSiO ₃	
Manganosita	MnO	Piroxmangita	MnSiO ₃	

Tabela 1 - Classificação dos principais minerais de manganês.

Continua

Silicatos Hidratados		Tefroíta	Mn ₂ SiO ₄
Bementita $(Mn, Mg, Fe)_6Si_4(0, OH)_{18}$		Espessartita	$Mn_3Al_2Si_3O_{12}$
Neotocita (Mn, Fe)Si((Mn, Fe)SiO ₃ . n H ₂ O	Braunita	$(Mn, Si)_2O_3$
			Carbonatos e Sulfetos
		Rodocrosita	MnCO ₃
		Alabandita	MnS

Fonte: Gonçalves & Serfaty apud Faria (2008)

Na maioria dos minerais, o manganês apresenta um estado tetravalente, como nos óxidos ou hidróxidos, como afirma Abreu (1973). A rodocrosita é um carbonato comum em diversos minerais de manganês, sendo encontrada também no Brasil, como elucida Gonçalves & Serfaty *apud* Faria (2008). Outros dois compostos de grande relevância econômica, segundo Olsen *apud* Faria (2008), são os minerais tetravalentes, pirolusita e criptomelana.

2.2 Depósito de minério de manganês de Morro da Mina

O depósito de minério de manganês de Morro da Mina está localizado no município de Conselheiro Lafaiete, estado de Minas Gerais. A imagem aérea da cava da mina pode ser vista pela Figura 1.



Figura 1 – Imagem aérea da cava da mina Morro da Mina em Conselheiro Lafaiete, Minas Gerais. Fonte: Faria (2008).

As rochas provenientes dessa mina são de uma sequência vulcano-sedimentar do tipo "greenstone belt", presentes no Quadrilátero Ferrífero (FARIA, 2008).

A exploração de Morro da Mina começou em 1894. Entre os anos de 1902 e 1995 foram extraídos cerca de 8,6 milhões de toneladas de óxidos e 3,4 milhões de carbonatossilicatos. Atualmente os principais produtos encontrados na mina são os carbonatos-silicatos, dentre eles: rodocrosita ($MnCO_3$), piroxmangita ($MnSiO_3$), espessartita ($Mn_3Al_2Si_3O_{12}$) e tefroita (Mn_2SiO_4). Esse tipo de minério possui características particulares, com coloração cinza escura, granulação fina a média e se apresenta de maneira compactada (FARIA, 2008).

2.3 Metalurgia do Pó

A metalurgia do pó trata de uma técnica de fabricação de produtos, podendo ser ferrosos ou não, obtidos através da conformação de pós seguido de um tratamento térmico, quando o material é submetido a temperaturas abaixo do ponto de fusão sob atmosfera controlada, conferindo ao produto propriedades físicas e mecânicas (BS IND. COM. PRODUTOS METALÚRGICOS LTDA, 2018).

De acordo com Mourão (2007), este processo é subdividido em três técnicas de aglomeração de finos. Porém somente as duas primeiras são largamente utilizados na indústria siderúrgica:

- Pelotização;
- Sinterização;
- Briquetagem.

Na Tabela 2 podem ser vistos os processos de aglomeração de finos com suas respectivas granulometrias (SILVA, 2018).

Processo de aglomeração	Granulometria dos finos
Pelotização	< 0,150mm
Sinterização	0,15 a 6,3mm

Tabela 2 - Processos de aglomeração com as respectivas granulometria de finos

Fonte: Silva (2018)

A aglomeração a quente de uma mistura de finos de minérios, carvão, fundentes e aditivos, com dosagens e composições químicas definidas resultam em um produto chamado

sínter e este deve apresentar características químicas, físicas e metalúrgicas compatíveis com as solicitações dos altos-fornos (SILVA, 2018).

A briquetagem consiste na aglomeração de partículas finas por meio de compressão, com auxílio ou não de um aglutinante. Este processo permite a obtenção de um produto compactado denominado briquete, com forma, tamanho e parâmetros mecânicos adequados. A pelotização será tratada em tópicos posteriores de maneira mais específica (SILVA, 2018).

2.4 Pelotização

A pelotização foi desenvolvida no início do século XX devido a uma necessidade de se aproveitar os finos do minério de ferro (com granulometria menor que 0,15mm), principalmente em países que não detinham grandes reservas desse minério, oriundos da sua lavra e beneficiamento e que eram totalmente descartados devido à impossibilidade de manuseio, se tornando, por assim dizer, resíduos (DINIZ, 2014).

Conceituando as pelotas de maneira breve, elas podem ser definidas como bolas produzidas a partir de finos de minério e concentrados com diferentes composições químicas e mineralógicas. Elas possuem propriedades singulares, tais como: grande concentração de minério, alta porosidade (variando de 25% a 30%), tamanho uniforme (na faixa de 9 a 15mm de diâmetro), grande resistência ao fogo, alta resistência mecânica e à abrasão (NUNES, 2004).

Segundo Costa (2008), as propriedades das pelotas são influenciadas por diversos parâmetros, dentre elas: tipologia e natureza do minério ou concentrado, pelos aditivos utilizados e pelo tratamento térmico utilizado para a produção das pelotas queimadas. A interação entre os elementos do concentrado e dos aditivos têm como consequência a geração de várias fases mineralógicas, as quais afetam as ligações na pelota, a distribuição e a estrutura dos poros, determinando as características físicas e metalúrgicas das pelotas.

A pelotização pode ser compreendida através do fluxograma apresentado na Figura 2.



Figura 2 – Fluxograma do processo de pelotização. Fonte: Pesquisa direta

A obtenção de êxito na produção das pelotas é dependente do sucesso de cada etapa. Um erro em uma etapa precedente não pode ser corrigido nas etapas seguintes. Mesmo na produção das pelotas queimadas (ciclo térmico no forno), uma boa qualidade não é obtida com pelotas mal formadas (NUNES, 2004).

2.4.1 Preparação das matérias primas

Nesta primeira etapa, ocorre a mistura das matérias primas. Inicialmente os componentes sólidos (minério e aditivos) têm suas massas aferidas e posteriormente são homogeneizados. A composição depende dos objetivos e do material que se deseja pelotizar. (CAMARGO, 2013)

Segundo Oliveira *apud* Camargo (2013), são diversos os componentes que podem constituir essa mistura. A cal é um dos mais comuns, ocupando um papel fundamental no que diz respeito ao favorecimento da ligação entre os grãos de minério.

2.4.2 Formação de pelotas cruas

Após a homogeneização e obtenção do *blend* ocorre a formação das chamadas pelotas cruas (ou verdes). O disco pelotizador é alimentado de maneira gradual com a mistura;

juntamente com essa fase sólida, uma fase líquida, quase sempre água, é adicionada ao disco para a formação das pelotas, como afirma Camargo (2013). De maneira geral, a função dos aditivos (calcário, magnesita, carvão) e do aglomerante (cimento, cal ou qualquer outro) é corrigir as características químicas e de aglomerabilidade do minério. É importante ressaltar que essa composição química de aditivos influencia de maneira decisiva nas propriedades físicas e metalúrgicas finais da pelota queimada (COSTA, 2008).

Pode ser visto na Figura 3, as etapas da formação de uma pelota no disco pelotizador.



Figura 3 – Etapas da formação de uma pelota. Fonte: Augusto (2012)

A mistura juntamente com a água forma, a partir de forças coesivas de tensão e capilaridade, aglomerados designados pelotas. Estas são formadas quando partículas sólidas, envoltas em um filme líquido, acabam aderindo umas às outras. Assim que um aglomerado estável é formado ocorre a sua densificação, no qual os poros restantes são preenchidos com água, como elucida Fonseca *apud* Camargo (2013). Pela Figura 4 é possível observar as tensões capilares agindo na formação das pelotas. São ilustradas na Figura 5 as diferentes maneiras de formação das pelotas, sendo elas (MEYER, 1980):

- A) Camadas de partículas muito finas formando um aglomerado;
- B) Aglomeração de bolas menores já existentes resultantes de um movimento relativo e certa pressão;
- C) Camadas e incorporação de fragmentos menores de pelotas verdes quebradas em núcleos sólidos existentes;
- D) Incorporação de material abrasivo de finos, a partir de fracas pelotas, na superfície de pelotas mais fortes.



Figura 4 - Influência das tensões capilares nas ligações. Fonte: Meyer *apud* Camargo (2013)



Figura 5 - Alternativas para a formação das pelotas verdes. Fonte: Adaptado de Meyer (1980)

Meyer (1980) afirma que as propriedades finais das pelotas são também afetadas pelas diferentes rotas de formação das mesmas. Essa influência se deve ao fato de as diferentes maneiras de construção dos aglomerados gerarem menos ou mais poros e vazios no seu interior.

