



Otávio da Fonseca Martins Gomes

**Microscopia Co-Localizada:
Novas Possibilidades na Caracterização de Minérios**

Tese de Doutorado

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio.

Orientador: Prof. Sidnei Paciornik

Rio de Janeiro, 13 de setembro de 2007



OTÁVIO DA FONSECA MARTINS GOMES

**Microscopia Co-Localizada: Novas Possibilidades na
Caracterização de Minérios**

Tese apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Sidnei Paciornik

Orientador

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

Dr. Marcos Henrique de Pinho Maurício

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

Prof. Eduardo de Albuquerque Brocchi

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia – PUC - Rio

Prof. José Carlos Gaspar

Universidade de Brasília - UNB

Prof. Claudio Luiz Schneider

Centro de Tecnologia Mineral - CETEM

Prof. José Eugenio Leal

Coordenador Setorial de Pós-Graduação do Centro Técnico Científico da
PUC-Rio

Rio de Janeiro, 13 de setembro de 2007.

Todos os direitos reservados. É proibida a reprodução total ou parcial do trabalho sem autorização da universidade, do autor e do orientador.

Otávio da Fonseca Martins Gomes

Possui graduação em Engenharia Química pela Universidade Federal do Rio de Janeiro (1998) e mestrado em Engenharia de Materiais pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (2001). Atualmente é Tecnologista Pleno 2 do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCT). Tem experiência na área de Engenharia de Materiais e Metalurgia, com ênfase em Caracterização Tecnológica de Minérios e Materiais, atuando principalmente nos seguintes temas: microscopia (eletrônica, óptica e digital), processamento e análise digital de imagens e classificação automática.

Ficha Catalográfica

Gomes, Otávio da Fonseca Martins

Microscopia co-localizada: novas possibilidades na caracterização de minérios / Otávio da Fonseca Martins Gomes ; orientador: Sidnei Paciornik. – 2007.

105 f. : il. ; 30 cm

Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais e Metalurgia) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

Inclui bibliografia

1. Ciência dos materiais e metalurgia – Teses. 2. Microscopia digital. 3. Caracterização de minérios. 4. Análise de imagens. 5. Classificação. 7. Minério de ferro. 8. Minério de cobre. I. Paciornik, Sidnei. II. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia. III. Título.

CDD: 669

Agradecimentos

Ao meu orientador e amigo, **Sidnei**, que nestes 8 anos de convivência, desde o mestrado, muito me ensinou. Creio que ele também tenha aprendido algo comigo, especialmente a ser mais tolerante em relação a horários e prazos.

Ao **CETEM/MCT** pela oportunidade e pelo apoio para a realização deste trabalho.

À **Vice-Reitoria para Assuntos Acadêmicos da PUC-Rio** pela bolsa de isenção da mensalidade.

À **Lusinete Patrício de Araújo**, secretária da pós-graduação do DCMM, um verdadeiro antídoto contra a burocracia.

Ao amigo **Dr. Guilherme Lúcio Abelha Mota** pela revisão do capítulo de Reconhecimento de Padrões e pelas frutíferas discussões acerca do tema.

À **Biblioteca Técnica da Bielo-Rússia** (<http://lib.org.by>) por diversas das referências deste trabalho.

A todo pessoal da **Biblioteca Setorial do CTC da PUC-Rio** pela constante simpatia e presteza no atendimento.

A **Adauto José da Silva** e **Edivaldo da Conceição Silva (Nininho)**, técnicos do CETEM/MCT, pela ajuda na preparação das amostras.

A **Rogério Kwitko Ribeiro**, geólogo da CVRD, pelas amostras de Sossego.

A **Omar Juarez Soto**, ex-colega de DCMM, pela amostra de Yauri Cusco.

Ao meu pai, **Pedro**, e seu pessoal pela construção e desenho em CAD do porta-amostras de uso misto.

Ao meu filho, **Gabriel**, que nasceu há poucos dias, por ser um moleque tranqüilo e me deixar concluir este trabalho.

Ao **Saddam** pela agradável companhia.

Aos amigos do CETEM e do DCMM pelo apoio e incentivo.

Aos garçons e demais pessoas que de alguma forma tenham contribuído para este trabalho.

