



**Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP**  
**Escola de Minas**  
**Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais**  
**Campus Morro do Cruzeiro**  
**Ouro Preto – Minas Gerais – Brasil**



**“Caracterização cristaloquímica de sínteres produzidos pelo processo de sinterização HPS utilizando difração de elétrons retroespalhados (EBSD) ”**

**Diego Camargos Bar Martinez**

**Ouro Preto, 2022.**

**Diego Camargos Bar Martinez**

**“Caracterização cristaloquímica de sínteres produzidos pelo processo de sinterização  
HPS utilizando difração de elétrons retroespalhados (EBSD) ”**

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto como parte dos requisitos para a obtenção do Grau de Engenheiro Metalurgista.

**Orientador: Prof. Dr. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva**

**Ouro Preto, 2022.**



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO  
REITORIA  
ESCOLA DE MINAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE  
MATERIAIS



**FOLHA DE APROVAÇÃO**

**Diego Camargos Bar Martinez**

**Caracterização cristaloquímica de sínteres produzidos pelo processo de sinterização HPS utilizando difração de elétrons retroespalhados (EBSD)**

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico

Aprovada em 19 de dezembro de 2022

Membros da banca

Prof. Dr. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva - Orientador - Universidade Federal de Ouro Preto  
Prof. Dr. Cláudio Batista Vieira - Universidade Federal de Ouro Preto  
Enga. MSc. Flávia Braga de Oliveira - Universidade Federal de Ouro Preto

Prof. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito na Biblioteca Digital de Trabalhos de Conclusão de Curso da UFOP em 20/12/2022



Documento assinado eletronicamente por **Gilberto Henrique Tavares Alvares da Silva, PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 21/12/2022, às 08:55, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [http://sei.ufop.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0448999** e o código CRC **50620FA0**.

## RESUMO

O empobrecimento do minério de ferro somado à redução na granulometria dos finos, principalmente nas jazidas do Quadrilátero Ferrífero, têm sido uma porta de entrada para tecnologias alternativas para aglomeração deste material. O processo de sinterização HPS, utilizando uma carga mista composta por sinter e *pellet feed*, representa uma tendência para este contexto, produzindo um sinter HPS com excelentes propriedades metalúrgicas. Sendo assim, realizar a caracterização química e microestrutural de amostras de sínteres HPS por técnica de difração de elétrons (EBSD) em conjunto com a espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS), é uma forma importante e necessária para compreender as características do material, as fases que o compõem e seu respectivo comportamento em processos siderúrgicos. Para isto, neste projeto realizou-se a preparação metalográfica, de acordo com a norma ASTM E3, de amostras de sinter HPS (sinter produto, sinter piloto com 60kg/ton de CaO e sinter piloto com 76kg/ton de CaO) fornecidas pela ArcelorMittal Monlevade. Em seguida foi feita a caracterização das fases constituintes das amostras a partir das técnicas indicadas anteriormente. As análises para a amostra de sinter produto mostraram que, via EDS foi possível identificar partículas de óxidos de ferro, fases de cálcio-ferrito (SFCA) e a presença de poros na amostra, porém, via EBSD as regiões indexadas não corresponderam às obtidas anteriormente. Nas amostras de sinter piloto, em ambas, foi possível identificar por EBSD as fases hematita e magnetita, porém, as fases SFCA não foram indexadas precisamente da mesma maneira. A capacidade de indexação da técnica EBSD do ponto de vista técnico é possível, porém, para que ocorra da com o mínimo de erro necessita-se que sejam fornecidas ao sistema as fases de interesse, representando uma limitação do processo. Neste projeto a limitação esteve presente na indexação das fases de cálcio-ferritos, visto que as informações presentes na literatura diferiam das presentes nas amostras. Tendo em posse as informações precisas das fases presentes nos sínteres, a técnica EBSD seria capaz de caracterizar precisamente este tipo de material.

**Palavras-chave:** Sinter HPS. Fases. Caracterização microestrutural. EDS. EBSD.

## LISTA DE FIGURAS

Quadro 3.1: Etapas resumidas do processo de sinterização. ....	9
Figura 3.2: Comparação entre o processo de sinterização convencional (A) e o HPS (B). 11	
Figura 3.3: Relação entre a microestrutura do sinter heterogêneo de minério de ferro e suas propriedades físicas e metalúrgicas. ....	13
Figura 5.1: Microestrutura de uma amostra de sinter HPS produto. Imagem de BSE. ....	23
Figura 5.2: Mapa de raios X da amostra de sinter HPS produto. O esquema de cores é definido de acordo com a legenda para cada elemento químico encontrado na amostra, sobrepondo as mesmas, gerado por EDS. ....	24
Figura 5.3: Mapas de raios X para os elementos (a) Fe, (b) O, (c) Ca, (d) Si, (e) Mn e (f) Al, gerados por EDS. ....	25
Figura 5.4: Mapa de banda de contraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sinter produto HPS. ....	26
Figura 5.5: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sinter produto HPS. ...	27
Figura 5.6: Mapa de banda de contraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sinter piloto HPS com 60 kg/ton de CaO. ....	27
Figura 5.7: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sinter piloto HPS com 60 kg/ton de CaO. ....	28
Figura 5.8: Mapa de banda de contraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sinter piloto HPS com 76 kg/ton de CaO. ....	28
Figura 5.9: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sinter piloto HPS com 76 kg/ton de CaO. ....	29

## **LISTA DE TABELAS**

Tabela 4.1: Fases adicionadas no sistema EBSD para indexação nas amostras de sínter. . 20

## LISTA DE SIGLAS

ASTM – *American Society for Testing and Materials*  
BC – *Band Contrast*  
BS – *Band Slope*  
BSE – Detector de elétrons retroespalhados  
B<sub>2</sub> – Basicidade binária  
CI – *Confidence Index*  
DEMET – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais  
DEGEO – Departamento de Geologia  
EBSD – Difração de elétrons retroespalhados  
EDS – Espectroscopia por dispersão de elétrons  
LTM – Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica  
MAD – *Mean Angular Deviation*  
MEV – Microscópio eletrônico de varredura  
MET – Microscópio eletrônico de transmissão  
MLA – *Mineral Liberation Analyser*  
MO – Microscopia Ótica  
PPC – Perda por calcinação  
RDI – Índice de degradação durante a redução  
REDEMAT – Rede Temática em Engenharia de Materiais  
RI – Índice de redutibilidade  
SFCA – Silicato de cálcio-ferrita  
TIMA – *TESCAN Integrated Mineral Analyser*  
TCC – Trabalho de Conclusão de Curso  
UFOP – Universidade Federal de Ouro Preto  
WDS – Espectroscopia de comprimento de ondas de raios X  
XRD – Difração de raios X

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>6</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS .....</b>	<b>8</b>
2.1	Objetivo Geral .....	8
2.2	Objetivos Específicos .....	8
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>9</b>
3.1	Processo de Sinterização Convencional .....	9
3.2	Processo de Sinterização HPS .....	10
3.2.1	Melhorias atreladas ao processo de sinterização HPS .....	11
3.3	Sínter Heterogêneo .....	12
3.3.1	Aspectos granulométricos do sínter .....	13
3.3.2	Aspectos químicos do sínter .....	14
3.3.3	Fases constituintes do sínter .....	14
3.4	Técnicas de Caracterização Microestrutural de Sínter Produto .....	15
3.4.1	Difração de elétrons retroespalhados (EBSD).....	16
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>19</b>
4.1	Revisão Bibliográfica .....	19
4.2	Análises Químicas e Microestruturais .....	19
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>21</b>
5.1	Sínter HPS Produto.....	22
5.2	Sínter HPS Piloto.....	27
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>30</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>31</b>



## 1 INTRODUÇÃO

O ferro é o quarto elemento mais abundante de toda a crosta terrestre, estando associado sempre à minerais, sendo os principais a hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (CARVALHO *et al.*, 2014). A exploração de minério de ferro tem como principal destino o setor siderúrgico, este, sendo dominado pela China, como o maior produtor de aço do planeta, tendo produzido em 2021 cerca de 1951mt de aço, de acordo com a *World Steel Association*.

No estado de Minas Gerais está localizado o Quadrilátero Ferrífero, importante região de reservas de minério de ferro. Os principais minérios de ferro encontrados nesta área são minérios de ferro itabiríticos, heterogêneos que, são compostos por óxidos e hidróxidos de ferro, e os hematíticos, homogêneos e de altos teores de óxidos de ferro (ROSIÈRE, 1983 apud PADULA, 2009).

É sabido que a relação entre o minério hematítico (rico) e minério itabirítico (pobre) está se reduzindo, devido, sobretudo, a um aumento na quantidade de minério itabirítico extraído. Algo esperado nas jazidas, devido à exaustão das reservas de minérios hematíticos no Quadrilátero Ferrífero. Esta relação hematita/itabirito, torna de suma importância para as indústrias de beneficiamento mineral o investimento nos aspectos que norteiam a concentração do minério de ferro, para posteriormente os finos do minério, serem aglomerados para uso em processos siderúrgicos (PADULA, 2009; SALES, 2012). Nos processos de aglomeração de minério de ferro, os finos utilizados são *sínter feed* (granulometria de 0,149mm a 6,35mm), e o *pellet feed* (0,037mm a 0,149mm) (VALE S.A., 2012).

Além do empobrecimento dos corpos de minério de ferro disponíveis para exploração, um outro fator que influencia nos processos de aglomeração envolvendo este minério é a tendência na diminuição da granulometria dos finos, e por isto, tecnologias foram desenvolvidas para contornar estes obstáculos. Um exemplo é o processo de sinterização HPS (*Hybrid Pelletized Sinter*), tecnologia desenvolvida no Japão, e implementada na usina de Fukuyama da NKK Co, no fim da década de 1980, que consiste, de forma geral, na união de técnicas utilizadas nos processos de sinterização e de pelotização, cujo um dos principais benefícios é a possibilidade da utilização de superfinos de minério de ferro que não podem ser utilizados no processo de sinterização convencional, aumentando a tolerância granulométrica do processo. No Brasil, esta

tecnologia é utilizada em duas empresas: Gerdau em Ouro Branco e ArcelorMittal em João Monlevade (PIMENTA, LUIZ e SANTOS, 2019; VIANA *et al.*, 2006).

