

CARACTERIZAÇÃO POR MEV E MEV/EDS DE SÍNTER DE FINOS DE MINÉRIO DE FERRO DA SERRA DE CARAJÁ-PA

CHARACTERIZATION BY SEM AND SEM/EDS OF SINTER FROM IRON ORE FINES OF SERRA DE CARAJÁS-PA

Lima.F.S.^{1*}; Neves.A.S.S.¹; Daniel.B.T.F.¹; Seabra.D.C.M.¹; Ferreira.J.G.M.¹;
Vale.S.B.¹

1. Universidade Federal do Pará (UFPA), Conjunto Cidade Nova 4,
Travessa WE Vinte e Seis, 2 - Bairro Coqueiro - CEP 67130-660 -
Ananindeua - Pará - Amazônia – Brasil.

Contato^{1*}: fernandadasilvadelima2004@gmail.com

RESUMO

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é utilizado para criar imagens de alta resolução da superfície de sólidos, permitindo a análise de falhas e características do material. Quando acoplado ao Espectroscópio de Energia Dispersiva (EDS), possibilita interpretações dos dados espectroscópicos. A porosidade no sinter é crucial para aumentar a redutibilidade, influenciando a carga no alto-forno. A análise de perda ao fogo mostra que a alta temperatura remove matéria orgânica e dióxido de carbono, deixando resíduos de óxidos como CaO e MgO. Impurezas como SO₃ e P₂O₅ podem afetar a produção devido à fragilidade do material. O percentual de ferro deve estar acima de 70% para obter um material de boa qualidade. Neste estudo, amostras de sinter foram analisadas por MEV/EDS para avaliar sua morfologia e composição química. As amostras apresentaram porosidade variada e composição química com ferro predominante. O método comprovou ser eficaz para a caracterização do sinter, fornecendo informações necessárias para o estudo.

Palavra-chave: MEV; MEV/EDS; Sinter; Caracterização; Ferro.

ABSTRACT

The Scanning Electron Microscope (SEM) is used to create high-resolution images of solid surfaces, allowing the analysis of material failures and characteristics. When coupled with Energy Dispersive Spectroscopy (EDS), it also enables interpretations of spectroscopic data. Porosity in the sinter is crucial for increasing reducibility, influencing the blast furnace load. The loss on ignition analysis shows that high temperature removes organic matter and carbon dioxide, leaving residues

of oxides like CaO and MgO. Impurities such as SO₃ and P₂O₅ can affect production due to the material's fragility. The iron content must be above 70% to obtain a material of good quality. In this study, sinter samples were analyzed by SEM/EDS to evaluate their morphology and chemical composition. The samples showed varied porosity and a chemical composition with predominant iron. The method proved to be effective for sinter characterization, providing necessary information for the study.

Keywords: SEM; SEM/EDS; Sinter; Characterization; Iron.

INTRODUÇÃO

O sinter de finos de minério de ferro é produzido por meio de um processo térmico denominado sinterização, no qual partículas finas de minério de ferro (sinter-feed) são misturadas e homogeneizadas com outros materiais, como finos de fundente, e aquecidas a altas temperaturas. O objetivo é obter um material resistente e poroso, que pode ser utilizado no alto-forno com maior eficiência ^[1].

A caracterização do sinter é essencial para compreender a relação entre a estrutura do material e suas propriedades físicas, químicas e mecânicas. Por meio desse procedimento pode-se verificar como as condições de processamento influenciam a microestrutura do material e impactam suas propriedades como resistência, ductilidade e dureza.

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e a Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios X (EDS) são equipamentos que oferecem resultados sobre a morfologia e a composição química do sinter. O MEV fornece imagens da superfície da amostra, obtendo as características do material e percepção de possíveis falhas ^[2]. Enquanto o EDS, agregado ao MEV, possibilita a interpretação dos dados da espectroscopia de raios X por dispersão de energia.

A morfologia da microestrutura do sinter produzido com moinha de carvão vegetal possui propriedades influenciáveis tanto no ferro quanto no aço produzido ^[3]. Após a análise desses dados, deverão ser vistas partículas maiores, o que significaria que estão presentes agentes nucleantes, sendo as menores como aglomerados circundantes.

