



Julio César Álvarez Iglesias

Uma Metodologia para Caracterização de Sínter de Minério de Ferro: Microscopia Digital e Análise de Imagens

Dissertação de Mestrado

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

Orientadores: Prof. Sidnei Paciornik
Otavio da Fonseca Martins Gomes

Rio de Janeiro
agosto de 2008



Julio César Álvarez Iglesias

Uma Metodologia para Caracterização de Sínter de Minério de Ferro: Microscopia Digital e Análise de Imagens

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação 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. Otavio da Fonseca Martins Gomes

Centro de Tecnologia Mineral – CETEM/MCT

Dr. Reiner Neumann

Centro de Tecnologia Mineral – CETEM/MCT

Prof. Roberto Ribeiro de Avillez

Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia - PUC-Rio

Prof. José Eugenio Leal

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

Rio de Janeiro, 01 de setembro de 2008

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

Julio César Álvarez Iglesias

Possui graduação em Física pela Universidade da Havana (2001). Tem experiência na área de microscopia digital, processamento e análise digital de imagens.

Ficha Catalográfica

Álvarez Iglesias, Julio César

Uma metodologia para caracterização de sinter de minério de ferro : microscopia digital e análise de imagens / Julio César Álvarez Iglesias ; orientadores: Sidnei Paciornik, Otavio da Fonseca Martins Gomes. – 2008.

77 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais e Metalurgia)–Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

Inclui bibliografia

1. Ciência dos Materiais e Metalurgia – Teses.
2. Sinter de minério de ferro. 3. Microscopia digital. 4. Análise de imagens. 5. Caracterização microestrutural. I. Paciornik, Sidnei. II. Gomes, Otavio da Fonseca Martins. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia. IV. Título.

CDD: 669

Agradecimentos

Agradeço ao professor Sidnei Paciornik, a quem admiro profundamente. Além de orientador, amigo. Ser seu orientado é um enorme aprendizado e um prazer. A sua orientação constante foi um ponto decisivo para o resultado deste trabalho.

A meu co-orientador Otávio Gomes pela parceria, conversas e dicas sempre importantes e esclarecedoras.

A meus pais pelo apoio, mesmo a muitos quilômetros de distância, tem sido essencial para encontrar forças e continuar lutando pelos meus objetivos. Palavras não podem expressar a imensidão da gratidão que tenho por eles.

A minha família pela força e confiança.

A minha noiva, por cada minuto de amor, estímulo, encorajamento e força.

Ao CETEM/MCT por me permitir obter e processar parte dos resultados usados neste trabalho.

Aos colegas do laboratório pelos momentos compartilhados e aprendizado dividido.

Por fim, a CAPES pelo apoio financeiro.

Resumo

Iglesias, Julio César. **Uma Metodologia para Caracterização de Sínter de Minério de Ferro: Microscopia Digital e Análise de Imagens**. PUC-Rio, 2008. 77p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Ciência dos Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Neste trabalho, propõe-se uma metodologia para a caracterização de sínter de minério de ferro através de microscopia digital e análise de imagens. O sínter é um material multifásico, com macro e microestrutura heterogêneas. Em geral, as principais fases são hematita, magnetita, ferritos e silicatos, além de poros. Empregando um microscópio óptico automatizado, imagens individuais em alto aumento, cobrindo toda a área da seção transversal das amostras, foram obtidas. Da mesma forma e cobrindo a mesma área, foram obtidas imagens de mosaico em baixo aumento. Os mosaicos fornecem uma visão qualitativa poderosa da amostra inteira, e uma avaliação quantitativa das fases principais, embora com resolução limitada. Uma comparação quantitativa das frações de fase entre o mosaico e as imagens em alto aumento foi realizada através de uma rotina automática de processamento e análise de imagens, também desenvolvida neste trabalho. Enquanto as fases mais finas, como os silicatos, só foram bem discriminadas na melhor resolução óptica empregada, fases preponderantes, como a hematita, foram identificadas em todas as resoluções. Para hematita, magnetita e ferritos, o maior erro relativo na fração de área, entre as imagens obtidas com as lentes de 5 e 20X, foi de 12 %, em 3 amostras distintas. Os resultados para os silicatos foram menos exatos com um erro relativo até 44 %. Uma comparação com resultados de difração de raios-x, usando o método de Rietveld, também foi realizada. Estes resultados indicam que a microscopia digital fornece um método flexível de caracterização destes materiais, permitindo combinar informação global qualitativa e semi-quantitativa, com informação local quantitativa.