Para controle seja do processo de sinterização convencional ou do processo HPS, é importante avaliar uma série de parâmetros do sinter fabricado, sendo eles as propriedades químicas, físicas, metalúrgicas e microestruturais e a análise granulométrica. Estes parâmetros, por sua vez, são influenciados por variáveis dadas pelas frações de  $\text{FeO}_{\text{total}}$ , óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), fósforo (P), manganês (Mn), óxido de potássio ( $\text{K}_2\text{O}$ ), óxido de sódio ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), a perda por calcinação (PPC) do minério de ferro utilizado, resistência mecânica e redutibilidade, sendo objetivado finos de minério com alto teor de ferro e baixo teor de ganga e de impurezas (VIEIRA *et al.*, 2003; PADULA, 2009).

Para compreender melhor o efeito de cada uma destas variáveis nos parâmetros de qualidade do sinter, principalmente sob um aspecto estrutural, análises via técnicas de caracterização química e microestruturais são fundamentais. Diante disto, e tendo em consideração a importância do minério de ferro na atual conjuntura econômica mundial e na necessidade de contornar as situações adversas encontradas nos processos de aglomeração dos finos do minério, este projeto tem por finalidade realizar a caracterização dos sínteres produzidos pelo processo de sinterização HPS por meio da técnica EBSD em conjunto com a técnica EDS.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Este projeto tem como objetivo geral caracterizar química e microestruturalmente três sínteres produzidos pelo processo de sinterização HPS, utilizando técnica de EBSD.

### **2.2 Objetivos Específicos**

Os objetivos específicos deste projeto são:

- i. Elaborar uma revisão bibliográfica a respeito dos processos de sinterização convencional e HPS, e das fases microconstituintes dos sínteres;
- ii. Caracterizar, a partir da cristalografia, as fases constituintes do sínter utilizando a técnica de EBSD;
- iii. Discutir os resultados obtidos no processo de determinação de fases na técnica, considerando as especificidades do sínter.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica deste projeto tem como foco conceituar o processo de sinterização convencional, apresentando as etapas do processo. Ao abordar o processo convencional, realizar um estudo comparativo entre este processo e o processo de sinterização HPS. Por fim, evidenciar as técnicas de caracterização microestrutural, com foco na técnica EBSD.

#### 3.1 Processo de Sinterização Convencional

O processo de sinterização, como pode ser visto no Quadro 3.1 resumidamente, é classificado como um processo de aglomeração de finos de minério de ferro (*sinter feed*), de granulometria determinada entre 0,149mm e 6,3mm, fundentes (calcário, dolomita e “serpetinito”), combustível (coque ou carvão vegetal), sínter de retorno e aditivos, no qual através de uma fusão parcial à 1300°C aproximadamente, se obtém o sínter, com propriedades físicas, químicas e metalúrgicas ideais para ser adicionado no alto-forno (VALE S.A., 2012; PIMENTA, LUIZ e SANTOS, 2019).

MISTURA CRUA	AGLOMERAÇÃO A FRIO	SINTERIZAÇÃO	SÍNTER
<b>Oxidos de ferro</b> Hematita (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) Magnetita (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) Hidróxido de ferro (FeO. nH <sub>2</sub> O) + ganga (CaO, SiO <sub>2</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , MgO, P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , K <sub>2</sub> O) <b>Combustíveis</b> Carbono+ganga <b>Fundentes</b> Calcário, dolomito <b>Aditivos</b> Serpentinito, manganês	<b>Quase-partícula</b> (aglomerado da mistura crua + água + cal)	Queima do combustível, fusão dos componentes e oxidação	<b>Óxidos de ferro</b> Hematita (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) Magnetita (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) <b>Óxidos combinados</b> Ferritas e silicatos de ferro <b>Ganga silicatada</b> Silicato de cálcio

Quadro 3.1: Etapas resumidas do processo de sinterização (JANUZZI, 2008).

Os finos de minério de ferro e fundentes compõem a mistura a sinterizar, a qual primeiramente é misturada em um tambor, em uma etapa conhecida como

microaglomeração, para ser encaminhada para as etapas a seco (misturamento) e via úmido (aglomeração a frio), sendo o produto destas, uma pseudopartícula, o micro aglomerado (PADULA, 2009; VIEIRA *et al.*, 2003).

Este micro aglomerado é adicionado à máquina de sinterizar, na qual primeiramente abaixo do forno de ignição ocorre a queima de combustível da superfície do leito dos micros aglomerados, em paralelo, o sistema de exaustão da máquina succiona o ar, este realizando a queima de todo o combustível disponível no leito da mistura, tendo a combustão progredindo da região superficial até o fundo do leito, gerando gases que realizam a vaporização da água, a decomposição térmica dos carbonatos e dos hidróxidos, promovendo a fusão parcial da mistura, tendo como produto o *sínter* (PADULA, 2009).

Discorrendo sobre os *inputs* do processo de sinterização, os fundentes têm as funções de adequação da qualidade química e facilitar a aglomeração a frio. Os aditivos possuem como papel a agregação de compostos químicos ao *sínter* que contribuem para o desempenho no alto-forno. O combustível utilizado deve possuir importantes propriedades para contribuir para que não ocorra a segregação da mistura durante o carregamento na máquina de sinterizar, sendo elas poder calorífico elevado, boa reatividade e distribuição granulométrica adequada (JANUZZI, 2008).

### **3.2 Processo de Sinterização HPS**

O processo de sinterização HPS tem como base fundamental, a formação de uma quase-partícula subdividida em três camadas, sendo a mais interna composta por um minério mais grosso, posteriormente o material mais fino e fluxantes e a camada mais externa formada pelo combustível (JANUZZI, 2008).

A técnica utilizada para o desenvolvimento do processo HPS é categorizada como híbrida, visto que utiliza os processos convencionais de sinterização e pelotização em conjunto, com o intuito de dispor de uma maior faixa de granulometria de minério, redução do custo da quase-partícula de modo que diminui o consumo de insumos durante o processo e aumenta a quantidade de superfinos de minério de ferro de baixo custo. A etapa de pelotização inserida no processo, corresponde à utilização de discos pelotizadores para pelotizar as matérias primas e posteriormente, o recobrimento das pelotas cruas por finos de carvão. O acréscimo deste estágio, a utilização do *pellet feed* como fonte de minério de ferro além do *sínter feed* são diferenças notáveis entre o processo convencional e este, como pode ser visto na Figura 3.2 (PIMENTA, LUIZ e SANTOS, 2019).

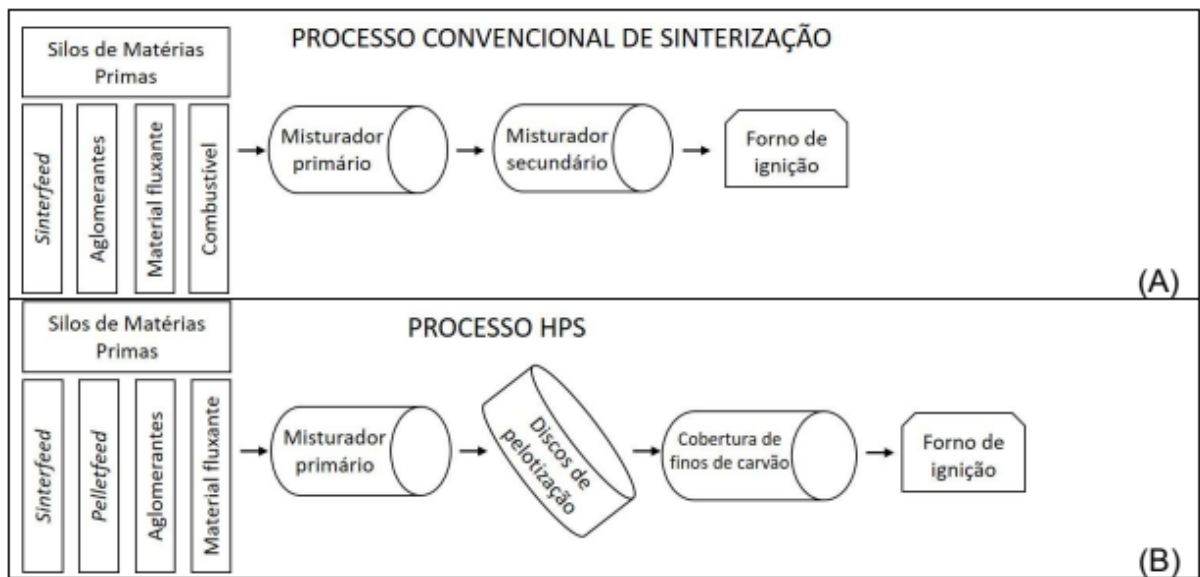


Figura 3.2: Comparação entre o processo de sinterização convencional (A) e o HPS (B) (PIMENTA, LUIZ e SANTOS, 2019).

As principais características do processo HPS descritas por Januzzi (2008) são:

- i. Utilização de matérias-primas com uma faixa granulométrica ampla, com predominância de fração fina (<0,125mm representando 50%), culminando em efeitos positivos no sinter;
- ii. Melhoria no índice de redutibilidade (RI), sendo acima de 80% e no RDI sendo menor do que 30%, por conta da microestrutura do sinter HPS, sendo basicamente calcioferrita e hematita, com baixos níveis de sílica.
- iii. Os discos de pelotização recebem uma carga de granulometria maior do que a usual, pode notar uma melhora na permeabilidade da camada de mistura, correspondendo a uma diminuição da pressão de sucção da máquina de sinterizar. Esta capacidade de sucção corresponde ao fluxo de ar que irá passar pela esteira da máquina de sinterizar;
- iv. Aumento no rendimento da sinterização, vinculado à melhora na etapa de segregação;
- v. O produto final deste processo apresenta qualidade melhor do que o produto do processo convencional.