A presença de porosidade é importante na sinter, sendo um parâmetro que aumenta o índice de redutibilidade, implicando assim a caracterização da

importância dos elementos por meio de análise microestrutural para carregamento no alto-forno; essas propriedades são necessárias na produção de ferro-gusa e aço [4].

MATERIAIS E MÉTODOS

A realização do experimento de produção e obtenção do sinter foram realizados na Usina de Materiais, do Laboratório de Engenharia Química (LEQ) da Universidade Federal do Pará – UFPA, utilizando as seguintes matérias-primas (doadas por uma empresa siderúrgica localizada no Município de Marabá-PA) e equipamentos para o processo de sinterização, conforme a Tabela 1.

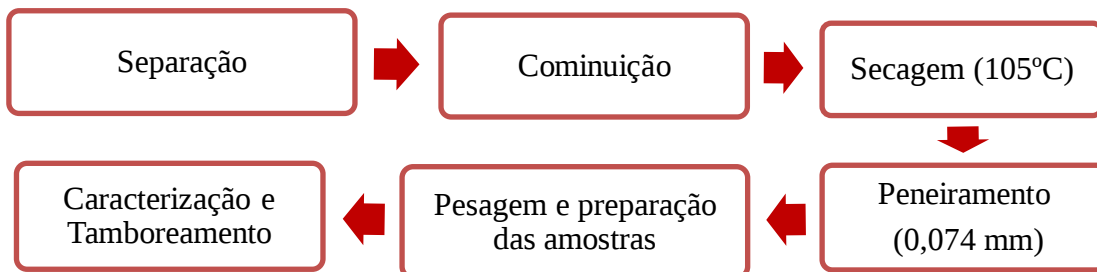
Tabela 1 – Materiais e equipamentos utilizados no processo de sinterização

Materiais e equipamentos			
FMF, FCC, CL e coque	Massa de silicone e argila para vedação	Pelotizador	Jogo de peneiras nas malhas de: 19,05 mm; 9,52 mm;
Reator vertical de leito fixo	Britador de mandíbula	Cadinho	7,93 mm; 6,35 mm;
Exaustor e tubo de exaustão	Moinho de disco	Maçarico	4,0 mm; 2,80 mm;
Aparelho de verificação da temperatura	Agitador RO-TAP	Gás (GLP) e mangueira de pressão	1,68 mm; 1,00 mm; 0,500 mm;
Anemômetro	Balança e bandeja	Régua e pá	0,295 mm, 0,208 mm,
Grelha	Estufa	Borrifador	0,147 mm;
Termopar	Cronômetro	Proveta de 1000 mL	0,104 mm; 0,074 mm

Fonte: Seabra (2021).

No processo de caracterização das amostras de sínter, a preparação ocorreu conforme o fluxograma da Figura 1.

Figura 1 – Fluxograma das etapas de caracterização das amostras de sínter



Fonte: Seabra (2021).

As matérias-primas e os sínteres 1 e 2 produzidos foram caracterizados quanto à sua estrutura mineralógica, físico-química e morfológica para avaliação da qualidade do produto. Para tanto, as amostras foram submetidas à análise MEV e MEV/EDS (utilizando Instrumentos OXFORD, equipamento PentaFET Precision do laboratório do Museu Paraense Emílio Goeldi).

