5 Resultados e Discussões

Este capítulo é dividido em três partes, com o objetivo de descrever e apresentar os resultados da metodologia utilizada para realização da análise quantitativa de ferro metálico, das análises qualitativas de porosidade e de ferro metálico, e comparar os resultados quantitativos de ferro metálico, obtidos por análise de imagens, com os da técnica tradicional de análise química.

Como os resultados das técnicas de análise de imagens e análise química se apresentam com diferentes unidades de medida, foi necessário um estudo para conversão dos valores, para que estes fossem comparados. Desta forma, foi desenvolvido um gráfico de correlação entre técnicas. Um estudo estatístico foi realizado, de modo a avaliar a viabilidade da aplicação da técnica de análise de imagens para a quantificação de ferro metálico em briquetes autorredutores de minério de ferro.

5.1. Extração automática de atributos por análise de imagens

Uma rotina, essencialmente automática, foi desenvolvida por meio de um *script* no programa AxioVision. Desta forma, foi possível realizar a quantificação de ferro metálico em diferentes amostras de briquetes autorredutores de minério de ferro.

Os briquetes apresentaram três variáveis, que proporcionaram a possibilidade de realizar diferentes testes: tipo de redutor, espessura do briquete e tempo de redução. Para cada conjunto de variáveis foi realizado apenas um teste, totalizando oito testes.

Como apresentado no capítulo anterior, a quantificação de ferro metálico realizada para cada teste foi obtida por meio do processamento digital de imagens das seções polidas, capturadas em MLR. Esta metodologia detecta áreas relativas ao ferro metálico e às fases sólidas presentes na seção transversal, sendo possível o cálculo da fração de área de ferro metálico.

O briquete autorredutor de minério de ferro, após redução, pode apresentar diversas fases resultantes. No entanto, nem todas as fases presentes podem ser discriminadas diretamente por processamento digital de imagens.

Os tons de cinza de algumas fases podem se misturar com tons de outras fases, inviabilizando a identificação individual de cada fase. Como o objetivo era discriminar apenas fases sólidas como apenas um grupo e ferro metálico, o erro proveniente da identificação pôde ser minimizado.

No entanto, para a lente objetiva de 5 X, fases em menor proporção podem não ser quantificadas com precisão, devido à baixa resolução da lente, como por exemplo no caso de formação de silicatos.

Outra dificuldade encontrada foi a presença de diferentes texturas nos redutores inseridos nos briquetes autorredutores. Como estas não seguiam um padrão, alguns tons de cinza do redutor se misturavam com outras fases, incluindo resina.

A quantificação contêm erros associados à subestimação e/ou superestimação de pixels pertencentes ao conjunto de fases sólidas. Houve um esforço no sentindo de minimizar estes prováveis erros.

Na Tabela 3, apresenta-se a comparação das medidas obtidas nos oito testes de quantificação de ferro metálico por processamento de imagens.

Tipo de Redutor	Teste	Espessura (mm)	Tempo de Redução (min)	% Ferro Metálico	
СМ	1	20	20	34,00	
	2	25	20	23,27	
	3	20	40	40,77	
	4	25	40	39,18	
CVP	5	20	20	20,60	
	6	25	20	22,13	
	7	20	40	37,44	
	8	25	40	35,47	

Tabela 3 - Quantificação de ferro metálico, por análise de imagens, para oito testes

Como esperado, tempos de redução maiores apresentaram maiores teores de ferro metálico. No entanto, a análise quantitativa de ferro metálico das diferentes espessuras do briquete não apresentou resultados conclusivos.

É conhecido que a cinética da redução pode variar de acordo com o tipo de redutor utilizado, uma vez que possuem reatividades diferentes e podem impactar diretamente no controle reacional. Neste trabalho não foi realizado nenhum estudo relacionado à cinética de reação para CM e CVP, mas sabe-se que a reatividade do CVP é muito mais lenta se comparado com o CM. Desta forma, em relação a esta variável, pode-se esperar menores teores de ferro para o tempo de 20 minutos para o redutor CVP do que para o redutor CM. Já para tempos maiores de redução, como 40 minutos, acredita-se que o controle reacional é o mesmo, podendo até ser observado teores de ferro similares .

Para a espessura de 20 mm, é possível observar que realmente o redutor CVP apresentou menores porcentagens de ferro metálico, se comparado com CM, para o tempo de 20 min. Para 40 min de redução, o CVP também apresentou menores teores de ferro metálico, porém, o resultado se aproximou mais do teor encontrado no redutor CM.