### 3.2.1 Melhorias atreladas ao processo de sinterização HPS

De acordo com Niwa *et al.* (1990, apud PEREIRA, 2004), comparando o processo convencional e o HPS na NKK, pioneira no desenvolvimento da tecnologia híbrida, houve um aumento da produtividade em 0,05t/m<sup>2</sup>.h e aumento da fração fina de minério em 40%.

Por conta da etapa de recobrimento das pelotas com combustível, houve uma redução de coque em 5kg/t devido a melhoria da combustão, comprovada pela redução de consumo de monóxido de carbono no gás de exaustão. A sílica reduziu de 5,15% para 4,61%, o índice de tamboramento teve uma melhora relativa de 67,4% para 68%, o RI partiu de 65,2% para 71,6% e o RDI reduziu em 1%. Além disto, os altos-fornos N°4 e N°5 da empresa foram carregados com 70% de sínter HPS e 30% de sínter do processo convencional, obtiveram melhorias relacionadas à produção diária de 9700t para 10300t tendo um acréscimo em sua produtividade, de 2,08t/m<sup>3</sup> diária para 2,21 t/m<sup>3</sup> diária.

De acordo com Pimenta, Luiz e Santos (2019) e Viana *et al* (2006) em um cenário brasileiro, na Belgo Mineira, atual ArcelorMittal unidade João Monlevade, as melhorias advindas da implantação do processo HPS foram:

- i. Redução de custos referente a compra de minério externo, visto que 100% do minério utilizado era proveniente da Mina do Andrade, a qual é composta por um misto de *sínter feed* e *pellet feed*, por características geológicas;
- ii. Redução do consumo de combustível e aumento na produtividade, assim como na NKK Co;
- iii. Adequação na curva granulométrica;
- iv. Melhoria na qualidade do sínter;
- v. Toda a demanda do alto-forno começou a ser atendida.

Sendo assim, tendo em vista a implantação do processo HPS em ambas empresas, pode-se notar pontos convergentes como um aumento na produtividade das usinas siderúrgicas, seguida de uma diminuição no consumo de combustível, uma maior faixa granulométrica empregada e um sínter de qualidade superior.

### **3.3 Sínter Heterogêneo**

Um importante parâmetro no processo de sinterização é a temperatura. A variação deste parâmetro ocasiona na formação de dois tipos de sínter: em temperaturas acima de 1300°C forma-se o sínter homogêneo, no qual todo o material que compõe a estrutura do sínter foi fundido, e em temperaturas abaixo de 1300°C se desenvolve o sínter heterogêneo, no qual as partículas primárias não participam da reação (TAKEHARA, 2004).

Os processos de sinterização objetivam a produção de um sínter heterogêneo, com o intuito de otimizar o processo ao mesmo tempo em que há um baixo consumo energético, formando um produto constituído por uma parte fundida e uma parte não fundida. Para a

formação deste tipo de sinter deve-se objetivar durante a sinterização a preservação dos núcleos dos micro aglomerados na etapa de processamento térmico e a fusão das partículas aderentes (VIEIRA *et al.*, 2003).

A microestrutura do sinter possui uma forte relação com as propriedades físicas, resistência ao tamboramento e a queda, e metalúrgicas, índice de degradação durante a redução (RDI) e redutibilidade, como pode ser visto e explicitado na Figura 3.3. Estas propriedades citadas podem ser avaliadas através de ensaios normalizados pela ISO (VIEIRA *et al.*, 2003; PADULA, 2009). Apresentando temperaturas inferiores a 1300°C, a formação da magnetita é reduzida (menos FeO) e a redutibilidade e RDI (menos intensamente) do sinter são melhorados (LIMA, 2019).

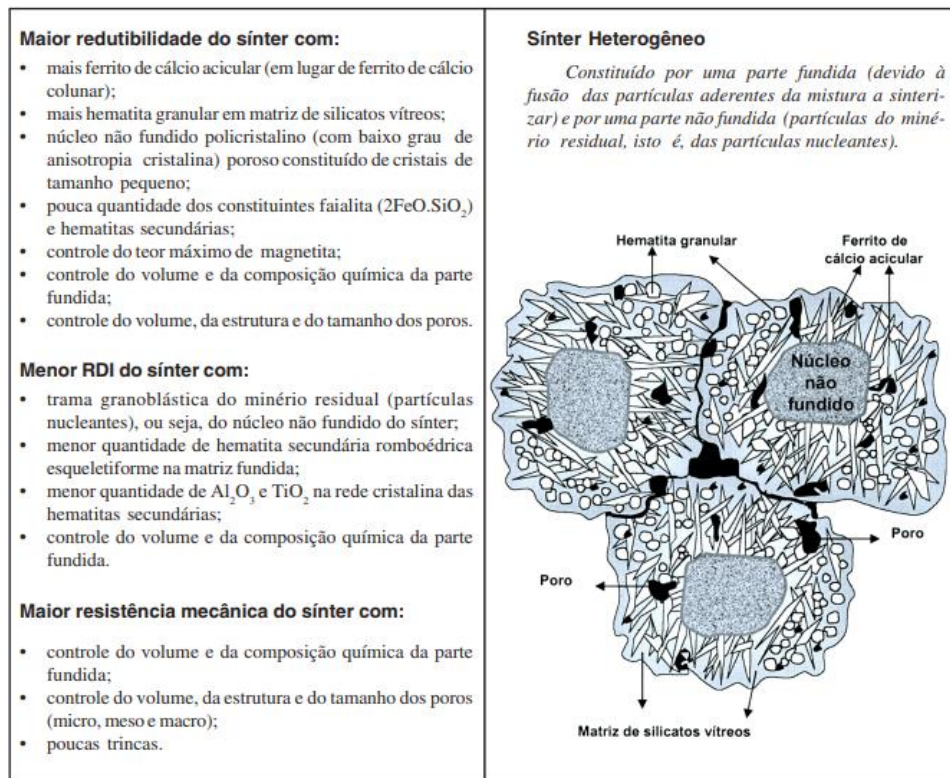


Figura 3.3: Relação entre a microestrutura do sinter heterogêneo de minério de ferro e suas propriedades físicas e metalúrgicas (VIEIRA *et al.*, 2003).

### 3.3.1 Aspectos granulométricos do sinter

De acordo com Honorato (2005), após o processamento, o sinter passa por uma etapa de adequação granulométrica, sendo constituída por britagem e peneiramento, ajustando-o para o processo de redução nos altos-fornos. A faixa de distribuição da granulometria do sinter corresponde a valores entre 5,0mm e 40,0mm de diâmetro, tendo



como valor médio 20mm. Esta etapa de adequação da granulometria depende do fluxo operacional e equipamentos das respectivas empresas e suas necessidades.

Segundo Takehara (2004) a granulometria ótima para utilização em altos-fornos é da faixa de 5,0mm a 50,0mm, obtida via peneiramento em série. As frações de sínter que atingem granulometria abaixo de 5,0mm são consideradas finos de retorno e retornam para o processo de sinterização. Frações acima de 50,0mm são britadas para atingir granulometria de 19mm a 20mm para ser utilizado em altos-fornos.

### **3.3.2 Aspectos químicos do sínter**

A qualidade química do sínter é baseada nos teores de ferro total (FeT), óxido de cálcio (CaO), SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, manganês total (MnT), P, S, óxido de titânio (TiO<sub>2</sub>) e óxido de ferro (FeO). Através dos valores obtidos destes compostos, é possível conhecer o produto e realizar ajustes para melhoria de qualidade (D'ÁVILA, 2015).

Um importante parâmetro químico dos sínteres obtidos nas análises é a basicidade binária (B<sub>2</sub>). A basicidade binária é a relação entre os teores de CaO e SiO<sub>2</sub>, sendo geralmente B<sub>2</sub>>1, representando um produto básico ou hiperbásico. Os resultados obtidos para B<sub>2</sub> são de grande interesse para a utilização do sínter no alto-forno (D'ÁVILA, 2015). A basicidade do sínter se relaciona diretamente com a distribuição de fases na estrutura do sínter, assim como os teores de FeO e SiO<sub>2</sub>, que são determinantes para a temperatura de fusão do sínter (STARLING, 2012).

Atualmente para a produção de sínter, os compostos MgO, CaO e SiO<sub>2</sub>, que nos processos antigamente eram adicionados no alto-forno, são adicionados já no processo de sinterização. A partir da adição destes constituintes, há uma diminuição no teor de ferro do sínter, porém há um ganho em relação à resistência do sínter por conta da força de coesão do sínter, que é consequência das ligações de escória, produzida pela adição, com os óxidos de ferro. Outro ponto importante para esta adição ser realizada durante a sinterização é de que geram a diminuição da adição de fundentes e combustíveis no alto-forno (TAKEHARA, 2004).

### **3.3.3 Fases constituintes do sínter**

As principais fases constituintes de sínter descritas na literatura são: os óxidos de ferro, sendo hematita em sua maioria, classificadas em hematita primária resultante do minério de ferro, e a hematita secundária, proveniente do processo de fusão, que ocorre na sinterização, as fases determinadas como complexas de ferrito de cálcio (silicatos de

cálcio-ferrita, ou SFCAs) que nunca estão puras dentro do sinter, sendo alguns exemplos, o monocálcio ferrito, dicálcio ferrito e a brownmillerita, escória residual solidificada que está no estado amorfo, que não reagem durante a sinterização e os silicatos, que são formados durante o processo de sinterização e são ricos em cálcio. Dentre todas as fases, as que estão em maior quantidade nos sínteres são os óxidos de ferro e os SFCAs (HEIKKINEN, ILJANA e FABRITIUS, 2020).