RESULTADOS E MÉTODOS

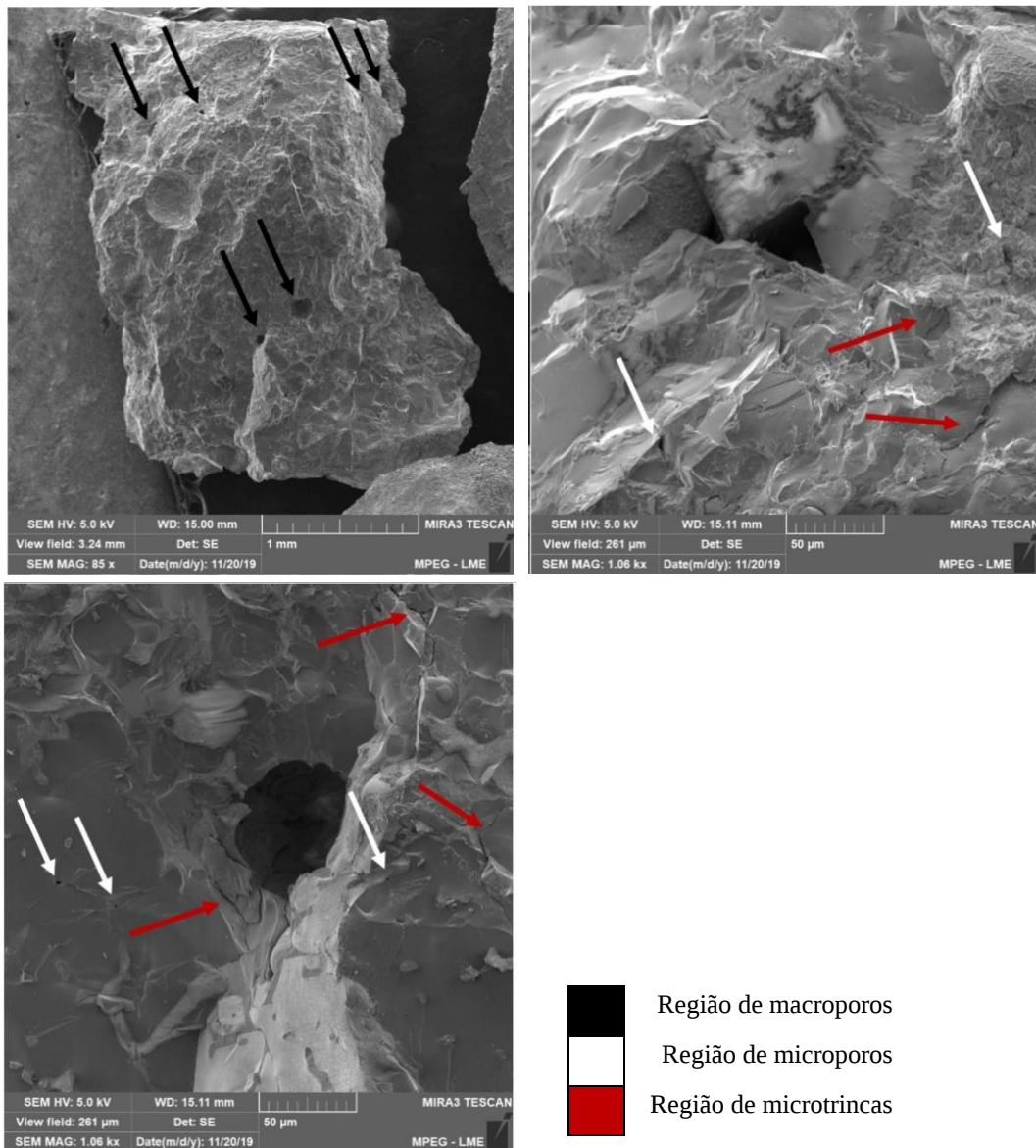
Caracterização do sínter

As caracterizações mencionadas nos tópicos seguintes foram realizadas para avaliar a eficiência do processo de sinterização.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A caracterização dos sínteres produzidos, se faz importante para determinar a morfologia do material, sendo influentes nas propriedades do ferro gusa e aço. A micrografia do sínter 1 é apresentada na Figura 2.