Palavras-chave

Sínter de Minério de Ferro, Microscopia Digital, Análise de Imagens, Caracterização Microestrutural

Abstract

Iglesias, Julio César. **A Method for the Characterization of Iron Ore Sinter: Digital Microscopy and Image Analysis**. PUC-Rio, 2008. 77p. M. Sc. Dissertation – Department of Materials Science and Metallurgy, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

In the present work, a method for the characterization of iron ore sinter, based on digital microscopy and image analysis is proposed. Iron ore sinters are multi-phase materials, with heterogeneous macro and micro structure. In general, the main phases are: hematite, magnetite, ferrites and silicates, besides pores. Employing an automated optical microscope, individual high magnification images were obtained, covering the full cross section of the samples. Likewise, and covering the same area, low magnification mosaic images were obtained. Mosaics provide a powerful qualitative view of the whole sample, and a quantitative evaluation of the main phases, albeit with limited resolution. A quantitative comparison of phase fractions between the mosaic and the high magnification images was performed through an automatic image processing and analysis routine, also developed in the present work. While finer phases, such as silicates, could only be discriminated at the best employed optical resolution, the main phases, such as hematite, were identified at all resolutions. For hematite, magnetite, and ferrites, the largest relative error in area fraction was 12%, when comparing images acquired with the 5X and 20X objective lenses, for three different samples. Results for silicates were less accurate, with relative errors up to 44%. A comparison with x-ray diffraction results, employing the Rietveld method, was also performed. These results indicate that digital microscopy provides a flexible method for the characterization of these materials, allowing the combination of global qualitative information with local quantitative data.

Keywords

Iron Ore Sinter, Digital Microscopy, Image Analysis, Microestrutural Characterization

Sumário

1	Introdução	14
2	Revisão Bibliográfica	17
2.1.	Sínter	17
2.2.	Processamento e Análise Digital de Imagens	22
2.2.1.	Aquisição e digitalização da imagem	23
2.2.2.	Pré-processamento	26
2.2.3.	Segmentação	29
2.2.4.	Pós-processamento, extração de atributos e reconhecimento e classificação	31
2.2.5.	Extração de atributos e classificação	34
2.3.	Microscopia Digital	34
2.3.1.	Correção de fundo	35
2.3.2.	Autofoco	36
2.3.3.	Aquisição automática de imagens e Campo Estendido	37
3	Materiais e Métodos	41
3.1.	Materiais e Preparação de Amostras	41
3.1.1.	Sínter Bruto	41
3.1.2.	Sínter Britado	43
3.2.	Metodologia	44
3.2.1.	Espectrometria por Fluorescência de Raios-x	44
3.2.2.	Difração de Raios-x e Quantificação de Fases	45
3.2.3.	Aquisição de imagens ao microscópio óptico	46
3.2.4.	Análise de imagens	47
4	Resultados e Discussão	52
4.1.	Efeito da Resolução	52
4.2.	Análise Multi-resolução	54
4.2.1.	Sínter I	54
4.2.2.	Sínter II	61
4.2.3.	Sínter III	63
4.3.	Comparação entre Técnicas Experimentais	65

5 Conclusão	69
6 Referências bibliográficas	71
Apêndice A – Rotina Desenvolvida	75

Lista de figuras

Figura 1 – Representação microestrutural ideal de um sinter de minério de ferro (Vieira, et al., 2003).	19
Figura 2 – Sequência padrão de PADI por etapas (Gomes, 2007).	22
Figura 3 – Histogramas correspondentes a quatro tipos básicos de imagens. (a) Iluminação insuficiente, sub-exposição. (b) Iluminação excessiva – sobre-exposição e saturação. (c) Contraste insuficiente. (d) Contraste e iluminação adequados.	24
Figura 4 – Imagem colorida e os histogramas correspondentes a cada uma de suas componentes.	25
Figura 5 – Possíveis transformações da LUT: (a) $\gamma=1$ - A imagem de saída não sofre variação; (b) $\gamma<1$ - O contraste nas regiões escuras é realçado; (c) $\gamma>1$ - O contraste nas regiões claras é realçado.	27
Figura 6 – Delineação: (a) Imagem original, seu histograma e uma visão ampliada da região demarcada em vermelho; (b) imagem delineada, seu histograma e a ampliação da mesma região demarcada em vermelho.	28
Figura 7 – Exemplo de limiarização bi-modal: (a) Imagem original; (b) imagem binária; (c) tom de corte no histograma.	30
Figura 8 – Exemplo de limiarização penta-modal: (a) Imagem original em 256 tons de cinza; (b) imagem quinária com as fases diferenciadas com cores; (c) tons de corte no histograma.	31
Figura 9 – Exemplo de pós-processamento: (a) Imagem original; (b) imagem binária da segmentação da fase preta; (c) imagem resultante de um OPEN onde pequenos objetos e conexões desaparecem; (d) imagem final onde o resto das partículas espúrias foi eliminado com um SCRAP; (e) regiões eliminadas nos passos (c) e (d), obtidas com ajuda de um XOR.	33
Figura 10 – Processamento para criar uma imagem referência: (a) Imagem com iluminação irregular e com sujeira no caminho da luz até a câmera; (b) imagem de uma amostra sem a correção de fundo;	