As proporções destas fases nos sínteres contribuem diretamente com as propriedades que determinam a qualidade do sinter, como a resistência mecânica, o índice de redutibilidade, sendo também indicadores para temperaturas e condições de redução do processo de sinterização. Como por exemplo, SFCA é uma fase que confere maior resistência mecânica e ductibilidade ao sínteres produtos (LILES, VILLIERS e KAHLENBERG, 2015).

### **3.4 Técnicas de Caracterização Microestrutural de Sinter Produto**

O objetivo da caracterização mineralógica de sinter é descrever as diferentes fases minerais presentes, assim como a distribuição destas no agregado. As fases minerais encontradas são hematita, magnetita, ferritos de cálcio, silicatos de cálcio e a porosidade total do sinter. Através da estrutura do sinter é possível compreender a natureza e intensidade de variações do mesmo, já que estão associadas ao tipo e quantidade de fases minerais presentes (TAKEHARA, 2004).

Um dos maiores desafios encontrados para a quantificação mineralógica de sinter está na definição das fases e microestruturas encontradas na partícula. Existem diversas técnicas que podem ser aplicadas para realizar esta caracterização, porém, o maior desafio está na conciliação dos resultados obtidos por estas técnicas (HONEYANDS *et al.*, 2017). As técnicas utilizadas para este tipo de material a ser caracterizado apresentam vantagens e desvantagens, sendo muitas vezes complementares. Sendo assim, para obter uma caracterização precisa, é necessário um conjunto comum de definições entre os métodos (HONEYANDS *et al.*, 2019).

### 3.4.1 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A técnica de caracterização de microestruturas e texturas através da difração de elétrons retroespalhados em conjunto com o microscópio eletrônico de varredura vem sendo utilizada em larga escala a nível industrial por conta da sua agilidade e praticidade em apresentar os dados. As principais informações que podem ser obtidas a partir da utilização desta técnica são visuais e analíticas em relação ao tamanho e orientação de grãos, energia dos contornos, texturas e a identificação de fases (ÁLVARES, 2011).

Para que a identificação de fase seja completa, tanto a estrutura quanto a química das fases presentes devem ser analisadas. Sendo assim, para o sucesso da caracterização cristaloquímica, deve ser determinado de forma exata o arranjo atômico da fase ainda desconhecida. As informações para se obter esta forma exata do arranjo atômico estão presentes no grupo espacial, nos parâmetros de rede e nas ocupações dos átomos do grupo espacial. Sendo assim, a técnica de EBSD satisfaz as necessidades para se obter as informações necessárias para realizar a caracterização, já que auxilia na determinação estrutural da identificação de fases (EL-DASHER e DEAL, 2009).

No procedimento de indexação de fases por análises de EBSD, o sistema requer que o usuário informe quais fases ele deve procurar. Uma vez montado o banco de dados para a análise, o sistema efetua a difração de elétrons, coletando um padrão de difração (também conhecido como padrão de Kikuchi ou bandas de Kikuchi). Esse padrão coletado, que reflete exatamente o que se tem na amostra, é comparado com um padrão de difração simulado a partir daquelas fases que foram informadas para o sistema. Assim, havendo um ajuste fino entre o padrão coletado e um padrão simulado, o sistema indexa a posição da amostra como sendo correspondente àquela fase de melhor ajuste dentre todas do banco de dados da análise. Cada posição da amostra em que se coleta um padrão de difração corresponde a um pixel no mapa de banda de contraste. Além de indexar a fase correspondente a cada posição da amostra, os dados contidos no padrão de difração podem ser processados para apresentar informações acerca da orientação cristalográfica, do tamanho e da forma dos grãos do material, por exemplo (ÁLVARES, 2011).

Segundo Álvares (2011) no sistema EBSD existem parâmetros e ferramentas de extrema importância para a aquisição de dados das amostras. As ferramentas permitem uma fixação e padronização dos dados, já os parâmetros a serem analisados fazem parte da necessidade do operador, sendo assim, de suma importância um trabalho em conjunto da

utilização das ferramentas com o manuseio correto dos parâmetros. Estas ferramentas e parâmetros de forma resumida são:

- i. Fases: compreendidas como o constituinte que tem desejo de indexar. Pontos importantes sobre este parâmetro são que as fases devem ser previamente conhecidas pelo operador e devem estar presentes na amostra. As informações contidas nas fases são parâmetro de rede, posições atômicas e espaçamento interplanar, essenciais para o conhecimento do padrão de difração do retículo cristalino da amostra;
- ii. Orientação: esta é uma ferramenta padrão do sistema. A partir desta, é possível descrever a orientação preferencial do retículo. Os ângulos de Euler são os mais utilizados para isto, já que descrevem as rotações mínimas para se coincidirem duas orientações;
- iii. *Mean Angular Deviation* (MAD) e *Confidence Index* (CI): são valores numéricos que demonstram o quanto os padrões simulados se ajustam ou então se sobrepõem ao padrão real produzido no retículo cristalino da amostra. MAD é medido em graus, já CI é avaliado em porcentagem;
- iv. Band Contrast (BC): este parâmetro é uma medida da qualidade do padrão de difração, dependendo, portanto, da superfície da amostra. Os mapas gerados pela BC mostram uma visão microestrutural de forma semelhante à obtida por microscopia óptica e eletrônica, porém, com a vantagem de realizar uma análise da qualidade da superfície da amostra;
- v. *Band Slope* (BS): este parâmetro é um fator de qualidade da imagem, com o principal ponto sendo a capacidade de inferir sobre a quantidade de deformação existente no retículo cristalino. Quanto maior o valor de BS, menos deformado está o material;
- vi. Transformada de *Hough*: por conta da praticidade e rapidez na localização e análise de padrões de difração, esta é a ferramenta que obteve os melhores resultados em sistemas automatizados. No sistema MEV-EBSD existem parâmetros que afetam os valores qualitativos superficiais da amostra, por conta disso, a transformada de *Hough* e o parâmetro BC são os mais utilizados na qualificação de superfícies polidas.

Aliada ao EBSD, para que a caracterização de uma fase seja feita de forma mais abrangente, utiliza-se técnicas para caracterização química semi-quantitativa, como por exemplo a espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS), permitindo a realização da

difração simultânea à coleta de dados de composição. As informações obtidas através do EDS são importantes, visto que compreender a química da fase de interesse é muito importante e através do EDS, uma primeira abordagem ou conhecimento com os elementos presentes em uma fase pode ser gerada com certa facilidade (EL-DASHER e DEAL, 2009).

## **4 MATERIAIS E MÉTODOS**

A metodologia deste projeto está dividida em duas principais atividades que contemplam o desenvolvimento para alcançar os objetivos propostos.

### **4.1 Revisão Bibliográfica**

Os diversos processos desenvolvidos para a elaboração de carga metálica para a produção de ferro e aço, sobretudo em função da variação da qualidade dos minérios de ferro disponíveis em grande escala, entregam produtos com características variadas, as quais não são por sua totalidade avaliadas, impactando a atividade final. Neste sentido, para basear as caracterizações objeto deste projeto foi realizado um amplo levantamento bibliográfico sobre os processos de sinterização convencional e HPS apresentado no capítulo 3. Além da abordagem no processo, foi realizado também uma sólida revisão acerca das fases constituintes dos sínteres.

As especificidades dos sínteres produzidos em cada processo serão importantes na interpretação dos resultados e no que tange as fases constituintes do sínter, foram levantadas informações como as composições químicas e suas variações, o estado amorfo ou cristalino e, neste último caso, para cada fase, sua estrutura cristalina, com as respectivas posições atômicas. Tais informações serão importantes no desenvolvimento de procedimentos de caracterização química e microestrutural via difração de elétrons retroespalhados (EBSD); técnica não usual na caracterização de sínteres.

### **4.2 Análises Químicas e Microestruturais**

As análises químicas e microestruturais foram realizadas em amostras cedidas à UFOP pela ArcelorMittal Monlevade que podem ser classificadas como:

- i. Sínter HPS produto;
- ii. Sínter produzido em escala piloto com 60kg CaO/tonelada;
- iii. Sínter produzido em escala piloto com 76kg CaO/tonelada.

Para todas as análises, as amostras selecionadas foram embutidas e preparadas metalograficamente visando a obtenção de uma superfície plana, regular e com menor número de defeitos, que permita sua análise por microscopia óptica e eletrônica, por meio de lixamento e polimento de acordo com a norma ASTM E3. Tendo em vista que para o sucesso da análise de EBSD as amostras tiveram seu polimento finalizado com uma solução de sílica coloidal, com o objetivo de realizar um polimento ainda mais refinado, já que utilizando a sílica coloidal, esta etapa é realizada quimicamente.

As análises de EBSD têm por finalidade a indexação das fases constituintes do sínter HPS, baseando na cristalografia de cada uma. Esta técnica apresenta grande potencialidade para separação de fases, dada a diferente natureza cristalográfica de cada uma, logo será possível, por exemplo, indexar com precisão os óxidos de ferro. Por outro lado, fases amorfas não podem ser indexadas, embora suas frações na microestrutura do sínter HPS ainda seja determinada.

Para este trabalho foi utilizada a infraestrutura dos Laboratórios do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET) e do Departamento de Geologia (DEGEO). A preparação metalográfica das amostras de sínter foi realizada no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM). A etapa de polimento utilizando sílica coloidal foi realizada com o auxílio do Laboratório de Gemologia do DEGEO. As análises de EBSD e de EDS foram realizadas no NanoLab (DEMET/REDEMAT/UFOP).

Para as análises microscópicas foram utilizados o microscópio eletrônico de varredura modelo VEGA3 TESCAN, o detector de EDS *x-act* 10mm<sup>2</sup> Oxford *Instruments* e o detector de EBSD Nordlys Xmax<sup>2</sup>. Para as análises por EBSD as fases carregadas no sistema foram as descritas na Tabela 4.1.

