



Richard Bryan Magalhães Santos

**Um sistema de análise de imagens para caracterização
automática de microaglomerados de *sinter feed***

Dissertação de Mestrado

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC- Rio.

Orientador: Prof. Sidnei Paciornik

Coorientadora: Dra. Karen Soares Augusto

Rio de Janeiro
Março de 2018



Richard Bryan Magalhães Santos

**Um sistema de análise de imagens para caracterização
automática de microaglomerados de *sinter feed***

Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre pelo Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos da PUC-Rio. Aprovada pela Comissão Examinadora abaixo assinada.

Prof. Sidnei Paciornik

Orientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais - PUC-Rio

Dra Karen Soares Augusto

Coorientador

Departamento de Engenharia Química e de Materiais - PUC-Rio

Dr. Otávio da Fonseca Martins Gomes

Centro de Tecnologia Mineral – CETEM

Dr. Julio Cesar Alvarez Iglesias

Departamento de Engenharia Química e de Materiais - PUC-Rio

Prof. Marcio da Silveira Carvalho

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

Rio de Janeiro, 28 de março de 2018.

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

Richard Bryan Magalhães Santos

Formado em Engenharia de Materiais e Nanotecnologia pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro em 2016. As áreas de atual interesse são Ciência dos Materiais, Microscopia Digital e Processamento e Análise de Imagens.

Ficha Catalográfica

Santos, Richard Bryan Magalhães.

Um sistema de análise de imagens para caracterização automática de microaglomerados de *sinter feed* / Richard Bryan Magalhaes Santos; orientador: Sidnei Paciornik; co orientadora: Karen Soares Augusto – 2018.

v., 89 f: il. color. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Química e de Materiais, 2018.

Inclui bibliografia

1. Engenharia de materiais – Teses. 2. Sinterização. 3. Caracterização Morfológica. 4. Microscopia Digital. 5. Análise de Imagens. I. Paciornik, Sidnei. II. Augusto, Karen Soares. III. Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. Departamento de Engenharia Química e de Materiais. IV. Título.

CDD: 620.11

Agradecimento

A Deus primeiramente, por me dar força e capacidade de enfrentar cada dia da minha vida.

Às minhas mães: Regina, Cleonice e Ana; por terem me criado e dado todas as oportunidades necessárias para chegar onde estou hoje.

À minha prima Maria Auxiliadora, que, fazendo jus ao nome, sempre esteve disposta a me ajudar com qualquer problema que tive.

A meus orientadores: Sidnei Paciornik e Karen Augusto, por não apenas terem me ensinado o que precisava, mas também pela disposição de sempre me ajudar a despeito de qualquer problema pessoal que eu estivesse passando. Além da paciência e carinho com que retiraram toda e qualquer dúvida que tive durante esse período.

À Vale, pela bolsa oferecida e principalmente por nos trazer este desafio, o que nos permitiu aprender e desenvolver não apenas um produto, como também permitiu um enriquecimento intelectual de todas as partes envolvidas. Em especial ao Alei Domingues, que representando a Vale, nos trouxe o projeto e colaborou para o seu desenvolvimento.

E aos meus amigos da universidade, que não nomearei pelo risco de esquecer algum.

Resumo

Santos, Richard Bryan Magalhaes; Paciornik, Sidnei; Augusto, Karen Soares. **Um sistema de análise de imagens para caracterização automática de microaglomerados de sinter feed.** Rio de Janeiro, 2018. 89p. Tese de Mestrado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