Pelotas cruas recém-saídas do disco pelotizador podem ser vistas na Figura 6.



Figura 6 – Pelotas cruas recém-formadas. Fonte: Nunes (2004).

2.4.3 Produção de pelota queimada

Para que as pelotas possam suportar o transporte, manuseio e os esforços durante os processos metalúrgicos, elas precisam ser submetidas a um processo de endurecimento para contrair certa resistência mecânica. Esse processo consiste em um tratamento térmico em atmosfera controlada ou não, sendo dividido nas seguintes etapas (AUGUSTO, 2012):

- Secagem;
- Pré-queima;
- Queima;
- Pós-queima;
- Resfriamento;

Na etapa da secagem ocorre a evaporação de toda umidade presente nas pelotas cruas, proveniente do processo de pelotização. Essa umidade pode se alocar em diversos locais, dentre os principais (AUGUSTO, 2012):

- Nos interstícios entre as partículas;
- Dentro dos poros do minério;
- Incorporada dentro dos aglomerantes como a bentonita;
- Presente em sais;

Segundo Augusto (2012), alguma parte dessa umidade é evaporada a 100°C. Porém a água presente em outros compostos, como sais e hidratos, só perdem água em altas

temperaturas. A secagem pode ser dividida em duas etapas: secagem ascendente e descendente. A diferença entre essas duas etapas é a velocidade do processo.

Após a etapa de secagem é feita a pré-queima, elevando a temperatura das pelotas de 300-350°C para 1250-1340°C, para as constituídas de minério de ferro. Nessa fase ocorre a decomposição de hidratos, carbonatos e sulfatos (MEYER *apud* AUGUSTO, 2012).

A etapa subsequente é a queima das pelotas. Em geral ela ocorre em torno de 1300°C por um período de tempo de cerca de 10min, variando para cada tipo de minério e objetivo do presente trabalho de pesquisa. É na queima que as pelotas adquirem as características necessárias para o transporte e manuseio. A resistência adquirida está diretamente relacionada ao tamanho dos cristais obtidos nessa etapa e estes são dependentes da temperatura e do período de queima (AUGUSTO, 2012).

A pós-queima consiste em uma etapa breve que tem como objetivo uma igualdade de temperatura entre as pelotas, em que o calor vai sendo reduzido e transferido para o leito (AUGUSTO, 2012).

A última etapa é o resfriamento, porém esta deve ser realizada com cuidado, pois caso o resfriamento seja feito de maneira abrupta ocorrerá o aparecimento de trincas nas pelotas, inutilizando-as (AUGUSTO, 2012).

Segundo Costa (2008), o aumento da resistência mecânica em pelotas produzidas sem a utilização de fundentes é associado com as reações de sinterização (ligação por difusão), seguido por um aumento na densidade e uma redução no volume da amostra. Em contrapartida, pelotas com adição de fundentes apresentam fases líquidas durante o aquecimento e o aumento na densidade pode ocorrer de maneira mais rápida. Essas fases também podem favorecer o desenvolvimento de reações químicas e precipitações de soluções, contribuindo para o aumento da resistência.

2.4.4 Ocorrências de trincas nas pelotas queimadas

A ocorrência de trincas durante a etapa de queima tem como principal efeito a queda brusca na resistência mecânica das pelotas queimadas. Fonseca (2004) investigou e definiu a origem de dois tipos de trincas durante a queima das pelotas, que podem ser vistas na Figura 7.



(a) Trincas Térmicas

(b) Trincas de Resiliência

Figura 7 – Ocorrência de trincas em pelotas, (a) trincas de origem térmica, (b) trincas de resiliência. Fonte: Adaptado de Fonseca (2004)

As trincas térmicas são decorrentes dos choques térmicos nas pelotas entre a etapa de secagem e a etapa de pré-queima, que por sua vez é também uma consequência da deficiência da primeira. Enquanto as trincas de resiliência estão associadas à perda de resistência mecânica nas pelotas nas etapas de secagem em função da saturação dos poros da pelota com água.

2.4.5 Influência do carvão e da cal na pelotização

Segundo Souza (2014), durante o processo de pelotização não é desejável a ocorrência de uma elevada aglomeração do minério, pois isso acarretaria numa pelota com um interior seco, mesmo que esta apresente uma alta umidade superficial. Neste caso, a pelota apresentaria baixa resistência mecânica e trincaria em etapas posteriores.

Considerando uma aplicação industrial, os *blends* que apresentavam elevadas dosagens de cal demonstraram um comportamento insatisfatório. Nesta situação, observou-se uma dificuldade em controlar o crescimento das pelotas. Esse descontrole impacta diretamente na pelotização e produtividade das plantas industriais (SOUZA, 2014).

De acordo com Souza (2014), na pelotização do minério de ferro, é desejável que a porcentagem da cal hidratada se mantenha entre 0,10% e 0,08%, devido uma tendência de crescimento mais rápido das pelotas e a formação de pelotas cruas com diâmetros médios elevados em função de uma maior dosagem de cal hidratada, pois esta altera o pH do *pellet feed* e o estado de agregação das partículas de minério, propiciando a formação de pelotas com diâmetro acima do desejado. Para testes feitos na planta piloto, os melhores resultados obtidos foram para pelotamentos onde os teores de cal foram iguais ou menores que 0,08%.

O carvão, por outro lado, tem como principal função a introdução de energia térmica no processo de endurecimento da pelota, resultando em uma redução parcial da energia despendida pelo forno. Além da sua relevância energética, o carvão proporciona uma perfeita distribuição de calor na pelota durante a queima, contribuindo para uma melhor qualidade física da pelota e também para o aumento de produtividade do processo (FONSECA, 2004).

2.4.6 Influência da umidade na formação das pelotas

A água é um elemento essencial durante a pelotização, pois a influência da granulometria é efetiva somente com a devida quantidade de água contida no *blend*, entretanto não há uma mistura ótima claramente definida (NUNES, 2004).

Nunes (2004) afirma que a compressão é uma das propriedades afetadas diretamente com a umidade, em que para esse parâmetro quanto menor a quantidade de água adicionada durante a pelotização maior será a compressão. Por outro lado, a resistência a quedas demonstra um comportamento diferente, dado que quanto maior a quantidade de água utilizada, maior será a resistência a quedas das amostras.

2.4.7 Influência da porosidade em pelotas

A porosidade é uma característica natural na estrutura das pelotas, possibilitando a difusão dos gases e fornecendo área superficial para as reações ocorrerem, como afirma Augusto (2016). De acordo com Mourão (2007), a porosidade típica nas pelotas, após a queima, é de 22% a 30%.

Diversos fatores podem influenciar a formação e a estrutura dos poros, tais como o tamanho das partículas do minério a ser pelotizado, quantidade de aditivos, porosidade inicial, temperatura e assim por diante. O controle destas variáveis é essencial para melhorar a quantidade e a estrutura dos poros (AUGUSTO, 2016).

O aumento da redutibilidade da pelota queimada está associado diretamente com o aumento da porosidade. Segundo Sivrikaya *apud* Augusto (2016), a porosidade na faixa de 22-30% para pelotas queimadas está associada com boa redutibilidade. Contudo, a resistência mecânica e a porosidade são inversamente proporcionais.

2.5 Pelotização do minério de manganês

A pelotização com o minério de manganês é semelhante à de minério de ferro, com algumas particularidades. Braga *et al.* (2007) realizaram uma pesquisa com pelotas, em que essas eram constituídas de dois tipos de minério de manganês diferentes (minério Urucum e Itapira concentrado), sendo a mistura de 56,8% do primeiro e 14,5% do segundo com a adição

de 19,1% de carvão e 9,6% cimento Portland. As pelotas atingiram resultados satisfatórios no ensaio de compressão e suportaram uma força de compressão de 1000N.

Previamente, fez-se um teste em quatro amostras para as temperaturas de 800, 950, 1100 e 1200°C por 15min em atmosfera de argônio. Na Figura 8 está apresentada a perda de massa por período de tempo em cada amostra (BRAGA *et al.*, 2007).



Figura 8 - Porcentagem de perda de massa das pelotas de minério de manganês queimadas entre 800 e 1200°C em atmosfera de argônio. Fonte: Adaptado de Braga *et al.* (2007).

As pelotas queimadas foram submetidas a uma análise de difração de raios-X, vista na Tabela 3.

Tabela 3 – Fases minerais e metálicas detectadas por difração de raios X após a queima em atmosfera de argônio.