Resumo

Gomes, Otávio da Fonseca Martins. **Microscopia Co-Localizada: Novas Possibilidades na Caracterização de Minérios**. Rio de Janeiro, 2007, 105p. Tese de Doutorado – Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

A integração do controle por computador de microscópios com a aquisição e análise digital de imagens levou à criação de uma nova área, denominada Microscopia Digital. Além de permitir um certo grau de automação, a Microscopia Digital abriu possibilidades realmente novas para a caracterização microestrutural. Uma destas novas e promissoras possibilidades é a Microscopia Co-localizada, que junta diversos tipos de informação, obtidas a partir de diferentes técnicas de microscopia. No presente trabalho foi desenvolvida e implementada uma metodologia de Microscopia Co-localizada que combina imagens de Microscopia Óptica de Luz Refletida (MO) e de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Esta metodologia envolve desde a aquisição das imagens nos microscópios até a análise das fases presentes através de técnicas de Reconhecimento de Padrões. Um procedimento automático de registro entre os dois tipos de imagens foi desenvolvido, permitindo o ajuste de magnificação, translação, rotação, tamanho de pixel e distorções locais. Desta forma, imagens de MO e de MEV de uma dada amostra podem ser combinadas precisamente. A metodologia foi testada com diversas amostras minerais, visando a discriminação de fases que são indistinguíveis por MO ou MEV. A Microscopia Co-localizada MO-MEV foi empregada em uma rotina para a caracterização de amostras de minério de ferro e os resultados obtidos foram comparados com os da análise tradicional ao MEV.

Palavras-chave

Microscopia digital; caracterização de minérios; análise de imagens; classificação; minério de ferro; minério de cobre.

Abstract

Gomes, Otávio da Fonseca Martins. **Co-Site Microscopy: New Possibilities in the Ore Characterization**. Rio de Janeiro, 2007, 105p. D.Sc. Thesis – Department of Materials Science and Metallurgy, Catholic University of Rio de Janeiro.

Computer-controlled microscopes with digital image acquisition and analysis led to the creation of a new field, called Digital Microscopy. Digital Microscopy not only allows a certain degree of automation but also has brought new possibilities to microstructural characterization. One of these new and promising possibilities is Co-Site Microscopy, that links different kinds of information, obtained from different microscopy techniques. The present work presents the development and implementation of a Co-Site Microscopy methodology that combines images obtained by Reflected Light Microscopy (RLM) and Scanning Electron Microscopy (SEM). This methodology involves the whole sequence, from image acquisition at the microscopes to the analysis of the phases using Pattern Recognition techniques. An automatic registration procedure for the two kinds of images was developed, allowing the adjustment of magnification, translation, rotation, and pixel size, and the correction of local distortions. The methodology was tested with several mineral samples, aiming at the discrimination of phases that are not distinguishable with either RLM or SEM. The RLM-SEM Co-Site Microscopy technique was employed in the characterization of iron ore samples and the obtained results were compared to the traditional analysis by SEM.

Keywords

Digital microscopy; ore characterization; image analysis; classification; iron ore; copper ore.

Sumário

1	Introdução	13
2	Microscopia Digital	18
2.1.	Imagem digital	19
2.2.	Microscopia Óptica de Luz Refletida	25
2.2.1.	Autofoco	25
2.2.2.	Plano de foco	28
2.2.3.	Correção de defeitos da aquisição de imagens digitais	28
2.2.4.	Varredura da amostra e aquisição automática de imagens	33
2.3.	Microscopia Eletrônica de Varredura	34
2.4.	Microscopia Co-localizada	35
2.4.1.	Registro	37
3	Processamento e Análise Digital de Imagens	41
4	Reconhecimento de Padrões	46
4.1.	Classificação supervisionada	48
4.2.	Classificação supervisionada de pixels	52
4.3.	Escolha das características	56
4.4.	Classificador	58
5	Microscopia Co-Localizada MO-MEV	63
5.1.	Motivação	63
5.2.	Metodologia	65
5.2.1.	Aquisição de imagens ao microscópio óptico	65
5.2.2.	Aquisição de imagens ao MEV	68
5.2.3.	Registro	69
5.2.3.1.	Registro – Estágio 1	70
5.2.3.2.	Registro – Estágio 2	74
5.2.3.3.	Registro – Estágio 3	75

5.2.4. Análise de imagens	75
5.3. Resultados e Discussão	76
5.3.1. Registro	76
5.3.2. Delineação	80
5.3.3. Análise de imagens	80
6 Microscopia Co-Localizada Aplicada à Caracterização de um Minério de Ferro	86
6.1. Introdução	86
6.2. Procedimento Experimental	88
6.2.1. Resina X Quartzo	88
6.2.2. Microscopia Co-Localizada MO-MEV	89
6.3. Resultados e Discussão	89
6.3.1. Resina X Quartzo	89
6.3.2. Microscopia Co-Localizada MO-MEV	90
7 Conclusão	95
8 Referências bibliográficas	97
Apêndice A	104