Os minérios, uma vez extraídos, passam por diversas etapas de beneficiamento antes que possam ser devidamente utilizados. Os finos de minérios que, ao final dessa etapa, não possuem a granulometria necessária para alimentar os fornos de redução, passam por processos de aglomeração para alcançá-la, como a pelletização e a sinterização, cujo material produzido em uma das etapas deste último processo é o foco do presente trabalho. Esses finos passam primeiramente por uma etapa de microaglomeração, que é fundamental para o processo, pois muitas das características e propriedades do sinter são função da estrutura do microaglomerado pré-tratamento térmico. Ela consiste numa mistura do *sinter feed* com água, fundentes e combustível sólido (coque). Existem 3 estruturas típicas para um microaglomerado: quasipartícula, micropelota e partícula não aglomerada. A presente dissertação desenvolveu uma rotina automática no programa de processamento e análise de imagens FIJI, baseada em processamento e análise de imagens do microaglomerado obtidas por microscópio ótico, que é capaz de identificar as partículas de diferentes granulometrias que compõem a amostra, e classificá-las quanto às 3 classes supramencionadas. Após a classificação, a rotina é capaz de extrair atributos dos objetos identificados (percentual de cada classe, circularidade média, espessura média), e analisar os núcleos das quasipartículas, classificando-os quanto à fase (hematita, magnetita, goethita e outros). Ademais, a rotina apresenta todos os dados já citados na forma de um relatório em pdf, que contém também uma listagem das quasipartículas e micropelotas em ordem crescente de tamanho. Essa rotina elimina a imprecisão e a subjetividade do operador humano, obtém medidas não realizáveis manualmente, permitindo prever características futuras do sinter de forma totalmente automática.

Palavras-chave

Processamento Digital de Imagens; Sinterização; Caracterização Automática.

Abstract

Santos, Richard Bryan Magalhaes; Paciornik, Sidnei (Advisor); Augusto, Karen Soares (Co-advisor). **An image analysis system for the characterization of sinter feed microclusters.** Rio de Janeiro, 2018. 89p. Tese de Mestrado – Departamento de Engenharia Química e de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro.

The ores, once extracted, undergo several stages of processing before they can be properly used. The fines of ores that, at the end of this stage, do not have the granulometry required to feed the reduction furnaces, pass through agglomeration processes to reach it, such as pelletizing and sintering. The material produced in one of the stages of the latter process is the focus of this work. These fines first go through a micro-agglomeration stage, which is fundamental to the process because many of the characteristics and properties of the sinter are function of the structure of the pre-heat treatment microcluster. It consists of a mixture of the sinter feed, water, fluxes and solid fuel (coke). There are 3 typical structures for a microcluster: quasiparticle, micropellet, and non-agglomerated particles. The present dissertation has developed an automatic routine in the FIJI image-processing program, based on optical microscope image processing and analysis, which is able to identify the particles of different granulometry that compose the sample, and classify them in the 3 classes mentioned above. After classification, the routine is able to extract attributes of the identified objects (percentage of each class, average circularity, average thickness), and to analyze the quasiparticle nuclei, classifying them as to the phase (hematite, magnetite, goethite and others). In addition, the routine presents all the data in the form of a pdf report, which also contains a listing of quasiparticles and micropellets in increasing order of size. This automatic classification eliminates the lack of reproducibility and subjectivity of the human operator, provides measures that would be untenable manually, allowing the forecast of the future characteristics of the sinter in a fully automatic fashion.

Keywords

Digital Imaging Processing; Sinterization; Automatic Characterization.

Sumário

1 Introdução	14
2 Objetivos	16
3 Revisão Bibliográfica	17
3.1. Processo de Sinterização	17
3.1.1. Estrutura do Microaglomerado e suas Consequências para a Qualidade do Minério	22
3.2. Processamento Digital de Imagens	27
3.2.1. Reconstrução Morfológica	29
3.2.2. Espessura Local	33
4 Materiais e Métodos	38
4.1. Preparação de Amostras	38
4.2. Microscópio Ótico	38
4.3. Microscópio Eletrônico de Varredura	39
4.4. Processamento Digital de Imagens	40
4.5. Microscopia Colocalizada	40
5 Resultados e Discussão	43
5.1. Descrição da Rotina	43
5.1.1. Classificação das Quasipartículas	43
5.1.2. Classificação dos Núcleos	69
5.2. Comparação com o MEV	73
5.3. Relatório	81
6 Conclusões e Trabalhos Futuros	86
7 Referências bibliográficas	88