800°C		950°C		
Manganita	MnO	Manganita	MnO	
Ferro Cementita Jacobsita Magnetita (residual) Hausmannita	Fe _x Fe ₃ C Mn,Fe ₂ O ₄ Fe ₃ O ₄ Mn ₃ O ₄	Magnetita (residual) Ferro (ferrita) Cementita Ferro (austenita) Ferro-Manganês	Fe₃O₄ Fe₃ Fe₃C FeC Fe–Mn	

Fonte: Adaptado de Braga et al. (2007).

Braga *et al.* (2007) também realizaram a queima de pelotas em diversas temperaturas, abaixo de 1200°C, entre 1200 e 1350°C e acima de 1400°C.

Até 1000°C os óxidos de ferro e manganês foram reduzidos por CO ao estado metálico. A maioria dos óxidos de manganês ou subóxidos complexos também formaram uma

liga de Fe-Mn. Em temperaturas acima de 1000°C, constatou-se que mais de 90% do ferro encontrava-se na forma de ferro metálico. Em geral, a perda de massa aumentou com a temperatura e com o intervalo de tempo de queima. Uma fase líquida de Fe-Mn (formato esférico) foi formada a 1250°C (BRAGA *et al.*, 2007).

As perdas de massa relativas às temperaturas entre 1200 e 1350°C em atmosfera de argônio podem ser vistas na Figura 9. Os experimentos nessa faixa de temperatura foram realizados para verificar se o formato esférico das pelotas era mantido à 1350°C. Segundo Braga *et al.* (2007), a redução de MnO para Mn deve começar efetivamente na temperatura de 1200°C. Acima de 1250°C, conclui-se que a redução completa do manganês corresponde a 28% de perda de massa.



Figura 9 – Porcentagem de perda de massa das pelotas de minério manganês queimadas entre 1200 e 1350°C em atmosfera de argônio. Fonte: Adaptado de Braga *et al.* (2007)

2.5.1 Resistência à compressão das pelotas de minério de manganês

De acordo com Mourão (2007), as pelotas verdes devem apresentar uma resistência mínima para o manuseio local da ordem de 100N/pelota. Porém esse valor é insuficiente para o transporte em grandes distâncias e para a carga de altos-fornos. Após a queima, a resistência à compressão ideal é de cerca de 3000N/pelota.

O índice de resistência à compressão em testes, realizados por Faria (2011) em pelotas de minério de manganês foi de 1700N/pelota, em média. Este valor está na faixa retratada pela literatura para pelotas de minério de ferro, que varia entre 1500 a 3000N. O autor também destaca que o desvio padrão para as amostras de minério de manganês é elevado, o que indica características peculiares, como pouca uniformidade estrutural, tanto na
esfericidade como na integridade física dos centros. É possível afirmar, ainda, que algumas pelotas possuíam boa integridade e outras apresentaram trincas internas que diminuíam drasticamente a resistência à compressão.

Em experimentos realizados por ZHU *et al* (2014) envolvendo pelotas de minério de manganês, notou-se que amostras com 2711N de resistência à compressão eram obtidas a partir de um pré-aquecimento a 1050°C por 10min, seguido da queima a 1335°C por 15min. A partir dos testes também foi possível inferir que para as pelotas atingirem uma boa resistência mecânica, a temperatura de queima deveria ser superior às temperaturas utilizadas para pelotas de magnetita e hematita.

3 METODOLOGIA

3.1 Tipo de Pesquisa

Gil (2002) afirma que a pesquisa explicativa tem como principal preocupação "identificar os fatores que determinam ou que contribuem para a ocorrência dos fenômenos" e ainda que "o conhecimento científico está assentado nos resultados oferecidos pelos estudos explicativos". Pode-se inferir que esta pesquisa é do tipo explicativa, pois tem a finalidade de explicar como os parâmetros de processo influenciam nas propriedades das pelotas de minério de manganês.

Em relação à forma de abordagem do problema, este pode ser caracterizado como quantitativo, tendo em vista que todos os resultados foram baseados em valores numéricos obtidos via medições das variáveis nos ensaios realizados.

Este trabalho pode, ainda, ser classificado como uma pesquisa bibliográfica e experimental, no que diz respeito aos procedimentos técnicos. A presença da revisão bibliográfica contida no item 2 e dos ensaios realizados durante este trabalho evidencia esta classificação. Segundo Gil (2002), "a pesquisa bibliográfica é desenvolvida a partir de material já elaborado, constituído principalmente de livros e artigos científicos" e "a pesquisa experimental consiste em determinar um objeto de estudo, selecionar as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definir as formas de controle e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto".

3.2 Materiais e métodos

O progresso do estudo tomou como base a análise do minério de manganês proveniente da mina de Morro da Mina, em sua forma *in natura*, bem como suas pelotas verdes e queimadas.

3.2.1 Preparação do minério

Inicialmente, peneirou-se o minério de manganês a seco objetivando obter o máximo de material a uma granulometria abaixo de 0,044mm (325#). Foi utilizada uma peneira vibratória nessa primeira etapa. Por fim, obteve-se aproximadamente 1kg de minério.

Em seguida, antes de moer o minério de manganês propriamente dito, moeu-se quartzo para fazer a "limpeza" do moinho e evitar a contaminação do minério de manganês com resíduos de outras moagens. Após esse cuidado, o minério proveniente do peneiramento a seco foi moído em um moinho de bolas por aproximadamente 12h. Esse processo é necessário para diminuir a granulometria do material e deixá-lo mais homogêneo para a formação das pelotas posteriormente.

Após a obtenção do material moído, fez-se necessário realizar um peneiramento vertical a úmido com auxílio de uma plataforma vibratória utilizando as peneiras de: 65#, 150# e 325#. O material passante da peneira de 325# ficou retido em um balde. Os baldes foram deixados em repouso para que ocorresse a decantação.

Na sequência da decantação foi feita uma sifonação e, logo depois, o minério úmido foi colocado em tabuleiros e levados a uma estufa a 100°C para secagem durante aproximadamente 18h.

Após a secagem, o material se aglomerou no tabuleiro devido a sua baixa granulometria. Para deixá-lo pronto para a formação das pelotas, fez-se necessário uma descompactação com um rolo metálico. O minério descompactado foi colocado em sacos plásticos, desintegrado com um rolo e após algumas etapas retornou a forma de pó.

Por fim, uma amostra de minério foi obtida com uma massa em torno de 4,5kg com a granulometria menor que 325#. Todas essas etapas foram realizadas no Laboratório de Tratamento de Minérios do Departamento de Engenharia de Minas da UFOP.

3.2.2 Homogeneização e adição de carvão e cal

Após a fase inicial de tratamento, foi feita a homogeneização de uma parte do minério em um misturador do tipo Y da marca Topsize por 4h. Desejavam-se duas amostras com a massa de 1,5kg. Para tanto, utilizou-se 1,185kg de minério de manganês, 180g de carvão ativado e 135g de cal, para a quantidade de massa referente a 9% de cal e 1,140kg de minério de manganês, 180g de carvão ativado e 180g de cal, para a quantidade de massa referente a 12% de cal, ambas as amostras receberam 12% de carvão ativado.

Todas as quantidades de minério de manganês e aditivos supracitados foram mensuradas em uma balança da marca Marte Científica e Instrumentação Industrial LTDA, modelo LS100.

3.2.3 Formação de pelotas cruas

O disco pelotizador foi ajustado em um ângulo de 50° e uma velocidade de cerca de 22,5rpm. Esses valores foram determinados a partir de experimentos realizados por Lyra (2017).

Inicialmente, uma massa de 200g previamente homogeneizada foi mensurada em uma balança de precisão com quatro casas decimais da marca Sartorius, modelo MSU324P e colocada de forma particionada na esteira alimentadora junto ao disco pelotizador, ambos da marca Dialmática. A partir disso, foi possível obter um controle da vazão de massa que chegava ao disco.

As pelotas começaram a ser formadas pela introdução da mistura de minério com aditivos no disco pelotizador por meio da esteira. De maneira progressiva, água foi adicionada à mistura. Para 200g da mistura utilizou-se cerca de 60g de água para a formação das pelotas. À medida que o disco se movimentava era adicionada a mistura e, logo depois, água para o crescimento das pelotas.

Logo que as pelotas atingiam, visualmente, um tamanho satisfatório, eram retiradas do disco e colocadas em bandejas. Esse procedimento foi repetido até que a mistura fosse exaurida, para ambas as concentrações de cal. Por fim, foram obtidas 250 amostras, sendo 125 com concentração de 12% e 125 com concentração de 9% de cal.