Figura 2 – Micrografia do sínter 1

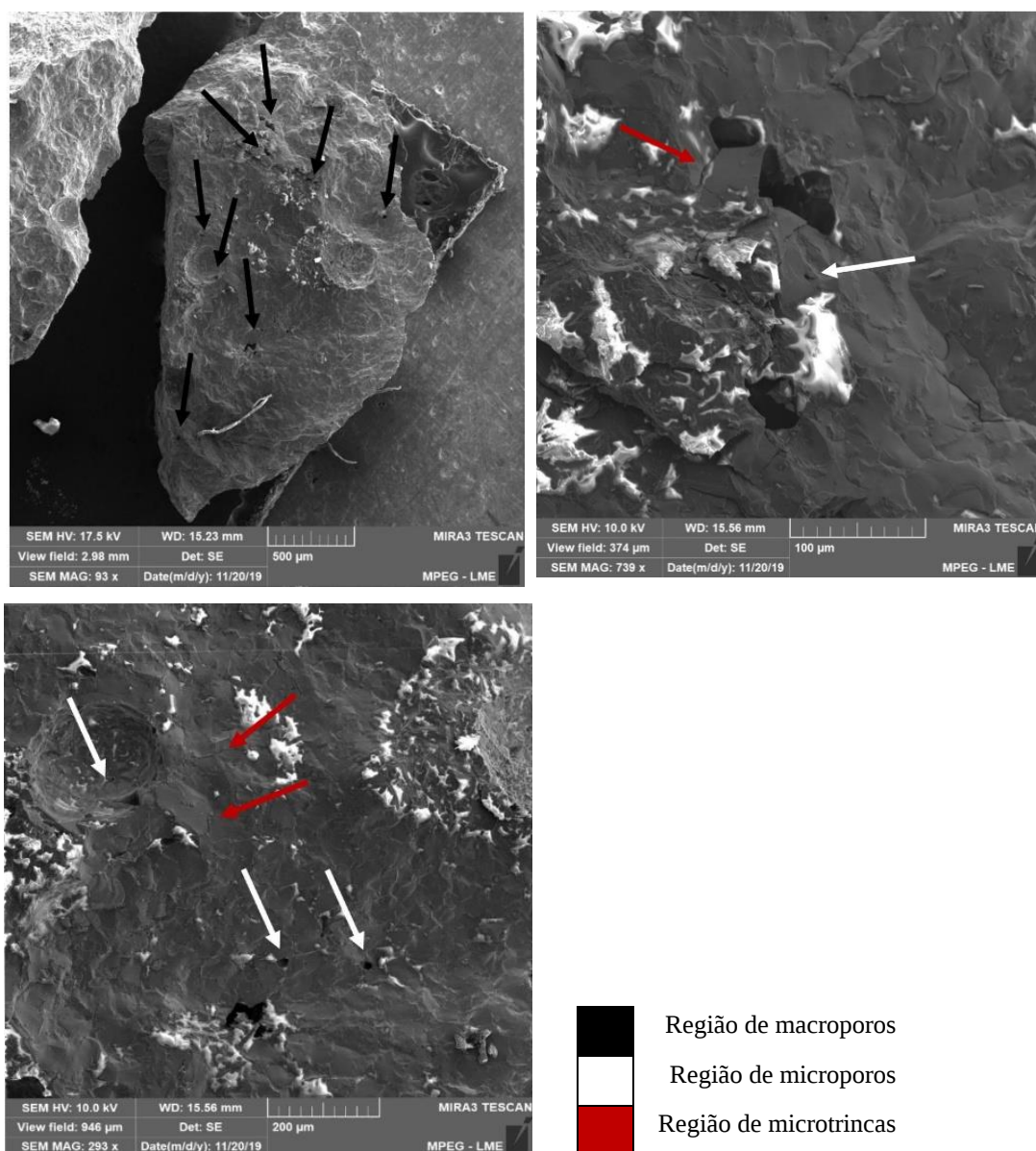


Fonte: Seabra (2021).

Observou-se nesta micrografia a presença de macroporos, microporos e microtrincas em pequena quantidade, sem partes não sinterizadas visíveis [2]. Dessa maneira, conclui-se que esta amostra foi integralmente sinterizada, porém com menor quantidade de poros. Também são visíveis formas irregulares no síter, além da presença de partículas mistas, regiões de nucleação e aglomeração [4].

As características da amostra de síter 2 foram distintas das do síter 1, conforme ilustrado na Figura 3.

Figura 3 – Micrografia do sínter 2



Fonte: Seabra (2021).

Na micrografia do sínter 2 observou-se diferenças em comparação ao primeiro, os macroporos estão em maior quantidade e possuem poucos microporos, assim como as microtrincas. Nota-se também, partes que não foram sinterizadas (regiões de mancha branca), relacionadas aos finos de calcário calcítico utilizado como fundente. Há presença de partículas mistas, formas irregulares, regiões de nucleação e aglomeração, semelhante ao sínter 1 [2,4].