Lista de figuras

Figura 1 – Diagrama dos materiais que compõem o <i>sinter-feed</i> e suas transformações ao longo do processo de sinterização. Adaptado de ⁴ .	21
Figura 2 – Diagrama do processo de sinterização, Adaptado de ⁶ .	22
Figura 3 – Descrição geral dos tipos e das características intrínsecas de partículas do <i>sinter feed</i> de minérios de ferro brasileiros e da estrutura ideal do microaglomerado produzido na etapa de aglomeração a frio. ³	23
Figura 4 – Exemplificação dos tipos de partículas que compõem o microaglomerado	24
Figura 5- Fluxograma padrão do processamento e análise digital de imagens. ⁸	27
Figura 6 – Exemplificação de uma borda (a) e um marcador (b).	30
Figura 7– Exemplificação do processo de interseção entre a zona de delimitação (a) e um marcador dilatado (b) resultando num marcador dilatado interior à borda (c).	31
Figura 8 – Resultados de repetidas execuções dos passos anteriores até o preenchimento da borda original.	31
Figura 9 – Esquema da reconstrução morfológica e como ela ajuda a encontrar objetos da máscara que possuem marcadores. Adaptada de ¹⁴ .	32
Figura 10 – Exemplificação dos conceitos de marcador máscara e camada aderente utilizados na função de reconstrução morfológica.	33
Figura 11 – Esquema que exemplifica a definição de espessura local. Para o ponto p, a esfera x é a maior esfera interna ao objeto que o contém. Logo a espessura local no ponto p deve ser proporcional ao raio r. ¹⁶	34
Figura 12 – Exemplo de um objeto circular binário de diâmetro conhecido de 50 pixels. ¹⁶	34
Figura 13 – Esquema representativo do mapa de distâncias euclidianas. A intensidade do ponto q será proporcional ao raio da maior esfera interna ao objeto que o tem no centro. ¹⁶	35
Figura 14 – Exemplo de um mapa de distâncias euclidianas para o objeto circular. Pontos mais internos têm valores de intensidade maior por estarem mais distantes das bordas. ¹⁶	35

Figura 15 – Esquema que exemplifica o critério de redundância do cume de distâncias. A esfera do ponto q1 está totalmente inscrita na esfera do ponto q2, portanto o ponto q1 não fará parte dos pontos do cume de distâncias do objeto. ¹⁶	36
Figura 16 – Exemplo do cume de distância para o objeto circular. ¹⁶	36
Figura 17 – Resultado final da espessura local para o objeto circular. Uma leitura da intensidade aponta para uma espessura de 48,83 mm, próxima do valor de 50 mm esperado. ¹⁶	37
Figura 18 – Imagem de um cano cilíndrico de dois diâmetros: 80 e 45 mm (a), projeção bidimensional binária da lateral do cano (b), mapa de distâncias euclidianas para a projeção binária (c), cume de distâncias para o cano (d), resultado da espessura local do cano (e), escala de cores para as imagens (f). De acordo com a escala é possível perceber que o procedimento acertou: o lado mais espesso do cano está branco (por volta de 80 mm), o lado mais fino está laranja avermelhado (entre 40 e 50 mm) e seria possível medir a intensidade/espessura da área de transição. Adaptado de ¹⁶ .	37
Figura 19 – Processo de peneiramento para a separação das granulometrias de partículas para o embutimento.	38
Figura 20 – Imagem representativa de pontos de rotação e divergência. ²¹	42
Figura 21- fluxograma simplificado do processo	43
Figura 22- figura original em tons de cinza.	44
Figura 23 – Imagem binária resultante da segmentação da etapa anterior.	45
Figura 24 – Imagem binária dos núcleos filtrados por tamanho. O núcleo destacado encontra-se fragmentado em 3 pedaços.	46
Figura 25 – Resultado da operação de fechamento sobre os núcleos. O núcleo antes fragmentado agora encontra-se contínuo.	47
Figura 26 – Resultado da operação de preenchimento de buracos após a operação de fechamento.	48
Figura 27 – Resultado da subtração na imagem original dos núcleos filtrados (partículas pequenas).	49
Figura 28 – Resultado da operação de dilatação sobre as partículas pequenas.	50
Figura 29 – Resultado da operação de reconstrução morfológica, onde apenas as partículas que tocavam os núcleos são extraídas.	51