Tomaram-se três medições de diâmetro de cada pelota verde obtida com um paquímetro da marca Mitutoyo e modelo PK-0505CPX, de forma que a média representasse melhor o valor do diâmetro de cada pelota, tendo em vista que elas apresentavam superfícies irregulares e não uma esfera perfeita. Buscou-se obter pelotas de diâmetro entre 15 e 25mm, conforme é indicado por Faria (2008) e Lyra (2017). Além dos diâmetros, foi mensurada também a massa de cada amostra, na mesma balança de precisão descrita anteriormente. O objetivo era estimar a perda de massa após a queima.

3.2.4 Queima

Inicialmente, foram feitos experimentos para que fossem definidas duas temperaturas e dois intervalos de tempos para a queima das pelotas ao ar natural. Para tanto, foram testadas onze condições para avaliar a pelota após a queima. As condições foram:

- 1155°C por 10 minutos;
- 1155°C por 30 minutos;
- 1160°C por 10 minutos;
- 1160°C por 30 minutos;
- 1165°C por 10 minutos;
- 1165°C por 30 minutos;
- 1165°C por 60 minutos;
- 1170°C por 10 minutos;
- 1170°C por 30 minutos;
- 1180°C por 10 minutos;
- 1180°C por 30 minutos.

Para cada condição foram utilizadas três pelotas de cada proporção de cal (9% e 12%) dispostas em uma barquinha e após a queima avaliou-se o aspecto das mesmas. Os ensaios foram realizados em três etapas. A primeira etapa consistiu em elevar a temperatura do forno da temperatura ambiente até a temperatura do ensaio, que variava de 1155°C a 1180°C, a uma taxa de 5°C/min. A segunda etapa consistiu em colocar as pelotas verdes no interior do forno da maneira mais rápida possível e, em seguida, fechar a porta do forno. Na última etapa, as pelotas permaneciam no forno à temperatura constante por 10, 30 ou 60min. Após, as mesmas eram retiradas e resfriadas ao ar natural. Notou-se que esses ensaios se mostravam muito drásticos para as pelotas, criando trincas nas superfícies ou mesmo causando uma fratura das mesmas, mesmo em temperaturas mais baixas de queima, como 1155°C e 1160°C. Para temperaturas mais altas, as amostras perdiam a forma ou fundiam. Logo, se fez necessário uma mudança nos ensaios, que será explanada a seguir.

As pelotas verdes foram dispostas, vinte e cinco por condição de queima, em uma barquinha contendo alumina para evitar a aderência entre elas e a barquinha. Em seguida, foram levadas a um forno da marca FORTLAB com potência de 12000W, para queima em atmosfera natural. Foram definidas duas temperaturas de queima: 1155°C e 1160°C e dois intervalos de tempo para cada temperatura: 10min e 30min. As temperaturas de queima foram definidas a partir da literatura, em que a faixa recomendada é de 1100°C a 1350°C, e pelos experimentos já descritos neste item. Os intervalos de tempo também foram determinados pela literatura, que recomenda de 10min a 30min e por ensaios preliminares, quando se constatou que em intervalos de tempos longos as pelotas fundiam.

O processo de queima definitivo realizou-se em três etapas, bem semelhantes ao experimento inicial, porém com uma mudança relevante na última etapa. A primeira etapa consistiu em elevar a temperatura do forno da temperatura ambiente para 1155°C ou 1160°C, a uma taxa de 5°C/min. A segunda etapa tratava-se de colocar a pelota verde no interior do forno da maneira mais rápida possível. Para tanto, a porta do forno era aberta de maneira breve e as pelotas, dispostas em bandejas de aço inoxidável, eram postas no seu interior. Na última etapa, as amostras permaneciam no interior do forno a temperatura constante por 10min ou 30min, e deixadas resfriar lá dentro.

Após a queima, foram novamente mensuradas as dimensões dos diâmetros e massa das pelotas. Com essas medições, avaliaram-se as perdas de massa e tamanhos das pelotas queimadas.

Portanto, obtiveram-se amostras em oito condições de trabalho, são elas:

- 1) 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min;
- 2) 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min;
- **3)** 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min;
- **4**) 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min;
- 5) 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min;
- 6) 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min;
- 7) 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min;
- 8) 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min.

3.2.5 Preparação metalográfica

Para captação de imagens das microestruturas das amostras por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura fez-se necessário que as amostras exibissem superfícies limpas, lixadas e polidas. Logo, uma preparação metalográfica foi realizada. Para o processo foi selecionada uma amostra de cada condição de trabalho, totalizando oito amostras.

Cada pelota queimada foi primeiramente lixada, a seco, até o centro, formando assim uma "meia lua" e deixando-a adequada para o embutimento. Utilizou-se uma lixa de número 180 e uma máquina de lixamento e polimento da marca Arotec, modelo Aropol. Essa mesma máquina foi utilizada para todos os procedimentos de lixamentos e polimentos posteriores.

Prosseguindo-se com o preparo, as amostras seguiram para o embutimento em moldes de borracha utilizando resina acrílica, da marca Epoxiglass, de cura a frio. As pelotas cobertas

de resina, homogeneizada com o seu respectivo endurecedor, foram postas em um dessecador a vácuo até o endurecimento completo. A bomba utilizada para a retirada do ar do dessecador foi da marca Prismatec 131 de 2V. A necessidade desse procedimento se deve ao fato de as pelotas apresentarem porosidade, e sem vácuo, liberam ar inflando o embutimento.

Com as amostras devidamente embutidas, realizou-se o lixamento das superfícies com as lixas de números: 220, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200. Durante essa etapa, foi-se alternando as direções de lixamento de 90° e somente após os riscos da direção anterior sumirem é que a lixa era trocada.

Após a etapa de lixamento, as superfícies das pelotas foram polidas utilizando pasta de diamante com granulometrias de 6µm, 3µm e 1µm. Essa etapa procedeu desta forma visando um bom acabamento superficial. Entre cada etapa do polimento, as amostras foram postas em uma lavadora ultrassônica, da marca Unique, modelo Ultra cleaner 700, por 8min, de forma a não contaminar os panos de polimentos. Todas essas etapas foram realizadas no Laboratório de Sinterização do Departamento de Engenharia Mecânica da UFOP.

3.2.6 Microscopia óptica

Um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M foi utilizado para a observação das microestruturas. Com o auxílio de uma câmera interligada ao microscópio e a um computador e do software Analysis da Olympus foi feita a captura de imagens.

Todas as oito condições de trabalho foram fotografadas em três aumentos, 100X, 200X e 500X, no Laboratório de Metalografia e Ensaios Mecânicos do Departamento de Engenharia Mecânica da UFOP.

3.2.7 Microscopia eletrônica de varredura

Nesta etapa foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca JEOL e modelo JXA-8900RL do Centro de Microscopia da UFMG com o objetivo de auxiliar na caracterização de fases das amostras utilizando um espectrômetro de energia dispersiva para análises químicas pontuais. Para tanto, foi necessário metalizar as amostras com grafite para que fosse possível a observação no MEV/EDS. Para representar as microestruturas das amostras estudadas foram escolhidas as seguintes condições de trabalho:

- 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min;
- 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min;

- 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min;
- 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min;
- 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min.

3.2.8 Ensaios de compressão

Os ensaios de compressão foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Federal de Minas Gerais (IFMG), Campus Ouro Preto. A máquina utilizada para esses ensaios foi uma máquina universal da marca Time Group, modelo WDW-100F.

Para cada condição de trabalho foram ensaiadas aproximadamente 30 pelotas. O diâmetro médio, após a queima, de cada amostra foi levado em consideração para a definição da taxa de deformação dos ensaios de compressão que foi de $5,55 \times 10^{-3} s^{-1}$. A partir do software WinWdw Eletronic Universal Testing Machine Measure&Control System, foram obtidas planilhas com os dados dos ensaios e as curvas de carga em função da variação de altura das pelotas.

3.2.9 Densidade geométrica

Os cálculos das densidades geométricas de todas as pelotas, verdes e após o processo de queima, foram realizados a partir dos diâmetros e massas mensurados, como foi descrito nos itens 3.2.3 e 3.2.4, e da equação 1.

Densidade Geométrica =
$$\frac{m}{\frac{4\pi r^3}{3}} \left(\frac{g}{cm^3}\right)$$
 (1)

A partir das médias dos valores encontrados e seus respectivos desvios padrões, gráficos foram gerados.

3.2.10 Difração de raios X

Os fragmentos, das pelotas, resultantes dos ensaios de compressão foram moídos em grau de ágata e em seguida foram submetidos a uma análise no Laboratório de microscopia óptica e difração de raios X do Departamento de Engenharia de Minas da UFOP com o intuito de caracterizar as fases presentes nas pelotas queimadas.