Já para a espessura de 25 milímetros, apesar dos teores de ferro metálico serem maiores para CM do que CVP em ambos os tempos de redução, a diferença de ferro metálico para ambos os redutores no tempo de 20 min foi muito inferior ao esperado.

É necessário salientar que a faixa de valores obtida por análise de imagens para a quantificação de ferro metálico é apresentada em uma escala diferente das técnicas tradicionais, uma vez que se trata de uma fração de área, e não mássica. Para comparação direta entre técnicas, na seção 5.3 será apresentado o procedimento de conversão dos valores.

5.2. Análise qualitativa do briquete autorredutor de minério de ferro, por meio dos mapas de porosidade e de ferro metálico

De acordo com a necessidade de visualizar e obter o registro espacial das principais fases presentes no aglomerado autorredutor de minério de ferro, mapas de porosidade e de ferro metálico foram gerados também a partir de uma rotina essencialmente automática. Esta avaliação qualitativa permite analisar o resultado da dinâmica de redução, podendo-se julgar se parâmetros do processo devem ser modificados, de modo a otimizar o processo.

Os mapas são, em poucas palavras, o registro espacial da densidade de ferro metálico ou poros na seção transversal do briquete analisada. Recursos de processamento digital de imagens foram utilizados para manipular a imagem mosaico capturada em MLR, apresentada na Figura 35, de modo a segmentar as

fases poros, ferro metálico e outras fases de acordo com a Figura 36, e gerar os mapas de porosidade e ferro metálico, representados na Figura 37 e na Figura 38, respectivamente. Este processo foi aplicado aos dois tipos de redutor estudados no presente trabalho.



Figura 35 – Imagem Mosaico da seção transversal do briquete



Figura 36 – Segmentação das fases Ferro metálico, Poros e Outras fases



Figura 37 – Mapa de porosidade





Primeiramente foram realizados os seguintes testes:

- Teste 1: Carvão Mineral (CM), 20 mm, 20 min;
- Teste 2: Carvão Mineral (CM), 25 mm, 20 min;
- Teste 3: Carvão Mineral (CM), 20 mm, 40 min;
- Teste 4: Carvão Mineral (CM), 25 mm, 40 min.

Para cada teste capturou-se uma imagem mosaico, segmentou-se as fases ferro metálico, poros e outras fases e foram gerados mapas de porosidade e ferro metálico. Segue a comparação dos quatro testes para cada etapa do processo, apresentados na Figura 39, Figura 40, Figura 41 e Figura 42.



Figura 39 - Imagens mosaico para os testes 1, 2, 3 e 4



Figura 40 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para os testes 1, 2, 3 e 4



Figura 41 – Mapa de porosidade para os testes 1, 2, 3 e 4



Figura 42 - Mapa de ferro metálico para os testes 1, 2, 3 e 4

A escala de cores utilizada nos mapas de porosidade e de ferro metálico varia de 0 a 100%, de modo que a cor preta representa a ausência de poros ou ferro metálico e a cor branca indica que a região é composta, em sua totalidade, de poros ou ferro metálico.

É possível perceber que, no mapa de ferro metálico, os testes com 40 min de redução tendem a conter tons mais claros das cores azul e verde, se comparados

com os testes com 20 min de redução, indicando uma maior concentração de ferro metálico. Esta análise qualitativa confirma a hipótese de que quanto maior o tempo de redução, para uma mesma temperatura, maior a conversão dos óxidos de ferro em ferro metálico. Nota-se também, que o ferro metálico se localiza, preferencialmente, nas bordas da seção transversal.

Em relação ao mapa de porosidade, percebe-se que, para a espessura de 20 mm, a densidade de poros é bastante superior à da espessura de 25 mm. Como pode ser observado na Figura 43, referente ao briquete de 20 mm não reduzido, há a presença de macroporos que pode estar associada à falta de compactação no momento da fabricação dos briquetes.



Figura 43 – Falha de compactação no briquete de 20 mm de espessura antes da redução

Em seguida, os seguintes testes foram realizados:

- Teste 5: CVP, 20 mm, 20 min;
- Teste 6: CVP, 25 mm, 20 min;
- Teste 7: CVP, 20 mm, 40 min;
- Teste 8: CVP, 25 mm, 40 min.