(c) a mesma imagem depois da correção de fundo.	36
Figura 11 – Imagens inicial e final do procedimento de autofoco.	37
Figura 12 – Técnica da captura do Mosaico: (a) varredura espacial com captura de imagens individuais; (b) concatenação das imagens e criação do Mosaico; (c) visão ampliada para exemplificar a superposição dos campos verde e amarelo.	38
Figura 13 – Exemplo da captura do Mosaico: (a) Mosaico 2x2=4 campos; (b) visão ampliada da região demarcada em vermelho, mostrando o alinhamento imperfeito; (c) mesma região com superposição de 5%; (d) alinhamento dos ladrilhos superpostos usando a rotina <i>stitching</i> do AxioVision.	39
Figura 14 – Imagem típica de um sínter em bruto (lente objetiva de 5X).	42
Figura 15 – Imagem típica do sínter em alto aumento (20X).	43
Figura 16 – Imagem típica de um sínter britado. Mosaico de 22 X 22 = 484 campos, capturado em baixo aumento (lente objetiva de 5X).	44
Figura 17 – (a) Histograma de intensidades da Figura 15. (b) Mesmo histograma eliminando pixels pretos (I=0) com picos identificados (P = Poro, S = Silicato, F = Ferrito, M = Magnetita, H = Hematita.	47
Figura 18 – (a) Imagem original da Figura 15. (b) Segmentação da Magnetita, note a presença de bordas da hematita.	48
Figura 19 – (a) Imagem original após realce de bordas. (b) Segmentação da Magnetita. (c) Histograma de intensidades.	49
Figura 20 – Segmentação da Magnetita e problemas nas bordas de poros: (a) Imagem original da Figura 15; (b) visão ampliada da região demarcada em vermelho.	50
Figura 21 – Uma mesma região do sínter em resoluções diferentes (lente objetiva): (a) 5X – campo único; (b) 10X – mosaico 2x2; (c) 20X – mosaico 4x4. Os histogramas de intensidade e uma visão ampliada de uma pequena região (retângulos brancos) também são mostrados (Alvarez et al., 2008).	53
Figura 22 – Imagem do Sínter I (lente objetiva de 5X).	55
Figura 23 – Imagens de campos em alto aumento do sínter mostrado	

na Figura 14.	55
Figura 24 – Passos do processamento de imagem para discriminar a superfície do sínter da Figura 22: (a) Mascara binária da segmentação da superfície inteira do sínter excluindo a resina; (b) superfície do sínter após um AND lógico entre a máscara binária e a imagem original da Figura 14.	57
Figura 25 – Passos do processamento de imagem para medir frações de fase no mosaico da Figura 14: (a) Segmentação da superfície inteira preenchendo os poros; (b) fases segmentadas: Hematita = vermelho, Magnetita = verde, Ferrito = azul, Silicato = ciano, Poros = preto.	58
Figura 26 – Histograma do mosaico do sínter a 5X: (a) com resina; (b) sem resina e sem o Skip; (c) sem resina e com o Skip.	59
Figura 27 – (a) Mosaico original do Sínter II. (b) Fases segmentadas. Círculo amarelo destacando a alta porosidade da hematita.	62
Figura 28 – (a) Mosaico original do Sínter III. (b) Fases segmentadas. A região amarela destaca a alta porosidade da hematita.	64
Figura 29 – Espectro de difração de raios-x (linha cheia) da amostra de sínter obtido pelo método do pó.	66
Figura 30 – Espectros de raios-x medido e calculado pelo método de Rietveld.	67
Figura 31 – Script com a rotina de PADI usada.	77

Lista de tabelas

Tabela 1 – Resultados da fluorescência de raios-x no sínter.	45
Tabela 2 – Frações de fase (%) medidas pela análise de imagem de uma mesma região do sínter em resoluções diferentes (Alvarez et al., 2008).	54
Tabela 3 – Valores das frações de fases (%) do Sínter I medidos de um mosaico completo e de um grande conjunto de imagens individuais em alto aumento cobrindo a mesma área.	60
Tabela 4 – Valores percentuais das frações de fases em baixo e alto aumento do Sínter II.	63
Tabela 5 – Valores percentuais das frações de fases em baixo e alto aumento do Sínter III.	65
Tabela 6 – Valores percentuais das frações de fases calculadas por MO e por DRX no Sínter Britado.	65
Tabela 7 – Frações de fases obtidas por Rietveld.	68