Fases		
adicionadas	Compostos de interesse	Fórmula Molecular
Óxidos de ferro	Hematita	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	Magnetita	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>
SFCA's	Silicato de cálcio hidratado	Ca <sub>3</sub> H <sub>2</sub> O <sub>7.5</sub> Si <sub>1.5</sub>
	Silicato dicálcio	Ca <sub>2</sub> O <sub>4</sub> Si
	Ferrito dicálcio	Ca <sub>2</sub> Fe <sub>1.66</sub> O <sub>5</sub> V <sub>0.34</sub>
	Silicato de magnésio	Mg <sub>1.11</sub> Si <sub>1.89</sub> H <sub>2.22</sub> O <sub>6</sub>
	Silicato de cálcio magnésio	Ca <sub>2</sub> Mn <sub>7</sub> Si <sub>10</sub> O <sub>34.956</sub> H <sub>11.912</sub>

Tábel 4.1: Fases adicionadas no sistema EBSD para indexação nas amostras de sínter.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A distribuição, a morfologia e também a estabilidade das fases de um material governam todas as propriedades dos materiais tecnologicamente relevantes como produtos de engenharia. A identificação e caracterização dessas fases são, portanto, críticas para o desenvolvimento e uso de materiais. Diante disso, é apresentado neste capítulo a aplicação e os resultados da técnica de EBSD para a identificação das fases componentes em sínteres produzidos pelo processo HPS.

Dadas suas origens baseadas em difração, a técnica EBSD pode satisfazer diretamente o componente de determinação estrutural da identificação de fase, mas não sem limitações. O conjunto de dados completo de informações estruturais contidas em um padrão EBSD é difícil de extrair e indexar, normalmente exigindo configurações e/ou detectores fora do padrão; e a determinação do grupo espacial e dos parâmetros de rede por EBSD para fases quimicamente complexas sofre grande influência da composição química e, por mais que se saiba a composição teórica das fases que se deseja indexar, materiais de engenharia, produzidos em larga escala apresentam variações composicionais, as quais afastam a química real daquela teórica, o que pode, no limite, impedir a identificação precisa das fases.

Apesar de suas limitações, há claras vantagens em usar EBSD para determinação de fase. Isso inclui resolução espacial, requisitos de amostra e a conveniência/disponibilidade de outras técnicas baseadas no MEV para análise de fases, como aquelas para análise química. A resolução espacial lateral do EBSD, entre 0,1–0,01  $\mu\text{m}$  dependendo do MEV, é aproximadamente duas ordens de magnitude melhor do que os métodos convencionais de difração de raios X (XRD) e duas ordens de magnitude pior que os métodos baseados em MET, preenchendo a lacuna entre essas técnicas. Sistemas comerciais recentemente disponíveis, capazes de processar mais de quinhentos padrões por segundo, também permitiram conjuntos de dados EBSD abrangendo dezenas de milímetros, amostrando efetivamente uma quantidade de material tão estatisticamente relevante quanto a amostrada com XRD. Além disso, o EBSD é uma técnica que analisa amostras volumosas (*bulk*), e a preparação meticulosa, como a necessária para espécimes finos transparentes para elétrons para MET, é desnecessária.

Para a identificação de fases mais precisa, o EBSD pode ser complementado com técnicas de caracterização química semi-quantitativa, tais como a energia ou espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) ou espectroscopia de comprimento



de onda de raios X (WDS), complementos perfeitos para EBSD, pois também requerem um MEV, permitindo difração simultânea e coleta de dados composicionais. Quando se conhecem as fases que compõem o material e deseja-se apenas determinar suas distribuições na amostra, o uso dessas técnicas acessórias não é necessário, e a diferenciação e verificação de fase usando EBSD, de modo automatizado, é amplamente utilizado para tal há mais de duas décadas.

A combinação de todos esses recursos de microscopia com a natureza estatística do EBSD também permite o estudo de aspectos anteriormente inacessíveis de materiais multifásicos, como distribuição de fase simultânea, fração de volume e relações de orientação. E é neste sentido que este trabalho explorou as capacidades da técnica de EBSD, visando a indexação de fases componentes de sínteres HPS, empregando-a para separação de fases óxidas de ferro, hematita, magnetita e wustita, uma vez que suas composições químicas não podem ser diferidas por técnicas de espectroscopia (EDS, MLA, TIMA, etc.), além de consistir em um primeiro trabalho para a indexação de fases como os cálcio-ferritos; fases complexas, provenientes do processo de fabricação e da mistura que forma o material sinterizado. Tal processo de indexação de fases em um material processado, que é matéria-prima para a indústria siderúrgica, tem grande importância na prática industrial haja vista as dificuldades de determinação dessas fases por técnicas convencionais.

## **5.1 Sínter HPS Produto**

Amostras de sínter HPS produto, como aquelas utilizadas no processo siderúrgico da ArcelorMittal Monlevade, tiveram suas microestruturas analisadas química e cristalograficamente pelas técnicas de EDS e EBSD. A Figura 5.1 apresenta a microestrutura da amostra de sínter produto, em imagem gerada por microscopia eletrônica de varredura, no modo elétrons retroespalhados (BSE). Neste modo, a determinação dos tons de cinza de cada pixel da imagem depende do número atômico médio daquele local na amostra. Logo, em linhas gerais, diz-se que regiões com elementos químicos de maior número atômico apresentam tons mais claros, enquanto aquelas regiões com elementos com número atômico menor apresentam tons de cinza mais escuros. Assim, na Figura 5.1 podem ser vistas grandes partículas de óxido de ferro na parte superior e inferior direito. Ao centro, menores partículas de óxido de ferro estão envolvidas por uma fase, de coloração mais escura, os cálcio-ferritos do sínter, haja vista suas composições químicas

com menor teor de Fe do que os óxidos. Compõem ainda a microestrutura do Sínter HPS produto poros de diferentes tamanhos, que podem ser vistos com formato levemente arredondado, em cor preta.

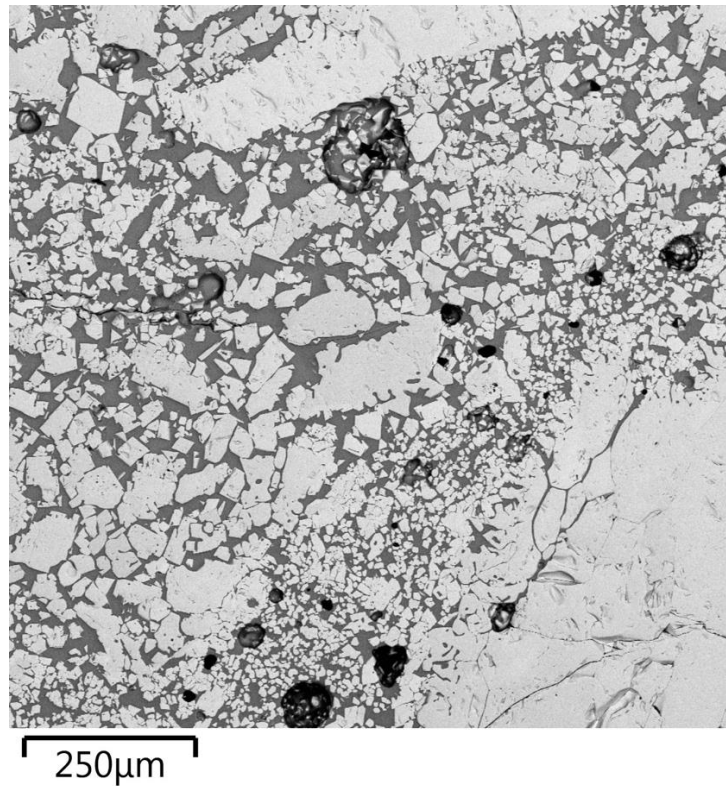


Figura 5.1: Microestrutura de uma amostra de sínter HPS produto. Imagem de BSE.

A mesma região amostrada na Figura 5.1 foi analisada quimicamente pela técnica de EDS, figura 5.2. Nesta análise, determinam-se a distribuição de elementos químicos ao longo de toda área e atribui-se uma legenda de cores para cada elemento, resultando no esquema de cores visto. Os dados desta análise corroboram a descrição da microestrutura feita anteriormente, na qual se determinou as partículas de óxido de ferro, a região central composta por fases de cálcio-ferrito e a presença de poros.

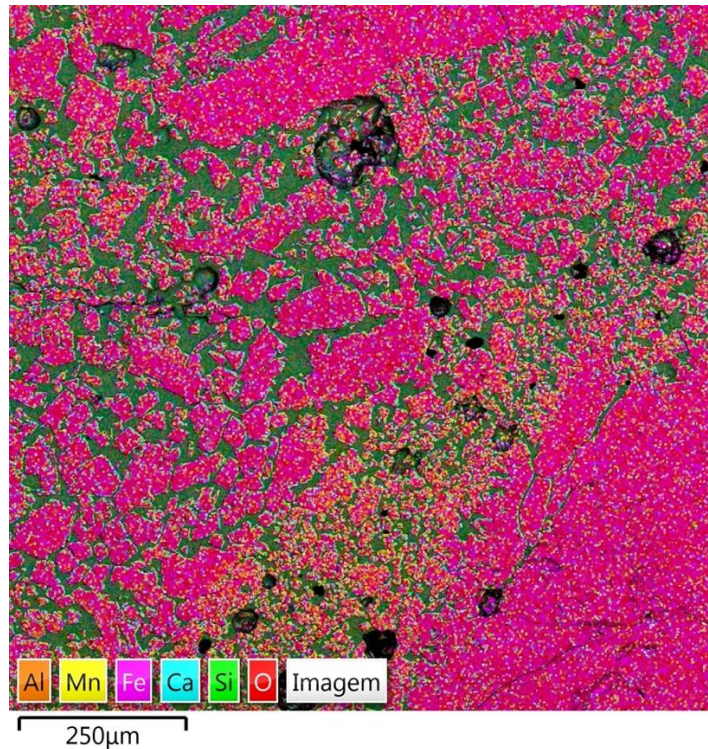


Figura 5.2: Mapa de raios X da amostra de sínter HPS produzido. O esquema de cores é definido de acordo com a legenda para cada elemento químico encontrado na amostra, sobrepondo as mesmas, gerado por EDS.