De forma análoga ao procedimento anterior, para cada teste capturou-se uma imagem mosaico, segmentou-se as fases ferro metálico, poros e outras fases e foram gerados mapas de porosidade e ferro metálico. Segue a comparação dos quatro testes para cada etapa do processo, apresentados na Figura 44, Figura 45, Figura 46 e Figura 47.



Figura 44 – Imagens mosaico para os testes 5, 6, 7 e 8



Figura 45 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para os testes 5, 6,78



Figura 46 – Mapa de porosidade para os testes 5, 6, 7 e 8



Figura 47 – Mapa de ferro metálico para os testes 5, 6, 7 e 8

De forma análoga aos testes 1, 2, 3 e 4, tempos maiores de redução acarretaram em uma maior conversão de óxidos de ferro em ferro metálico, e tal fato pode ser observado nos mapas de ferro metálico apresentados na Figura 47.

Como o processo de fabricação do briquete ocorreu de forma similar para ambos os tipos de redutor, também é possível observar que os briquetes com espessura de 20 mm possuem uma compactação inferior à dos briquetes de 25 mm, acarretando a ocorrência de macroporos.

Por um lado, a grande quantidade de poros, se igualmente distribuídos, facilita a molhabilidade dos gases, ou produtos internos de reação, acarretando na maior homogeneidade espacial da redução. No entanto, a compactação do briquete impacta diretamente no processo de transferência térmica durante a redução. No caso dos briquetes autorredutores de minério de ferro, a redução dos óxidos de ferro ocorre principalmente por meio do produto da reação de Boudouard, que é bastante endotérmica, necessitando do aporte térmico para ocorrer. Como aglomerados mais compactos possuem uma transferência térmica maior, favorecem a reação de Boudouard e tendem a apresentar maior cinética de reação.

Os aglomerados de 20 mm, que deveriam apresentar maiores conversões por conta da menor espessura, apesar da alta molhabilidade dos gases, devido à falha de compactação em alguns briquetes, apresentaram teores de ferro metálico bastante similares aos obtidos para 25 mm, que, por sua vez, foram favorecidos pela facilidade de aporte térmico.

5.3. Validação da metodologia de análise de imagens utilizada para quantificação de ferro metálico

A análise química é a principal técnica experimental para determinar o ferro metálico presente nos aglomerados de minério de ferro, após redução. No entanto, o presente trabalho está propondo uma nova metodologia para quantificar o ferro metálico. Para relacionar ambos os resultados, análises química e de imagens, que se apresentam em forma de fração mássica e fração de área, respectivamente, foi necessário realizar o ensaio de picnometria nas mesmas alíquotas utilizadas na análise química, de forma a medir a massa específica dos briquetes e poder realizar a conversão de fração de áreas para fração mássica.



Figura 48– Desenho esquemático da retirada das alíquotas para realização dos ensaios de análise de imagens, análise química e picnometria

Foram realizados quatro testes para cada tipo de redutor, sendo dois para cada tempo de redução. De acordo com o desenho esquemático apresentado na

Figura 48, os testes 1a, 3a, 5a e 7a referem-se à região da primeira alíquota retirada do briquete, e os testes 1b, 3b, 5b e 7b referem-se à região da segunda alíquota retirada do briquete. A terceira alíquota foi retirada para preparo da seção polida, sendo utilizada a mesma alíquota para cada tempo de redução e cada tipo de redutor, ou seja, os testes 1a e 1b, que foram submetidos a 20 min de redução, utilizam a mesma alíquota para análise de imagens.

Os briquetes com espessura de 20 mm foram utilizados para a comparação entre técnicas e formulação dos dados estatísticos. Já os briquetes de 25 mm, foram utilizados para validação da metodologia de correlação entre técnicas. Na Tabela 4, encontram-se os resultados das três técnicas experimentais, resultados calculados segundo a metodologia explicada no capítulo anterior e erro relativo entre resultados experimentais e calculados.

Nota-se que os resultados obtidos experimentalmente por análise química e os valores obtidos por meio de das técnicas experimentais de análise de imagens e picnometria, de acordo com a equação 20, se comparados, apresentam resultados distintos, indicando a presença de erro, apresentado na última coluna da Tabela 4. Para o cálculo da fração mássica de ferro a partir das técnicas de análise de imagens e picnometria, a variável ρ BQT foi substituída pela massa específica obtida por picnometria para cada teste, a fração de área de ferro foi substituída pelos resultados obtidos pela análise de imagens e utilizou-se o valor teórico de 7,86 g/cm3 para ρ Fe.