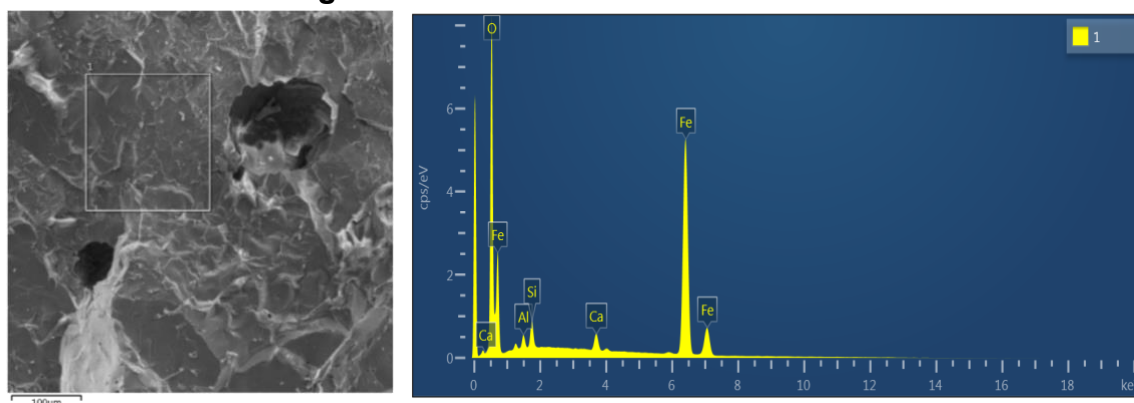
As características das amostras de sínter 1 e 2 não foram totalmente iguais, portanto, a textura do material assim como a porosidade, influenciada

pela difusão, não será semelhante por conta da diversificação das fases, visto que as análises apresentadas tiveram suas diferenças apesar dos processos serem parecidos [2,3,5]. Então, a forma encontrada no material é decorrente das matérias-primas que foram utilizadas nos processos de sinterização.

Espectroscopia de Energia Dispersiva (MEV/EDS)

A análise realizada por EDS, como mostra a Figura 4, quantificou o percentual dos elementos encontrados no sinter 1, revelando as seguintes composições: ferro 65,52%; oxigênio 30,28%; silício 1,65%; cálcio 1,57% e alumínio 0,97%, tendo os valores próximos em relação ao sinter 2. A predominância no sinter 1 por conta dos altos teores de Fe e O estão relacionados a presença de FeO, Fe₂O₃ e Fe₃O₄ em decorrência das composições presentes nas matérias-primas, que na presença do oxigênio formam os óxidos.

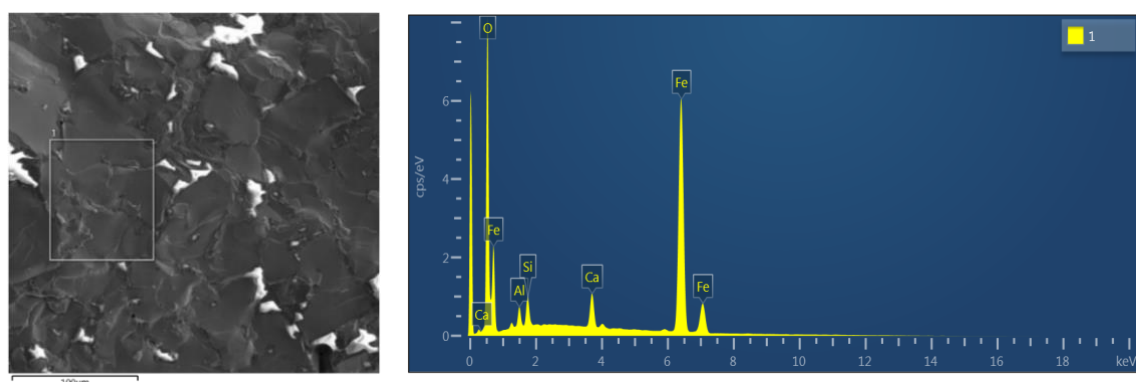
Figura 4 –Análise MEV/EDS do sinter 1



Fonte: Seabra (2021).

No sinter 2 os elementos apresentaram pouca diferença, como pode ser observado na Figura 5. Os percentuais obtidos foram: ferro 65,67%; oxigênio 28,41%; cálcio 2,94%; silício 1,64% e alumínio 1,34%.