Embora tenha-se uma análise química da região amostrada, não se atribui com precisão valores para o teor de cada elemento químico, o que não permite determinar com precisão cada fase constituinte do material. Isto porque análises químicas baseadas em EDS em microscopia eletrônica de varredura são análises apenas semi-quantitativas, não sendo indicadas para determinar o teor de elementos químicos. Por outro lado, tais análises são importantes pois apresentam uma distribuição de fases compreensível, a partir de dados coletados de forma simples e rápida.

De forma mais compreensível, a partir da análise química anterior, pode-se verificar a distribuição de cada elemento químico ao longo da região amostrada, facilitando a identificação. Em complemento, a Figura 5.3 representa a distribuição de cada um dos elementos químicos presentes na região amostrada.

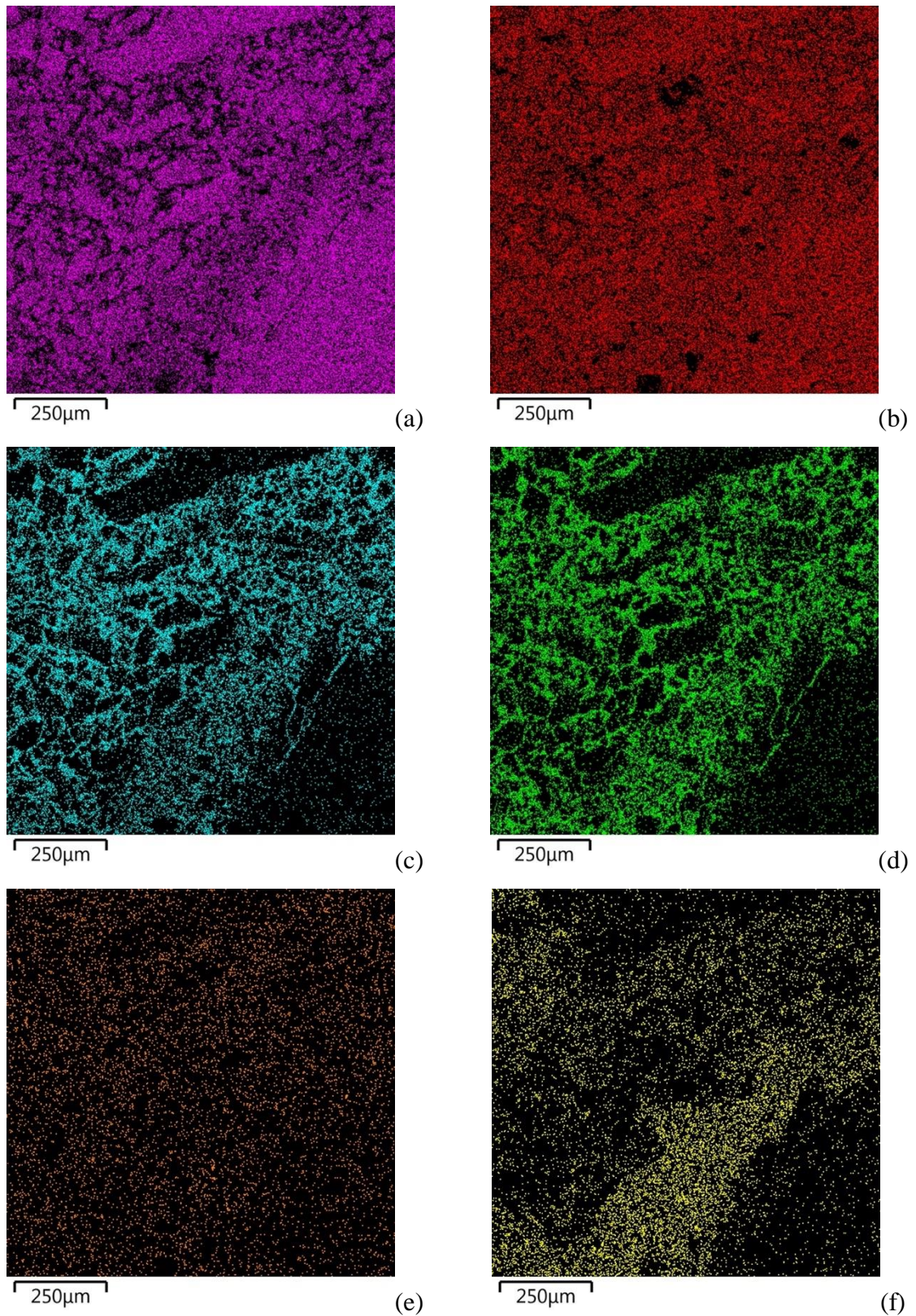


Figura 5.3: Mapas de raios X para os elementos (a) Fe, (b) O, (c) Ca, (d) Si, (e) Mn e (f) A, gerados por EDS.

Após as análises de EDS nas amostras de sínter produto HPS, foram realizadas as análises de EBSD. Para estas, em função das especificidades das mesmas, como a inclinação em  $70^\circ$  da amostra em relação ao feixe de elétrons, as regiões indexadas não

correspondem exatamente àquelas analisadas por EDS anteriormente. O resultado das análises de EBSD é sempre um mapa representativo da microestrutura do material, denominado mapa de banda de contraste. Esse mapa trás características fidedignas das microestruturas uma vez que cada pixel na imagem do mapa se refere à representação da estrutura cristalina da fase indexada. Assim, deformações plásticas, por exemplo, que alteram a organização atômica do material cristalino, é prontamente refletido nos mapas. A Figura 5.4 apresenta o mapa de banda de contraste da amostra de sínter HPS produto.

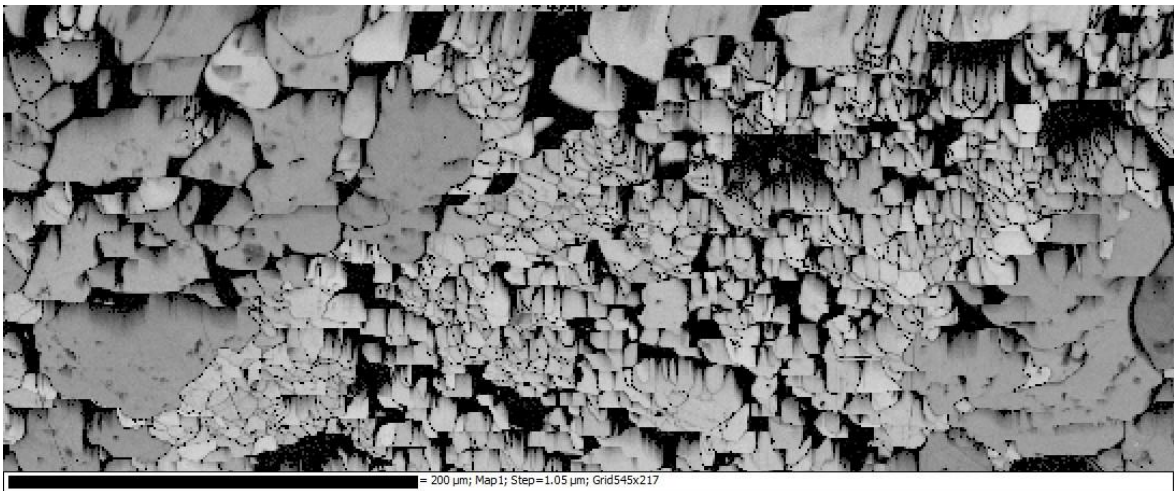


Figura 5.4: Mapa de banda de contraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sínter produto HPS.

A partir deste mapa, que apresenta os dados de difração de uma forma simples, representando apenas a microestrutura da amostra, é possível processar os dados de modo a obter informações acerca das fases que formam o material; lembrando que nesta análise a indexação/identificação de uma fase se dá não apenas pela composição química, mas também pela sua estrutura cristalina. A Figura 5.5 apresenta o mapa de fases da amostra de sínter HPS produto, no qual a cor azul representa a magnetita e a vermelha corresponde à hematita.

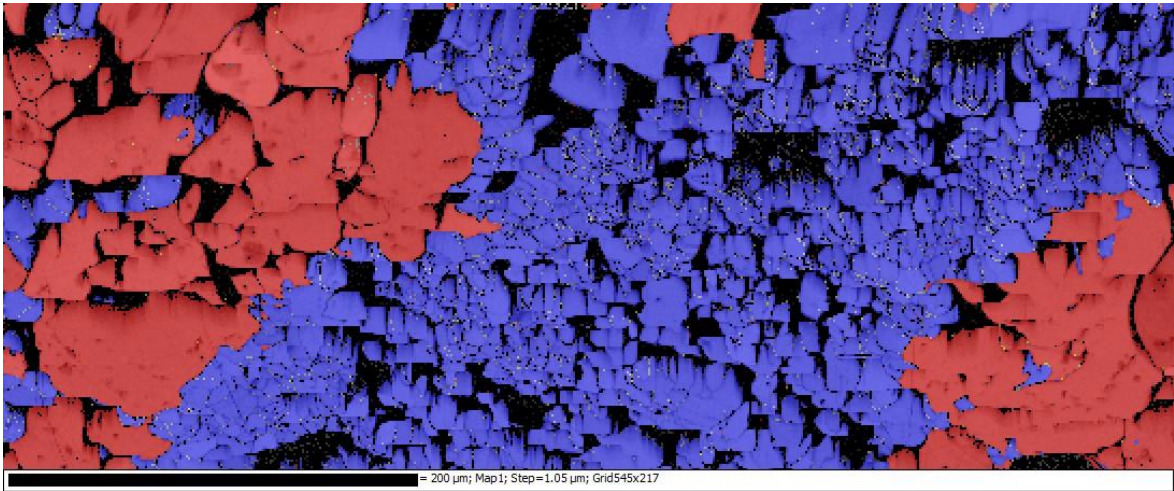


Figura 5.5: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sínter produto HPS.