Um difratômetro com tubo de cobre e filtro de níquel da marca PANalytical, modelo X'Pert³ Powder, foi utilizado. O software utilizado para a coleta de dados foi o Data Colector e o software High Score Plus foi utilizado para o tratamento dos dados.

3.2.11 Análise de imagem

As pelotas, provenientes da preparação metalográfica, foram submetidas a uma análise de imagem para determinar a porcentagem de porosidade para cada condição de trabalho. Um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M foi utilizado para captura das imagens.

Com o auxílio de uma câmera interligada ao microscópio e a um computador foi feita a captura de 10 imagens por amostra com um aumento de 100X. Após essa captura, as análises foram feitas utilizando recursos presentes no software Analysis da Olympus. A partir dos dados, foi gerado um gráfico para analisar a porosidade para cada condição de trabalho.

3.2.12 Perda de massa

O cálculo da perda de massa por condição de trabalho das pelotas foi realizado a partir das massas mensuradas na balança de precisão da marca Sartorius, modelo MSU324P, e da equação 2.

% de perda de massa =
$$\frac{massa inicial - massa final}{massa inicial} x 100$$
 (2)

3.3 Variáveis e indicadores

Tabela 4 - Indicadores utilizados para mensurar as variáveis deste trabalho.

Variáveis	Indicadores
	Proporção de cal
Pelotização	Temperatura de queima
	Intervalo de tempo de queima

Continua

Microscopia óptica
MEV/EDS
Difração de raios-X
Análise de imagem
Perda de massa
Densidade geométrica
Ensaios de compressão

Caracterização

Fonte: Pesquisa direta

3.4 Instrumento de coleta de dados

Gil (2002) afirma que a coleta de dados, na pesquisa experimental, é feita "mediante a manipulação de certas condições e a observação dos efeitos produzidos". De maneira geral, neste trabalho, utilizou-se: balança de precisão, microscópio óptico, microscópio eletrônico de varredura, máquina universal de ensaios etc.

3.5 Tabulação de dados

Todos os dados angariados com as medições realizados neste trabalho foram tratados com auxílio do software Microsoft Excel.

3.6 Considerações finais do capítulo

Neste capítulo foram apresentados os diversos procedimentos e equipamentos utilizados que tornaram possíveis a concretização deste trabalho.

No capítulo posterior, serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios realizados e também uma discussão a respeito dos mesmos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Experimentos preliminares de queima

O intuito preliminar deste trabalho era similar um processo industrial de queima de pelotas em que as mesmas passassem continuamente por uma zona de aquecimento, queima e resfriamento. Devido à logística de utilização de fornos do tipo mufla em laboratório, os fornos foram aquecidos até a temperatura desejada. Então, as pelotas eram introduzidas rapidamente dentro do forno, deixadas um determinado tempo e, finalmente, retiradas para resfriamento ao ar natural.

Após experimentos preliminares de queima, os resultados se mostraram ruins para todas as temperaturas, porém um pouco melhores em aspecto para temperaturas inferiores, como 1155°C e 1160°C, temperaturas mais elevadas ou intervalos de tempos muito longos faziam com que as pelotas perdessem a forma e fundissem. Independente da quantidade de cal observava-se o mesmo problema. O aspecto das amostras após a queima pode ser visto nas Figuras 10 a 15. Observa-se pela Figura 10, que mesmo em temperaturas mais brandas as pelotas de 9% de cal trincavam a superfície ou até mesmo se fraturavam, devido à drástica condição imposta no ensaio (resfriamento ao ar). Contudo as pelotas com 12% de cal para as mesmas temperaturas, Figura 13, demonstraram um aspecto melhor. Viram-se algumas trincas superficiais, mas não chegaram a se fraturar. O interior das pelotas fraturadas apresentava um aspecto de pelota ainda verde, o que demonstrava que a etapa de queima não havia sido efetiva por toda a pelota. Para temperaturas mais elevadas, as amostras com 9% de cal apresentaram ainda mais problemas com fraturas e trincas, perdiam completamente a forma e chegavam a se fundir. Essas situações podem ser vistas nas Figuras 11 e 12. Já as pelotas com 12% de cal apresentaram trincas e deformações maiores e mais evidentes, porém não chegaram a se fundir, o que pode ser observado nas Figuras 14 e 15. Todas as trincas evidenciadas nas pelotas, independente do ensaio, são de origem térmica, conforme Fonseca (2004) e são semelhantes as da Figura 7 (a).

Para evitar e/ou minimizar todos os problemas supracitados, optou-se por deixar as amostras resfriarem dentro do forno, conforme apresentado no item 3.2.4.



Figura 10 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (1) 1155°C - 10min, (2) 1155°C - 30min, (3) 1160°C - 10min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 11 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (4) $1160^{\circ}C - 30\min$, (5) $1165^{\circ}C - 10\min$, (6) $1165^{\circ}C - 30\min$, (6') $1165^{\circ}C - 60\min$. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 12 - Pelotas com 9% de cal queimadas em experimentos preliminares, (7) 1170°C – 10min, (8) 1170°C – 30min, (9) 1180°C – 10min, (10) 1180°C – 30min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 13 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (12) $1155^{\circ}C - 10min$, (13) $1155^{\circ}C - 30min$, (14) $1160^{\circ}C - 10min$. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 14 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (15) $1160^{\circ}C - 30\min$, (16) $1165^{\circ}C - 10\min$, (17) $1165^{\circ}C - 30\min$, (18) $1165^{\circ}C - 60\min$. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 15 - Pelotas com 12% de cal queimadas em experimentos preliminares, (19) 1170°C – 10min, (20) 1170°C – 30min, (21) 1180°C – 10min, (22) 1180°C – 30min. Fonte: Pesquisa direta

4.2 Análise Microestrutural

4.2.1 Microscopia Óptica

Nas Figuras 16 a 23 estão apresentadas as microestruturas obtidas em microscópio óptico das amostras após a queima para cada condição de trabalho estudada. A microestrutura das amostras obtidas é típica de pelotas queimadas, com muita porosidade. Nestas micrografias estão indicadas por números algumas fases das amostras que se apresentam acinzentadas, claras e brilhantes. As regiões mais escuras são poros e algumas regiões cinza de preenchimento correspondem à resina que se adentrou nas amostras. As fases das microestruturas foram identificadas por MEV/EDS e difração de raios X, itens 4.22 e 4.23, respectivamente.



Figura 16 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra, (3) poros e (4) fase contendo zircônio (PEREIRA, 2014). Fonte: Pesquisa direta.



Figura 17 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 18 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 19 - Micrografia das amostras com 9% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 20 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 21 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1155°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 22 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 10min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 23 - Micrografia das amostras com 12% de cal, 12% de carvão ativado, queimadas a 1160°C durante 30min, observada em microscopia óptica, (1) resíduo, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros. Fonte: Pesquisa direta.

4.2.2 Microscopia eletrônica de varredura com análise EDS

As microestruturas obtidas por MEV são apresentadas nas Figuras 24 a 27. Os resultados dessas análises estão exibidos nas Tabelas 5 a 8. A partir das análises químicas de microrregiões EDS optou-se por apresentar os elementos químicos na forma de óxidos. Na Tabela 9 são apresentados todos os óxidos supostos nas fases das amostras. Em todas as imagens existem identificadores para cada fase:

- 1) Fase rica em manganês;
- 2) Resina que adentrou a amostra;
- 3) Poros e;
- 4) Quartzo.

Á partir Figuras 24 a 27 é possível observar fases claras, ricas em manganês, como é elucidado nas Tabelas 5, 7 e 8. Os valores do MnO são de 73,163%, 59,266% e 64,891% respectivamente. A presença de óxido de magnésio se deve ao fato de esse elemento ter um número atômico muito próximo ao do manganês e, por consequência é facilmente encontrado Mn junto com Mg na natureza.

Conforme apresentado na Tabela 6, constatou-se uma grande quantidade de silício denotando a presença de quartzo. Essa região foi identificada como a fase (4) na Figura 25.



Figura 24 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 9% de cal - 1155°C, 30min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros.

Tabela 5 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 9% de cal - 1155°C, 30min. Ponto 1 da Figura 24. Porcentagem em peso.

Óxidos previstos										
Na ₂ O	MnO	ZrO ₂	MgO	FeO	K ₂ 0	Al_2O_3	SnO ₂	SiO ₂	CaO	TiO ₂
0,006	73,163	0,034	3,101	13,466	0,024	0,820	0,006	0,357	0,911	0,266



Figura 25 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 9% de cal - 1160°C, 10min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra, (3) poros, (4) quartzo. Fonte: Pesquisa direta

Tabela 6 - Análise química de microrregião EDS do quartzo para a condição de trabalho: 9% de cal - 1160°C, 10min. Ponto 4 da Figura 25. Porcentagem em peso.