Tabela 4 – Resultados relativos às técnicas de análise química, análise de imagens e picnometria, para briquetes de espessura de 20 mm

<u>20 mm</u>		Massa Específica ME g/cm ³		Fração de Área Al %ÁreaFe	Fração Mássica Al e AQ %MassaFe		Erro entre os resultados de %mEe(Al) e	
Briquete	Teste	Tempo (min)	Alíquota 1	Alíquota 2	%aFe	%mFe(AI)	%mFe(AQ)	%mFe(AQ)
CM 1	1 1a	- 20		5,66	34,00	47,21	46,07	2,47
	1b		4,87			54,88	49,75	10,31
CM 2	3a	- 40		5,35	40,77	59,92	53,61	11,77
	3b		5,05			63,43	54,45	16,49
CVP 1	5a	20		5,19	20,60	31,21	34,85	10,43
	5b		4,90			33,06	41,04	19,45
CVP 2	7a	40		5,57	37,44	52,84	59,64	11,39
	7b		5,37			54,75	55,62	1,56

Inicialmente, a partir do cálculo de erros entre técnicas, traçou-se um gráfico para indicar o intervalo da probabilidade de ocorrência dos resultados, tomando como referência os resultados da técnica tradicionalmente utilizada de análise química, para cada tipo de redutor.

Observa-se na Figura 49, a seguir, que para um mesmo briquete as duas alíquotas retiradas não apresentaram o mesmo teor de ferro metálico, indicando uma heterogeneidade espacial de redução. Como já era esperado, o teor de ferro metálico para o tempo de 40 min de redução foi maior do que para o tempo de 20 min. Apesar dos pontos experimentais, obtidos por análise de imagens, não estarem todos inseridos no quadrado que representa o intervalo de maior probabilidade de ocorrência, o limite inferior do erro estimado para essa técnica se encontra na faixa ótima. A reta pontilhada em cinza representa a tendência média

para os resultados experimentais de análise química, enquanto que a reta pontilhada em preto representa a tendência média para os resultados calculados de fração mássica de ferro metálico. Pode-se dizer que para o redutor composto de CM, a análise de imagens superestima a fração de ferro metálico.



Figura 49 – Comparação entre análise química e análise de imagens, com os limites inferiores e superiores de erro para cada técnica, e o provável intervalo de confiança para o redutor CM

Para o redutor CVP, também é possível notar, na Figura 50, uma diferença nas quantificações das alíquotas de um mesmo briquete, indicando que a redução não ocorreu de forma homogênea. Diferentemente do redutor CM, a quantificação do ferro metálico para o CVP pode estar sendo subestimada. Tal fato pode ser observado pelas linhas pontilhadas, cinza e preta, de tendência média dos resultados experimentas de análise química e valores experimentais de análise de imagens e picnometria. No entanto, quase todos os valores experimentais de análise de imagens estão contidos no intervalo de maior probabilidade de ocorrência. Apenas a alíquota 1 do briquete com tempo de redução de 20 min apresenta somente o limite superior do erro subestimado para a técnica.



Figura 50 – Comparação entre análise química e análise de imagens, com os limites inferiores e superiores de erro para cada técnica, e o provável intervalo de confiança para o redutor CVP

A segunda etapa da análise estatística consistiu em calcular o intervalo de erro provável para o conjunto que engloba as diferentes variáveis do processo – tipo de redutor, tempo de redução e região de análise. Com uma confiança de 95%, estima-se que o erro não é maior do que 10,5% e não é menor do que 6,4%. Considerando como erro mais provável, calculou-se o quartil superior do intervalo, obtendo-se o valor de 9,5%.

Em paralelo, traçou-se o gráfico de correlação entre análise química e análise de imagens corrigida por um fator representado pela razão de massas específicas, de acordo com a equação 20, que pode ser visualizado na Figura 51. Os pontos azuis representam a população do redutor CM, enquanto que os pontos amarelos representam CVP. A linha preta é a linha canônica de correlação entre técnicas, e todos os pontos analisados deveriam se encontrar sobre essa reta se as técnicas apresentassem exatamente os mesmos valores como resultado. Para a estimativa das linhas superior e inferior, utilizou-se o erro máximo de 10,5%, com confiança de 95%.