Lista de figuras

Figura 1 - Imagem digital.	19
Figura 2 - Resolução e quantização.	20
Figura 3 - Histograma de níveis de intensidade.	22
Figura 4 - Imagem RGB e suas componentes.	23
Figura 5 - Uma imagem RGB e seu histograma bidimensional RG.	24
Figura 6 - Convergência do autofocus.	27
Figura 7 - Imagens inicial e final do procedimento de autofocus.	27
Figura 8 - Não-uniformidade na iluminação.	29
Figura 9 - Diferença entre imagens de um mesmo campo.	29
Figura 10 - Intensidade do pixel central de diversas imagens de um mesmo campo.	30
Figura 11 - Perfis de intensidade dos pixels da linha horizontal central da: (a) imagem original; (b) imagem amostrada pela média de oito imagens; e (c) imagem amostrada pela média de oito imagens e com o fundo corrigido.	33
Figura 12 - Transformações em registro 2D/2D.	38
Figura 13 - Seqüência padrão de PADI.	42
Figura 14 - Delineação.	43
Figura 15 - Segmentação.	44
Figura 16 - Pós-processamento.	45
Figura 17 - Reconhecimento e classificação.	45
Figura 18 - Espaço de características.	47
Figura 19 - Classificação supervisionada.	48
Figura 20 - Classificação não-supervisionada.	48
Figura 21 - Exemplo de classificação supervisionada (classificação de frutas).	50
Figura 22 - Imagens de referência da norma ISO-945.	50
Figura 23 - Classificação de partículas de grafita em ferro fundido.	51
Figura 24 - Imagem RGB e sua representação no espaço de características RG.	54

Figura 25 - Segmentação por classificação de função paralelepípedo.	55
Figura 26 - Redução de dimensionalidade.	58
Figura 27 - Distância euclidiana x Mahalanobis.	60
Figura 28 - Pirita, pentlandita e calcopirita: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV (BSE).	64
Figura 29 - Bornita e esfalerita: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV (BSE).	65
Figura 30 - Interface da função <i>LMDcaptura2</i> .	66
Figura 31 - Porta-amostras de uso misto.	68
Figura 32 - Imagens, de um mesmo campo, adquiridas: (a) ao MO; (b) ao MEV.	71
Figura 33 - Obtenção dos pontos de controle: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV.	72
Figura 34 - Pontos de controle.	73
Figura 35 - Imagens após o primeiro estágio do registro.	74
Figura 36 - Imagens após o segundo estágio do registro.	74
Figura 37 - Resultado final do registro.	75
Figura 38 - Avaliação do registro (amostra Yauri Cusco).	77
Figura 39 - Campo com menor pico de correlação cruzada normalizada.	78
Figura 40 - Defeitos devidos a diferenças entre as modalidades de microscopia: as setas brancas apontam lascas e a seta azul indica partículas sob a resina (vistas apenas na imagem de MO).	79
Figura 41 - Delineação de uma imagem RGB: (a) imagem original; (b) imagem delineada em cada componente; (c) imagem delineada com o filtro que considera as distâncias no espaço RGB.	80
Figura 42 - Tabela de cores que representa as fases da amostra de Yauri Cusco.	81
Figura 43 - Variação do conjunto de características: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado da classificação com as 4 características originais; (d) imagem resultado da classificação com 6 características; (e) imagem resultado da classificação com 10	

características; (f) imagem resultado da classificação com todas as 14 características do sistema expandido.	82
Figura 44 - Erros de segmentação nas interfaces: as setas apontam regiões erradamente atribuídas à fase covelita.	83
Figura 45 - Calcopirita e pentlandita: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem segmentada.	84
Figura 46 - Bornita e esfalerita: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem segmentada.	85
Figura 47 - Fases do minério de ferro em uma: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV (BSE).	87
Figura 48 - Resina X Quartzo: (a) imagem de MO de um campo da amostra -149+105 µm; (b) histograma da imagem exposta em (a); (c) imagem do mesmo campo recoberto com carbono evaporado; (d) histograma da imagem mostrada em (c).	90
Figura 49 - Fração de fase de: (a) resina epóxi; (b) quartzo.	91
Figura 50 - Fração de goethita.	91
Figura 51 - Segmentação errônea de goethita no MO-MEV-Class: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do MO-Class; (d) imagem resultado do MEV-Limiar; (e) imagem resultado do MO-MEV-Class; (f) tabela de cores.	92
Figura 52 - Segmentação errônea de magnetita e hematita no MO-Class: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do MO-Class; (d) imagem resultado do MEV-Limiar; (e) imagem resultado do MO-MEV-Class; (f) tabela de cores.	93
Figura 53 - Método híbrido (MEV-Limiar + MO-MEV-Class): (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do método híbrido (MEV-Limiar + MO-MEV-Class); (d) tabela de cores.	94

Lista de tabelas

Tabela 1 - Amostras.	63
Tabela 2 - Alguns minerais presentes nos minérios de cobre.	64
Tabela 3 - Correspondência das magnificações.	71
Tabela 4 - Goethita, hematita e magnetita.	86
Tabela 5 - Amostras do minério de ferro	88