Óxidos previstos										
Na ₂ O	MnO	ZrO ₂	MgO	FeO	K ₂ 0	Al_2O_3	SnO ₂	SiO ₂	CaO	TiO ₂
0,221	17,558	0,000	2,775	2,636	0,236	6,033	0,000	36,216	26,048	0,262



Figura 26 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 12% de cal - 1155°C, 10min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros.

Tabela 7 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 12% de cal - 1155°C, 10min. Ponto 1 da Figura 26. Porcentagem em peso.

Óxidos previstos										
Na ₂ O	MnO	ZrO ₂	MgO	FeO	K ₂ 0	Al_2O_3	SnO ₂	SiO ₂	CaO	TiO ₂
0,040	59,266	0,000	4,828	26,266	0,010	0,418	0,012	0,531	1,057	0,235



Figura 27 - Microestrutura da amostra da condição de trabalho, 12% de cal - 1160°C, 10min observada em MEV/EDS, (1) fase rica em manganês, (2) resina que adentrou a amostra e (3) poros.

Tabela 8 - Análise química de microrregião EDS da fase rica em Mn para a condição de trabalho: 12% de cal - 1160°C, 10min. Ponto 1 da Figura 27. Porcentagem em peso.

	Óxidos previstos										
1	Na ₂ O	MnO	ZrO ₂	MgO	FeO	K ₂ 0	Al_2O_3	SnO ₂	SiO ₂	CaO	TiO ₂
(),021	64,891	0,000	4,347	21,208	0,000	0,142	0,000	0,120	0,501	0,290

Nome	Fórmula
Óxido de Sódio	Na ₂ O
Óxido de Manganês	MnO
Dióxido de Zircônio	ZrO ₂
Óxido de Magnésio	MgO
Óxido de Ferro	FeO
Óxido de Potássio	K ₂ 0
Alumina	Al_2O_3
Dióxido de Estanho	SnO ₂
Sílica	SiO ₂
Cal	CaO
Dióxido de Titânio	TiO ₂

Tabela 9 - Óxidos previstos nas fases das amostras.

4.2.3 Difração de Raios X

Os difratogramas gerados nos ensaios de difração de raios X das amostras queimadas estão apresentados nas Figuras 28 a 35. Como o minério de manganês utilizado nos experimentos ser sílico-carbonatado, foi notada a presença de fases minerais contendo silício, manganês ou magnésio, tais como, magnesioferrita, jadeíta, diopsídio, bustamita, dentre outros. A presença de magnésio, como já foi explicada no item 4.2.2, se deve ao fato de este elemento ter número atômico próximo ao do manganês na tabela periódica. Todas as fases presentes nos difratogramas podem ser vistas com suas respectivas fórmulas químicas na Tabela 10.

Conforme dito a respeito das análises de microrregiões EDS no item 4.2.2, as fases presentes nas microestruturas das amostras não são óxidos isolados de cada elemento químico.



Figura 28 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1155°C por 10 minutos. Fonte: Pesquisa direta.



41

Figura 29 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1155°C por 30 minutos. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 30 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1160°C por 10 minutos. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 31 - Difratograma de uma pelota contendo 9% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1160°C por 30 minutos.



Figura 32 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1155°C por 10 minutos. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 33 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1155°C por 30 minutos.





Figura 34 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1160°C por 10 minutos. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 35 - Difratograma de uma pelota contendo 12% de cal e 12% de carvão ativado, queimada a 1160°C por 30 minutos. Fonte: Pesquisa direta.

Nome	Fórmula
Bixbyita	Mn_2O_3
Jadeíta	Ca ₄ Fe ₄ Si ₈ O ₂₄
Magnesioferrita	$Fe_{16}Mg_8O_{32}$
Bustamita	$Ca_4Fe_4Si_8O_{24}$
Aegirina	NaFe ³⁺ [Si ₂ O ₆]
Diopsídio	$MgCaSi_2O_6$
Braunita	$(Mn, Si)_2 O_3$

Tabela 10 - Fases obt	idas por difração de raios	Х.
-----------------------	----------------------------	----

4.3 Análises de imagem

As análises de imagem foram feitas nas amostras apresentadas na Figura 36. A heterogeneidade de tamanhos de poros é visível a olho nu, o que justifica o amplo desvio padrão visto na Figura 37. Presume-se que essa heterogeneidade de tamanho de poros influenciou nos resultados de resistência a compressão.





Figura 36 - Amostras utilizadas para as análises de imagens. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% fe carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min.

As porcentagens de porosidade de cada condição de trabalho podem ser observadas na Figura 37. Como visto nas microestruturas apresentadas de MO e MEV, todas as condições exibiram uma porosidade expressiva, Sivrikaya *apud* Augusto (2016) afirma que normalmente as pelotas apresentam entre 22 e 30% de porosidade, sendo esse valor atribuído a uma boa redutibilidade. As condições de trabalho de 9% de cal queimada a 1155°C por 10min, 12% de cal queimada a 1155°C por 30min e 12% de cal queimada a 1160°C por 30min exibiram valores ligeiramente acima de 30%. Esta última condição apresentou o maior valor médio de porosidade com (34,44 \pm 6,48)%, já a condição de 9% de cal queimada a 1160°C por 30min apresentou o menor valor médio com $(26,46 \pm 16,61)$ %. Ambos os casos possuem a mesma condição de queima, alterando somente a porcentagem de cal, o que possibilitou deduzir que o aumento da quantidade de cal aumenta a porosidade da pelota.

Os desvios padrões de todas as condições de trabalho analisadas também se mostraram elevado, o que denota uma heterogeneidade independente da condição de trabalho. Essa característica é inerente às pelotas, porém a utilização de somente uma pelota para a análise de imagem ampliou esse aspecto. Apesar de se ter tomado somente uma amostra por condição de trabalho, supõe-se que estes resultados de porosidade foram razoavelmente satisfatórios, pois apresentaram valores semelhantes aos da literatura.



Figura 37 - Porcentagem de porosidade para cada condição de trabalho. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min.

Fonte: Pesquisa direta.

4.4 Perda de massa

As perdas de massas das amostras deste trabalho estão apresentadas na Figura 38. Essas perdas foram próximas de 30% e com um baixo valor de desvio padrão. À exceção das condições de trabalho de 9% de cal queimada a 1160°C por 10min e 12% de cal queimada a 1160°C por 10 min que apresentaram, $(35,5 \pm 0,03)\%$ e $(25,74 \pm 0,09)\%$, respectivamente.

Segundo Lyra (2018), a variação da porcentagem de cal deveria influenciar na variação da perda de massa de maneira proporcional. Acredita-se que isso não ocorre neste estudo devido às condições drásticas impostas na queima, não possibilitando uma queima adequada. No entanto, neste trabalho tentou-se aproximar os experimentos em laboratório com o que é feito industrialmente quando as pelotas passam continuamente pelos processos de secagem, queima e resfriamento.



Figura 38 - Perda de massa das pelotas para cada condição de trabalho. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.

4.5 Densidade Geométrica

Para as pelotas verdes observou-se, a partir do gráfico da Figura 39, que os valores de densidade geométrica não são influenciados pela porcentagem de cal. Esses valores para as pelotas verdes foram aproximadamente de $(1,42 \pm 0,13)$ g/cm³ para as amostras com 9% de cal e $(1,39 \pm 0,09)$ g/cm³ para aquelas com 12% de cal.



Figura 39 - Valores de densidade geométrica das pelotas verdes em função da proporção de cal. Fonte: Pesquisa direta.

Agora levando em consideração as pelotas queimadas, de uma maneira geral, é possível observar três critérios que podem influenciar a densidade geométrica, são eles: porcentagem de cal, temperatura e intervalos de tempo de queima.

Observando a proporção de cal, pode ser visto na Figura 40 que as amostras com 12% de cal apresentaram valores de densidade geométrica ligeiramente maiores se comparados aos das amostras com 9% de cal. Para 9% de cal, $(1,20 \pm 0,16)$ g/cm³, para 12% de cal o valor foi de aproximadamente $(1,32 \pm 0,23)$ g/cm³.



Figura 40 - Valores de densidade geométrica das pelotas queimadas em função da proporção de cal. Fonte: Pesquisa direta.

Analisando a Figura 41 percebe-se que os valores de densidade apresentam uma variação pequena entre as duas faixas de temperatura (1155°C e 1160°C), para a temperatura de 1155°C em torno de (1,24 \pm 0,16)g/cm³ e para 1160°C, por volta de (1,28 \pm 0,24)g/cm³.