## 5.2 Sínter HPS Piloto

As figuras 5.6 e 5.8, assim como para as amostras de sínter produto, representam os mapas das bandas de contraste para o sínter piloto HPS 60kg/ton e sínter piloto HPS 76kg/ton respectivamente. Nas figuras 5.7 e 5.9 pode-se observar que as fases hematita e magnetita foram indexadas na amostra de sínter HPS piloto. Da mesma forma, observa-se que as fases correspondentes às fases de cálcio-ferritos não foram indexadas precisamente como os óxidos de ferro. Isso reflete exatamente a limitação do processo de identificação de fases por difração de elétrons (EBSD).

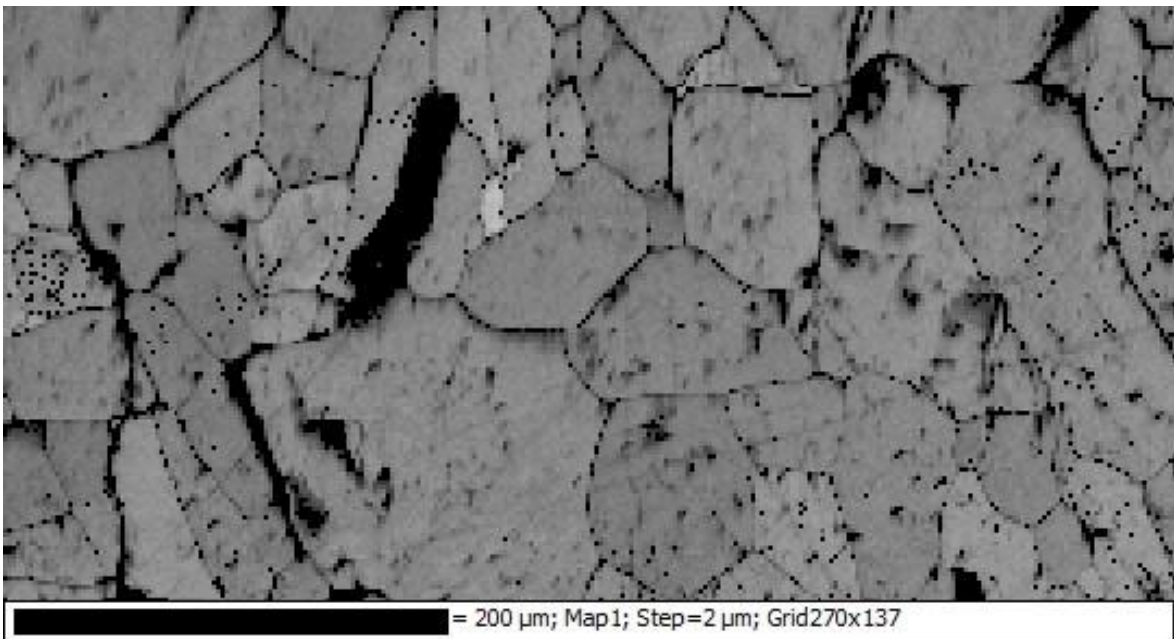


Figura 5.6: Mapa de banda de contraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sínter piloto HPS com 60 kg/ton de CaO.

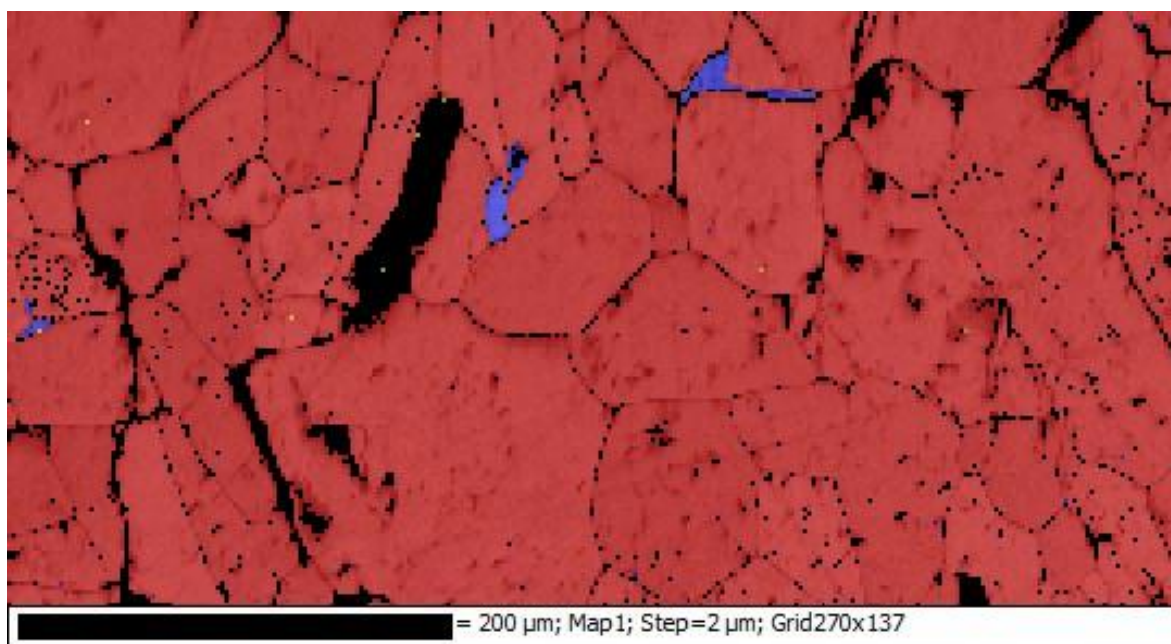


Figura 5.7: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sínter piloto HPS com 60 kg/ton de CaO.

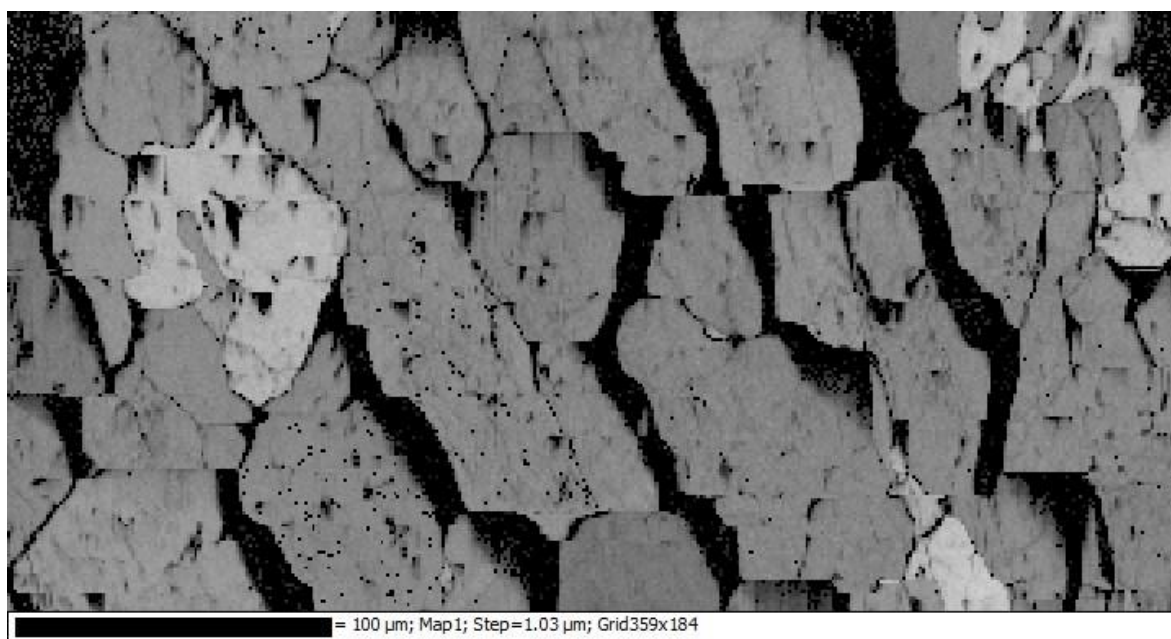


Figura 5.8: Mapa de banda de constraste, resultado da análise de EBSD, para a amostra de sínter piloto HPS com 76 kg/ton de CaO.

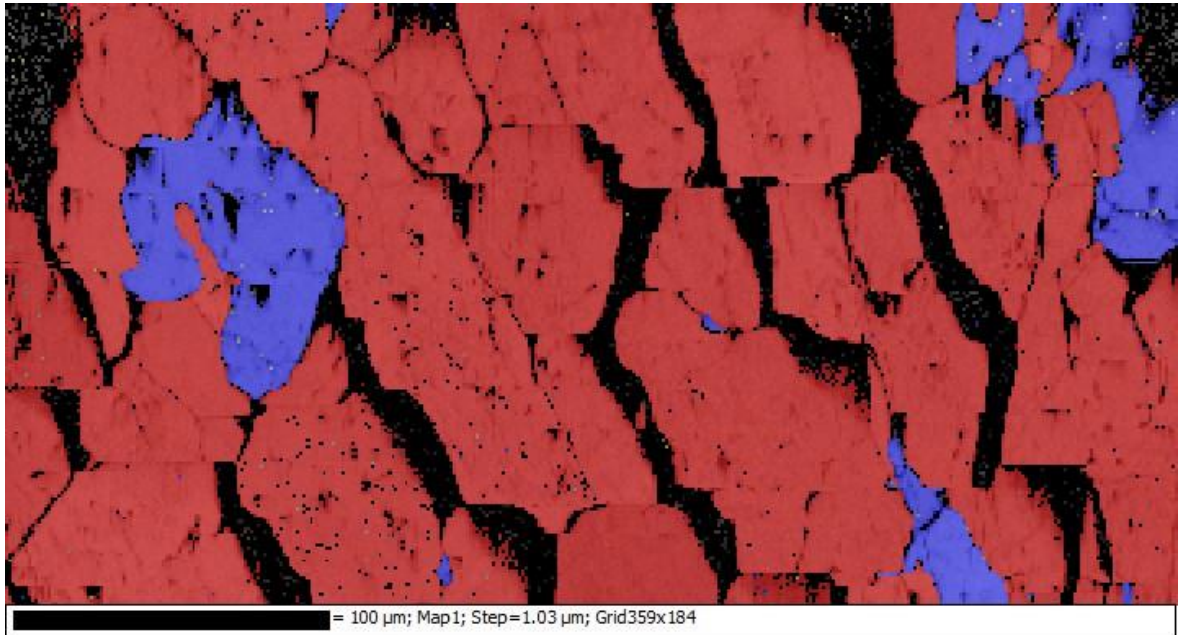


Figura 5.9: Mapa de fases indexadas por EBSD para a amostra de sínter piloto HPS com 76 kg/ton de CaO.