Pipe de la constant d

Correlação AQ vs Alxf (CM e CVP)

Análise Química (%Fe)

Figura 51 – Correlação entre as técnicas de análise química e análise de imagens, corrigida um fator representado pela razão de massas específicas, para os redutores CM e CVP

Nota-se que alguns pontos estão fora do faixa de erro esperada, e a linha canônica está dividindo o conjunto em dois grupos distintos – CM e CVP. Observa-se que o grupo CM, representado na cor amarela se encontra abaixo da linha canônica, indicando que os resultados foram subestimados. Em contrapartida, o grupo CVP, representado pelos pontos de cor azul, está localizado acima da linha canônica, indicando que os valores podem estar superestimados.

Estes grupos foram plotados separadamente nos gráficos da Figura 52 e da Figura 53, com o objetivo de analisar a faixa de erro especifica para cada redutor.

Para o redutor CM, foi traçada uma linha de tendência na Figura 52, que é bastante similar à reta de limite superior de erro no gráfico da Figura 51. As retas intermediárias foram traçadas a partir do limite inferior do cálculo de erro de 5.5%, com confiança de 95%. O limite evolvente, representado pelas retas tracejadas foi calculado experimentalmente para que pelo menos um dos dois pontos que se encontravam fora da faixa ótima fosse incluído, aumentando o cálculo do erro para 8,55%. No entanto, o maior erro calculado, com 95% de confiança, foi de 10,9%.



Correlação AQ vs Alxf (CM)

Figura 52 – Correlação entre as técnicas de análise química e análise de imagens, corrigida por um fator representado pela razão de massas específicas, para o redutor CM

Para o redutor CVP, foi utilizado o mesmo procedimento adotado para CM. Traçou-se uma linha de tendência na Figura 53, que é bastante similar à reta de limite superior de erro no gráfico da Figura 51. As retas intermediárias foram traçadas a partir do limite inferior do cálculo de erro de 5.6%, com confiança de 95%. O limite evolvente, representado pelas retas tracejadas foi calculado experimentalmente para que pelo menos um dos dois pontos que se encontravam fora da faixa ótima fosse incluído, aumentando o cálculo do erro para 9,96%. No entanto, o maior erro calculado, com 95% de confiança, foi de 11,7%.



Correlação AQ vs Alxf (CVP)

Figura 53 – Correlação entre as técnicas de análise química e análise de imagens, corrigida por um fator representado pela razão de massas específicas, para o redutor CVP

Visando testar a validade da técnica, foram utilizados os gráficos de correlação apresentados na Figura 52 e na Figura 53 para verificar se os resultados de análise de imagens obtidos para os briquetes de 25 mm apresentam uma boa correlação com a análise química.

Nota-se pela Figura 54 que os dois resultados de análise de imagens, apresentados com a cor vermelha, estão dentro da faixa de valores ótimos para correlação, com erros aceitáveis. O primeiro briquete, com 20 min de redução, apresentou 36,58% de ferro metálico por análise de imagens. Para esse valor, a correlação para análise química abrange a faixa de 31 a 35% de ferro metálico. O valor obtido experimentalmente por análise química foi de 33,84%. O briquete com 40 min de redução também se localiza na região esperada, com 59,22% de ferro metálico para análise química. O valor obtido experimentalmente na análise química foi de 49 a 58% de ferro metálico para análise química. O valor obtido experimentalmente na análise química foi de 49,42%.



Figura 54 – Aplicação dos resultados de análise de imagens de briquetes de 25 mm para verificação da correlação

O mesmo procedimento foi adotado para o redutor CVP, mas percebe-se, na Figura 55, que os resultados não são tão favoráveis quanto para redutor CM. Os valores obtidos experimentalmente se encontram fora da faixa de valores estimada para a correlação.



Figura 55 – Aplicação dos resultados de análise de imagens de briquetes de 25 mm para verificação da correlação

A evidente diferença nos resultados de análise de imagens entre os redutores CM e CVP se deve a um conjunto de fatores, dentre eles, as distintas microestruturas e refletâncias dos próprios agentes redutores carbonáceos. A comparação dos resultados relativos aos diferentes redutores se torna crítica com a subvalorização das análises contendo o redutor CVP. Outro fator relevante a ser considerado é a pequena população contida na amostra para a realização da estatística. Desta forma, para fins comparativos, o presente trabalho realiza análises das variáveis para cada tipo de redutor separadamente, sem comparar os resultados dos mesmos.