Levando em consideração o último critério geral, o intervalo de tempo de queima, pode ser analisado na Figura 42. Para o tempo de 10min os valores são aproximadamente de $(1,22 \pm 0,11)$ g/cm³, já para 30min, os valores giraram em torno de $(1,30g \pm 0,27)$ g/cm³.

Analisando todas as condições de queima, é ilustrada na Figura 43 uma influência da proporção de cal em relação à densidade geométrica. Para as condições centrais da proporção com 9% de cal, 1160° C – 10min $(1,27 \pm 0,09)$ g/cm³ e 1155° C – 30min $(1,26 \pm 0,17)$ g/cm³ tem-se um valor de densidade geométrica superior a duas condições de 12% de cal, 1160° C – 10min $(1,23 \pm 0,10)$ g/cm³ e 1155° C – 10min $(1,23 \pm 0,07)$ g/cm³, porém em geral os valores para as condições de 12% são superiores aos de 9% de cal. Destacando o valor de densidade de aproximadamente $(1,52 \pm 0,34)$ g/cm³, da condição extrema de 12%, 1160° C – 30min, o maior dentre todas as condições e o valor de densidade de cerca de $(1,12 \pm 0, 16)$ g/cm³, da mesma condição extrema de 9%, o menor dentre todas as condições estudadas.



Figura 41 - Valores da densidade geométrica das pelotas queimadas em função da temperatura de queima. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 42 - Valores da densidade geométrica das pelotas queimadas em função do intervalo de tempo de queima. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 43 - Valores de densidade geométrica das pelotas queimadas em função da porcentagem de cal para cada condição de trabalho. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.

4.6 Ensaios de compressão

Nas Figuras 44 a 59 estão apresentadas as fraturas e os gráficos característicos relativos à resistência à compressão de cada condição estudada e, para o gráfico da condição de trabalho com 9% de cal, 1155°C, 30min, Figura 45, notam-se pequenas quedas não caracterizadas como fratura da amostra e sim, como ruptura de pequenas cascas superficiais, para todas as condições de trabalho, esse comportamento da curva foi recorrente. O último ponto antes da queda brusca da curva foi considerado o ponto de carga máxima da amostra. Após esse ponto toda a continuidade do gráfico foi tida como esboroamento da pelota. A não homogeneidade e criação do núcleo no interior da pelota, como já foi citado neste capítulo, fizeram que a resistência mecânica fosse menor. Para as condições de trabalho das Figuras 47 e 57, é possível observar de forma mais clara os pequenos picos durante a compressão, referentes às fraturas das pequenas cascas. Nas Figuras 49 e 59, é possível observar dois picos, para esse tipo optou-se pelo primeiro como carga máxima e caracterizou-se o restante da curva como esboroamento. Acredita-se que o primeiro pico está relacionado com a

resistência mecânica da "casca" da pelota e o segundo pico à resistência mecânica do núcleo de morfologia mais homogênea e de maior resistência mecânica.



Figura 44 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 45 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 46 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 47 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.


Figura 48 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 49 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 50 - Fratura de pelotas com 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 51 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 52 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 53 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 54 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min.





Figura 55 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 56 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 57 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 58 - Fratura de pelotas com 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min.

Fonte: Pesquisa direta.



Figura 59 - Curva da carga versus variação de altura para a condição de trabalho de 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Ensaio de compressão. Fonte: Pesquisa direta.

Os resultados dos ensaios de compressão foram divididos em dois gráficos para cada condição de estudo, o primeiro levando em consideração o valor de carga máxima suportada pelas pelotas durante os ensaios de compressão e outro gráfico comparando as cargas máximas e os diâmetros das amostras para cada condição de trabalho.

Iniciando pelas amostras com 9% de cal, queimadas a 1155°C por 30min, o valor máximo da carga de compressão foi cerca de 0,8540kN e o valor mínimo foi de 0,1040kN, excetuando as pelotas que não foram utilizadas nos ensaios de compressão, o gráfico pode ser visto na Figura 60.

Observando o gráfico seguinte, na Figura 61, as pelotas de 9% de cal foram queimadas a uma temperatura de 1155°C por 10min, o valor de carga máximo foi de 0,5080kN, já o valor mínimo foi em torno de 0,0220kN, valores inferiores à primeira condição de trabalho.

Para as pelotas com 9% de cal, queimadas a 1160°C por 30min, Figura 62, a resistência máxima a compressão foi de aproximadamente 0,5140kN, já o valor mínimo foi de 0,0320kN, valores semelhantes aos da Figura 61.

Nota-se que para as três primeiras condições de trabalho, a maioria das amostras resistiu a cargas inferiores a 0,41kN.

São mostrados na Figura 63, os valores de carga máxima para as pelotas com 9% de cal queimadas a uma temperatura de 1160°C por 10min, o valor de carga máxima para essa condição fixou em torno de 0,3900kN, já o valor mínimo de carga foi de 0,1020kN, apesar de um valor de carga máxima menor que as outras três condições. No geral, a frequência de carga máxima média suportada pelas pelotas nesta condição foi mais homogênea que nos casos anteriores.



Figura 60 – Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 61 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 62 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 63 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min. Fonte: Pesquisa direta.

Para as pelotas com 12% de cal queimadas a 1155°C por 30min, a carga máxima foi em torno de 0,65kN, já o valor mínimo foi de 0,1180kN, mostrando um pequeno aumento de resistência mecânica se comparadas às amostras de 9% de cal, Figura 64.

Analisando a Figura 65, pode-se inferir que para as pelotas com 12% de cal, queimadas a 1155°C por 10min, a resistência à compressão máxima foi de 0,4240kN e a mínima, 0,0480kN. Este fato demonstra que para o intervalo de tempo de 10min a resistência mecânica não é satisfatória.

Observando o gráfico seguinte, na Figura 66, as pelotas com 12% de cal foram queimadas a uma temperatura de 1160°C por 10min, a carga máxima suportada pelas amostra foi de cerca de 0,4840kN, já o valor mínimo foi de 0,0420kN.

Para a última condição a ser analisada, Figura 67, as amostras com 12% de cal foram queimadas a uma temperatura de 1160°C por 30min, a resistência à compressão máxima suportada pelas pelotas foi de 1,19kN e o mínimo, 0,09kN. Essa condição de trabalho apresentou os maiores valores de resistência mecânica, dentre todas as estudadas.



Figura 64- Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 65 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 66 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min. Fonte: Pesquisa direta.



Figura 67 - Histograma da frequência versus carga máxima obtida nos ensaios de compressão das pelotas queimadas para a condição de trabalho: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.

Algumas conclusões podem ser obtidas a partir dos gráficos das Figuras 60 a 67. No primeiro momento é perceptível que o intervalo de tempo de 10 minutos foi insuficiente para conferir resistência mecânica nas amostras na etapa de queima. A média das cargas máximas das pelotas que foram queimadas em 10 minutos, por condição de trabalho foi de:

- 1) 9% de cal, 1155° C = $(0,19 \pm 0,13)$ kN;
- 2) 9% de cal, 1160°C = $(0,23 \pm 0,08)$ kN;
- 3) 12% de cal, 1155°C = $(0,19 \pm 0,09)$ kN;
- 4) 12% de cal, 1160°C = $(0,18 \pm 0,09)$ kN.

Todas as amostras apresentaram valores de resistência mecânica relativamente semelhante e abaixo de 0,2kN, com exceção da segunda condição citada.

Comparativamente, as amostras queimadas durante 30min apresentaram uma resistência mecânica maior, a média das cargas máximas das pelotas que foram queimadas nesse intervalo de tempo foi de:

- 1) 9% de cal, 1155° C = $(0,30 \pm 0,19)$ kN;
- 2) 9% de cal, 1160° C = $(0, 16 \pm 0, 09)$ kN;
- 3) 12% de cal, 1155°C = $(0,29 \pm 0,12)$ kN;

4) 12% de cal, 1160°C = $(0,43 \pm 0,3)$ kN.

Com exceção da segunda condição, 9% de cal, 1160°C por 30min, todas as outras amostras apresentaram valores de resistência mecânica superiores, se comparadas às pelotas queimadas durante 10min. Em geral as pelotas queimadas durante 30min apresentaram uma resistência mecânica 1,5 vezes maior que o outro intervalo de tempo, entretanto nenhum dos dois intervalos tempo se mostrou eficaz em conferir resistência mecânica às pelotas. Isso se deve a condição experimental geral. De certa forma, as condições da etapa de queima eram drásticas, as amostras eram postas no forno com a temperatura desejada já muito alta, permaneciam no intervalo de tempo desejado e depois eram deixadas para resfriar dentro do forno. Dessa forma, a queima não conseguia alcançar o centro da pelota, criando assim uma espécie de núcleo que sempre demonstrava porosidade, semelhante até a uma pelota verde e na superfície da amostra uma espécie de "capa" era formada.