Figura 5 –Análise MEV/EDS do sínter 2



Fonte: Seabra (2021).

Ao comparar os teores do sínter 2 com os do sínter 1, nota-se que os percentuais de ferro, cálcio e alumínio foram maiores no sínter 2, enquanto o teor de silício foi semelhante, assim como o de oxigênio. Os valores obtidos na análise comparados com os percentuais encontrados em estudos anteriores dos sínters 1 e 2 apresentaram discrepâncias, conforme observado na Tabela 2.

Tabela 2 – Comparação dos resultados das amostras de sinter

Sínter 1						Sínter 2					
Autor		Felipe (2019)		Daniel (2018)		Autor		Felipe (2019)		Daniel (2018)	
E	%	E	%	E	%	E	%	E	%	E	%
Fe	65,52	Fe	48,02	Fe	54,38	Fe	65,67	Fe	62,42	Fe	53,44
O	30,28	O	36,06	O	31,43	O	28,41	O	30,43	O	34,01
Ca	1,57	Ca	8,88	Ca	4,75	Ca	2,94	Ca	4,02	Ca	5,71
Si	1,65	Si	5,54	C	4,62	Si	1,64	Si	3,14	C	6,84
Al	0,97	Al	1,50	Si	2,98	Al	1,34				
				Al	1,08						
				Mg	0,76						

Fonte: Seabra (2021).

No sínter 1 o percentual de ferro do autor foi maior e os demais elementos apresentaram baixa composição em comparação aos dois outros sínteres. A amostra utilizada em outro estudo ^[4] apresentou maior quantidade nos demais

elementos, entretanto, na análise de outra literatura foi detectada a presença de carbono e magnésio, ao qual não é quantificado nas amostras anteriores [2].

O sínter 2 também apresentou maior quantidade de ferro e menor nos outros elementos, porém o silício, oxigênio e cálcio foram maiores. Portanto, entende-se que alguns elementos apresentaram diferença grandes e outros pouca, no que diz respeito a influência das matérias-primas serem semelhantes, mas conter elementos que não estão presentes nos demais [3].

CONCLUSÃO

Assim, a análise das amostras de sinterização 1 e 2 revelou diferenças significativas na microestrutura e na composição química, o que é justificado pelas diferentes matérias-primas e processos de sinterização. O Sínter 2 apresentou maior presença de macroporos do que microporos em comparação ao Sínter 1, além de áreas não sinterizadas; esta última característica está provavelmente relacionada com a utilização do calcário calcítico como fundente. As composições químicas, analisadas pela EDS, indicam que o Sínter 2 possui maior teor de ferro, cálcio e alumínio, mantendo níveis de silício e oxigênio muito próximos aos do Sínter 1.

REFERÊNCIAS

- [1] RIZZO, Ernandes Marcos da Silveira. Introdução aos processos siderúrgicos. São Paulo: ABM, 2005, p. 53.
- [2] DANIEL, B. T. F. Avaliação da altura do leito de sinterização de finos de minério de ferro em um reator vertical de leito fixo para a produção de sínter. 2018. 79 f. TCC (Graduação) – Curso de Ciência e Tecnologia – Ênfase em Tecnologia Mineral, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2018.
- [3] IGLESIAS, J. C. A. et al. Caracterização quantitativa de sínter. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 7, n. 1-2, p.12-17. São Paulo, 2013.

[4] FELIPE, R. F. Produção e caracterização de sinter de minério de ferro com a incorporação de 12% de carepa de laminação utilizando moinha de carvão vegetal como combustível. 2019. 69 f. TCC (Graduação) – Curso de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2019.

[5] CATUNDA, C. E. G. Influência da temperatura e de dopantes de cromo na difusão configuracional transiente de óxidos de ferro em meios refratários porosos de alta alumina. 2017. 164 f. Tese (Doutorado) – Curso de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

[6] SEABRA, Daniel Costa Martins. Produção e Caracterização de Sinter de Finos do Minério de Ferro com a Utilização de 8% do Coque e 12% da Carepa de Laminação. 2021. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Pará, Ananindeua, 2021.

[7] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. NBR ISSO 3271: Minérios de ferro como insumo para alto-forno e redução direta – determinação dos índices de tamboreamento e abrasão. Rio de Janeiro, 2018b.