Por mais que se tenha no banco de dados da análise uma fase quimicamente correspondente àquela que se sabe existir na amostra, sempre há a possibilidade de existirem diferenças nas posições atômicas, logo na estrutura cristalina, da fase do banco de dados e daquele presente na amostra. Isso se faz mais real ainda se considerar a complexidade das fases de cálcio-ferritos que existem nos sínteres, o que dificulta em muito encontrar na literatura fases cristalograficamente idênticas para alimentar o banco de dados da análise.



## 6 CONCLUSÃO

O processo de sinterização HPS representa um avanço tendo em vista o contexto ao qual a reserva mineral do quadrilátero ferrífero se encontra. Em relação ao processo de sinterização convencional, há diversos pontos de melhoria tanto em rendimento do processo quanto em qualidade do sinter produzido. Levando em consideração a importância e influência da microestrutura do sinter sobre as propriedades físicas, metalúrgicas e químicas, se faz necessário a caracterização das fases presentes no material afim de se compreender as influências destes parâmetros nos processos siderúrgicos. Sendo assim, a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é uma técnica de análise microestrutural e microtextural baseada na estrutura cristalina dos materiais. A capacidade de indexação, logo identificação de fases constituintes em materiais multi-fásicos, é absolutamente possível do ponto de vista da técnica, já que o fenômeno da difração de elétrons ocorre de forma diferente para cada estrutura, reduzindo as chances de identificação errada ou enganada entre duas fases. No entanto, para que o sistema execute o processo de indexação de fases, é necessário que sejam fornecidas as fases de interesse e isto corresponde à limitação do processo. No caso dos sínteres HPS estudados neste TCC, foram buscadas na literatura fases de cálcio-ferritos para que se indexassem aqueles presentes nos sínteres. Contudo, não foi possível indexar tais fases pois não houve um ajuste entre a estrutura cristalina dos cálcio-ferritos da literatura com aqueles das amostras. Logo, para que se utilize a técnica de EBSD para tais indexações em amostras de sinter, será importante estudar melhor quais cálcio-ferritos podem estar presentes nestes sínteres, seja a partir de sua estrutura ou da sua composição química. Uma vez com tais informações, será possível utilizar o EBSD para caracterizar precisamente os sínteres utilizados na indústria siderúrgica.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ÁLVARES, G. **Otimização de técnicas de preparo de amostras para a difração de elétrons retroespalhados – EBSD**. 2011. (89f.). Monografia. (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil, 2011.

ÁVILA, K. S. P. **Caracterização mineralógica de rejeitos de flotação de itabiritos do Quadrilátero Ferrífero utilizando mineralogia quantitativa eletrônica**. 2018. (94f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil, 2018.

CARVALHO, P. S. L.; SILVA, M. M.; ROCIO, M. A. R.; MOSZKOWICZ, J. **Minério de ferro**. BNDES Setorial, v. 39, p. 197-234, 2014. Disponível em: <https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/handle/1408/4802> . Acesso em: 23 mai. 2022.

D'ÁVILA, L. S. C. **Influência das Características do Itabirito Concentrado no Desempenho do Processo de Sinterização**. 2015. (92f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2015.

EL-DASHER, B.; DEAL, A. Application of Electron Backscatter Diffraction to Phase Identification. In: SCHWARTZ, A.J.; KUMAR, M.; ADAMS, B.L.; FIELD, D.P. (Eds.). **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. Second Edition. Nova Iorque: Springer, 2009, p.81-89.

HEIKKINEN, E.; ILJANA, M.; FABRITIUS, T. Review on the Phase Equilibria in Iron Ore Sinters. In: 2020 ISIJ, No. 12. **ISIJ International**, Vol. 60. ISIJ: 2020. p. 2633-2648.

HONEYANDS, T.; MANUEL, J.; MATTHEWS, L.; O'DEA, D.; PINSON, D.; LEEDHAM, J.; MONAGHAN, B.; LI, H.; CHEN, J.; HAYES, P. C.; DONSKOI, E.; POWNCEBY, M. I. Characterising the Mineralogy of Iron Ore Sinters – State of the Art In Australia. In: Iron Ore 2017, Perth. **Proceedings of Iron Ore**. Perth: 2017. p.47-60.

HONEYANDS, T.; MANUEL, J.; MATTHEWS, L.; O'DEA, D.; PINSON, D.; LEEDHAM, J.; ZHANG, G.; LI, H.; MONAGHAN, B.; LIU, X.; DONSKOI, E.; WEBSTER, N. A. S.; POWNCEBY, M. I. Comparison of the Mineralogy of Iron Ore Sinters Using a Range of Techniques. *Minerals*, v.9, p.333, 2019.

HONORATO, E. P. **Adequação granulométrica das matérias-primas e do sistema de segregação contínua (I.S.F), para melhorias na produtividade e qualidade do sinter para os altos-fornos.** 2005. (126f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2005.

JANUZZI, A. **Análise da aglomeração a frio no processo HPS (*Hybrid Pelletized Sinter*) com ênfase nas matérias-primas envolvidas.** 2008. (145f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2008.

LILES, D.C.; VILLIERS, J.P.R.; KAHLENBERG, V. Refinement of iron ore sinter phases: a silico-ferrite of calcium and aluminium (SFCA) and an Al-free SFC, and the effect on phase quantification by X-ray diffraction. *Springer*, p. 141-147, 2015.

LIMA, A. J. A. S. **Caracterização tecnológica de uma mistura de *sinter feed* e *pellet feed* para uso em processo HPS.** 2019. (125f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil, 2019.

NIWA, Y.; KOMATSU, O.; NODA, H.; SAKAMOTO, N.; OGAWA, S. Development of a hybrid pelletized sinter process and its commercial operation at Fukuyama's no.5 sintering plant. *Ironmaking Conference Proceedings*, 1990. p.683-690.

PADULA, V. P. **Caracterização tecnológica de um *sinter feed* hematítico contendo diferentes proporções e tipos de sílica nas frações aderentes, intermediárias e nucleantes.** 2009. (110f.). Dissertação. Mestrado em Engenharia de Minas – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil, 2009.

PEREIRA, H. C. **Avaliação em escala piloto do comportamento dos produtos *pellet feed*, *pellet screenings* e *micro pellet* em substituição ao *sinter feed* em uma mistura de sinterização.** 2004. (146f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de

Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2004.

PIMENTA, R. M.; LUIZ, J. V.; SANTOS, E. P. Processo híbrido de aglomeração de minério de ferro: uma breve revisão. In: ABM Week 2019, 5ª edição, São Paulo. **Anais do 49º Seminário de Redução de Minério de Ferro e 7º Simpósio Brasileiro de Aglomeração de Minério de Ferro**. São Paulo: 2019. p. 1-11.

ROSIÈRE, C. A. A recristalização do minério de ferro da jazida do Pico do Itabirito no Quadrilátero Ferrífero e suas implicações genéticas. In: II Simpósio de Geologia de Minas Gerais 1983, Belo Horizonte. **Boletim da SBG – Núcleo Minas Gerais**. Belo Horizonte: 1983. p. 173-186.

SALES, C. G. **Rotas de beneficiamento para recuperação de minerais portadores de ferro do *underflow* do espessador de lamas da usina de Brucutu**. 2012. (152f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2012.

SILVA, F. L. **Aproveitamento e Reciclagem de Resíduos de Concentração de Minério de Ferro na Produção de Pavos e Cerâmica**. 2014. (109f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Rede Temática em Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil, 2014.

STARLING, A. R. A. R. **Avaliação de metodologias de simulação física do processo de sinterização**. 2012. (162f.). Dissertação. (Mestrado em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2012.

TAKEHARA, L. **Caracterização geometalúrgica dos principais minérios de ferro brasileiros – fração *sinter feed***. 2004. (421f.). Tese. (Doutorado em Geociências) – Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil, 2004.

VALE.S.A. – EDUCAÇÃO VALE. **Curso de mineração – Básico Módulo IV: Pelotização e Uso de Minério de Ferro na Siderurgia**. 2012. Disponível em: <http://www.vale.com/brasil/PT/Paginas/default.aspx>. Acesso em: 20 mar. 2022.

VIANA, D.; COUTO, N. T.; LIMA, F. M.; SILVA, G. E. Automação do processo Híbrido de Pelota e Sínter (HPS) para a planta de sinterização da Belgo Arcelor Monlevade. In: X Seminário de automação de processo, 2006, Belo Horizonte. **X Seminário de automação de processo**. Belo Horizonte: 2006, p. 1-10.

VIEIRA, C. B.; ROSIÈRE, C. A.; PENA, E. Q.; SESHADRI, V.; ASSIS, P. S. Avaliação técnica de minérios de ferro para sinterização nas siderúrgicas e minerações brasileiras: uma análise crítica. **Revista Escola de Minas**, v.56, n.2, p.97-102, 2003.