Conforme Lyra *apud* Zhu e Guo (2014), apenas pelotas com carga de ruptura superior a 2kN apresentariam características interessantes para utilização. Logo as pelotas estudadas não apresentam o perfil aproveitável, sendo necessário rever as condições de trabalho para conferir uma resistência mecânica.

Observando os valores da carga máxima e dos diâmetros das pelotas queimadas para cada condição de trabalho, na Figura 68, pode-se constatar que a maior resistência à compressão é para a condição de trabalho: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30min. Neste caso, as pelotas apresentaram os menores diâmetros após a queima, porém o desvio padrão para a carga máxima média nessa condição também foi o maior, o que significa que algumas pelotas também não apresentaram uma boa resistência à compressão e outras exibiram uma resistência muito acima da média.

A condição de trabalho com 12% de cal, queimada a 1160°C por 30 min. apresentou a segunda maior perda de massa (Figura 38) e essa propriedade tendo relação direta com a redução do diâmetro leva a crer que sua queima foi mais efetiva, se comparada às outras condições, e por consequência à resistência a compressão exibida pelas amostras dessa condição foi maior.



Figura 68 - Diâmetro médio e carga máxima média para os ensaios de compressão. Caso 1: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 2: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 3: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min, Caso 4: 9% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 5: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 30 min, Caso 6: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1155°C, 10 min, Caso 7: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 10 min, Caso 8: 12% de cal, 12% de carvão ativado, 1160°C, 30 min. Fonte: Pesquisa direta.

Finalmente, pode-se dizer que ao se tentar simular uma condição de trabalho mais rápida e econômica, os valores de resistência mecânica atingidos pelas amostras foram bem inferiores àqueles obtidos por Lyra (2017). Deve-se ressaltar que a cal utilizada neste trabalho tinha composição química diferente daquela utilizada por Lyra (2017). No entanto, de forma mais expressiva, as condições de trabalho mais severas, tentando simular um processo industrial, propiciaram a menor resistência mecânica das pelotas.

5 CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusões

Para as condições de trabalho realizadas, conclui-se que:

Todas as amostras, independentemente da condição de trabalho, apresentaram porosidade elevada, típica de pelotas queimadas.

Foram observadas nas microestruturas das amostras fases ricas em manganês caracterizadas por uma coloração branca e fases ricas em silício de coloração cinza evidenciando a presença de quartzo.

Devido ao fato de o minério de manganês utilizado nos experimentos ser sílicocarbonatado foi notada a presença de fases minerais contendo silício, magnésio, além do próprio manganês. Nos ensaios de difração de raios X foram detectadas as fases: bixbyita, jadeíta, magnesioferrita, bustamita, aegirina, diopsídio e braunita. A presença de fases com magnésio se deve a proximidade em número atômico deste com o manganês.

A maior porosidade foi encontrada na condição de 12% de cal queimada a 1160°C por 30 minutos, com um valor médio de $(34,44 \pm 6,48)$ % para a amostra analisada, a menor porosidade foi identificada na condição de 9% de cal queimada a 1160°C por 30 min, com um valor médio de $(26,46 \pm 16,61)$ %.

De maneira geral a perda de massa de todas as condições se manteve próxima a 30%. A condição com a maior perda de massa foi a de 9% de cal queimada a 1160°C por 10 min com o valor de $(35,5 \pm 0,03)$ %. Já a menor foi a de 12% de cal queimada a 1160°C por 10 min com um valor de $(25,74 \pm 0,09)$ %. Porém, esta última possui um desvio padrão que a coloca dentro da média geral.

Os valores de densidade geométrica das pelotas queimadas foram baixos. Para as pelotas com 9% de cal esses valores foram próximos a $(1,20 \pm 0,16)$ g/cm³ e para as amostras com 12% de cal aproximadamente $(1,32 \pm 0,23)$ g/cm³.

A maior resistência mecânica encontrada durante os ensaios de compressão foi de $(0,4338 \pm 0,30)$ kN para a condição de trabalho de 12% de cal, queimada a 1160°C por 30min.

5.2 Recomendações para trabalhos futuros

Realizar a análise de imagem com um maior número de pelotas, para obter um maior número de dados e por consequência resultados precisos.

Outros ligantes, como cimento, devem ser testados visando alcançar valores mais elevados de resistência mecânica.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

ABREU, Sylvio Froes. (1973). **Recursos minerais do Brasil.** São Paulo, SP, Editora Edgard Blucher LTDA, vol.2, Cap.14, p.492-550.

ALMEIDA, Alexandre Batista de. **Caracterização químico-mineralógica de minérios de manganês.** 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

AUGUSTO, Karen Soares. **Identificação automática do grau de maturação de pelotas de minério de ferro. 2012.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.

AUGUSTO, Karen Soares. **Microtomografia Computadorizada de Raios X Aplicada à Caracterização de Porosidade em Pelotas de Minério de Ferro.** 2016. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

BRAGA, R. S.; TAKANO, C.; MOURÃO, M. B. Prereduction of self-reducing pellets of manganese ore. **Ironmaking And Steelmaking.** International, vol 34, No 4, p. 279-284. maio 2007.

BS Ind. Com. Produtos metalúrgicos LTDA. Disponível em: <http://www.bsmetalurgica.com.br/o-que-e>. Acesso em: 02 outubro 2018.

CAMARGO, Arthur Holstein de. **Análise do processo de pelotização do pó de aciaria elétrica**. 2013. 44 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2013.

COSTA, Ricardo Vinícius Pereira da. **Otimização da resistência à compressão de pelotas de minério de ferro para redução direta pela aplicação de projeto robusto**. 2008. 130 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.

DINIZ, Eduardo José. **Pelotização de minério de ferro.** 2014. Trabalho acadêmico (Bacharelado em Engenharia de Minas) - Faculdade Presidente Antônio Carlos, Conselheiro Lafaiete, 2014.

FARIA, Geraldo Lúcio de. Estudo da Intensidade de crepitação de minérios granulados de manganês no Brasil. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2008.

FARIA, Geraldo Lúcio de. **Estudo Geometalúrgico de granulado e pelota de minério de manganês.** 2011. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2011.

FONSECA, Maurício Cota. **Influência da distribuição granulométrica do pellet feed no processo de aglomeração e na qualidade da pelota de minério de ferro para redução direta**. 2004. 142 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2004.

GIL, Antônio Carlos. Como elaborar projetos de pesquisa. 4. Ed. São Paulo: Atlas, 2002.

JANUZZI, Aércio. Análise da aglomeração a frio no processo HPS (hybrid pelletized sinter) com ênfase nas matérias-primas envolvidas. 2008. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

LYRA, Tatianna Ramos. **Pelotização de resíduos de minério de manganês com adição de diferentes quantidades de cal**. 2017. Relatório de Iniciação Científica - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2017.

LYRA, Tatianna Ramos. **Estudo da relação entre os parâmetros de processo e as propriedades das pelotas de minério de manganês**. 2018. 71 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2018.

MEYER, K. – **Pelletizing of Iron Ores** – Springer – Verlag Berlin, Heidelberg, and Verlag Stahleissen mbH, Düsseldorf, Germany, 1980.

MORO, Noberto; AURAS, André Paegle. **Processos de Fabricação: Metalurgia do pó e o futuro da indústria.** Florianópolis, 2007. Disponível em:

http://norbertocefetsc.pro.br/downloads/metalurgiadopo.pdf. Acesso em: 2 out. 2018.

MOURÃO, Marcelo Breda et al. **Introdução à Siderurgia.** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2007.

NUNES, José Eduardo Fernandes. Controle de um Processo de Pelotização:
Realimentação por Imagem. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2004.

PEREIRA, M.J.; LIMA, M.M.F.; LIMA, R.M.F. . calcination and characterisation studies of a Brazilian manganese ore tailing. **International Journal of Mineral Processing (Print)**, v. 131, p. 26-30, 2014.

SILVA, André Carlos. Aglomeração mineral. Disponível em: https://cetm_engminas.catalao.ufg.br/up/596/o/aglomeracao_2.pdf> Acesso em: 9 de outubro de 2018

SOUZA, Anderson Lúcio de. Efeito da adição de cal hidratada na etapa de aglomeração das pelotas de minério de ferro produzidas pela Samarco S.A. 2014. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

ZHU, D. Q., YU, W., ZHOU, X., PAN, J. Strengthening pelletization of manganese ore fines containing high combined water by high pressure roll grinding and optimized temperature elevation system. **Journal of Central South University.** Changsha, p. 3485-3491. out. 2014.