Figura 30 – Resultado da erosão sobre a Figura 29 de modo a não superestimar a área da camada aderente.	52
Figura 31 – Resultado de uma nova reconstrução morfológica com a Figura 30, de modo a garantir a exclusão de qualquer objeto que possa ter sido formado na erosão (camada aderente).	53
Figura 32 – Subtração da camada aderente sobre as partículas pequenas, resultando nas micropelotas.	54
Figura 33 – Resultado das micropelotas com resquícios de processamento.	54
Figura 34 – Resultado das micropelotas após filtragem por tamanho.	55
Figura 35 – Camada aderente após a subtração da sua interseção com os núcleos.	56
Figura 36 – Mapa de distâncias euclidianas (MDE) realizado sobre a camada aderente.	57
Figura 37 – Resultado da filtragem por tamanho sobre a camada aderente de forma a eliminar a camada aderente ínfima das partículas não aglomeradas.	58
Figura 38 – Núcleos aderidos, encontrados através da reconstrução morfológica dos núcleos (máscara) com a camada aderente filtrada (marcador).	59
Figura 39 – Imagem original em tons de cinza de uma amostra de granulometria 2,83 mm.	60
Figura 40 – Subtração dos núcleos aderidos sobre os núcleos originais, resultando nas partículas não aglomeradas.	60
Figura 41 – Resultado das quasipartículas advindas de uma interseção entre a camada aderente e os núcleos.	61
Figura 42 – Resultado de uma filtragem por tamanho das quasipartículas.	62
Figura 43 – Resultado das quasipartículas após a operação de preenchimento de buracos.	63
Figura 44 – Imagem das quasipartículas, partículas não aglomeradas e micropelotas com código de cores para a amostra de granulometria de 4,76 mm.	66
Figura 45 – Imagem das quasipartículas, partículas não aglomeradas e micropelotas com código de cores para a amostra de granulometria de 2,83 mm.	67
Figura 46- Primeira parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.	68
Figura 47- Segunda parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.	68

Figura 48 - Terceira parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.	69
Figura 49 – Núcleos em tons de cinza obtidos pela interseção dos núcleos segmentados com a imagem original.	70
Figura 50 – Imagem de um núcleo e seu histograma. Observa-se claramente pelo histograma e pela segmentação que a fase de hematita é preponderante, sendo esse dessarte um núcleo de hematita	71
Figura 51 – Imagem de um núcleo e seu histograma. Observa-se claramente pelo histograma e pela segmentação que há quantidades consideráveis de todas as fases possíveis (não há fase preponderante), sendo esse dessarte um núcleo de síter.	71
Figura 52 – Imagem com a classificação de cada núcleo, onde os núcleos em magenta são de hematita; em vermelho, de goethita; em azul, de síter; e em amarelo, de outras fases.	72
Figura 53 – Mosaico em MO de uma amostra de granulometria 2,83 mm.	73
Figura 54 – Mosaico em MEV de uma amostra de granulometria 2,83 mm.	74
Figura 55 – Comparação entre uma imagem de MO e uma imagem de MEV. As partículas apontadas pelas setas vermelhas possuem pouco contraste com a resina no MO, e a partícula apontada pela seta azul apresenta pouco contraste com a resina no MEV.	75
Figura 56 – Análise elementar por EDS. Imagem dos elétrons retroespalhados (a), oxigênio (b), cálcio (c), carbono (d), ferro (e), silício (f).	76
Figura 57 – Análise elementar por EDS. Imagem dos elétrons retroespalhados (a), magnésio (b), ferro (c), cálcio (d), carbono (e), silício (f).	77
Figura 58 – Mosaico em MO de uma amostra de granulometria 1,00 mm	78
Figura 59 – Mosaico em MEV de uma amostra de granulometria 1,00 mm.	79
Figura 60 – Imagem em microscopia ótica com as fases identificadas pela MO (roxo), por MEV (azul) e a fase identificada pela análise de ambas (verde).	80
Figura 61 – Imagem em microscopia eletrônica de varredura com as fases identificadas pela MO (roxo), por MEV (azul) e a fase identificada pela análise de ambas (verde).	80
Figura 62- Primeira página do relatório.	82

Figura 63- Segunda página do relatório.	83
Figura 64- Relatório de média para 3 amostras de granulometrias diferentes de um mesmo caso	85

Lista de tabelas

Tabela 1 – Principais atributos a serem analisados dos microaglomerados, técnica de avaliação, e como influenciam no síter e no produto final da sinterização. ³	26
Tabela 2 – Fração de área, circularidade média e seu desvio padrão para as 3 classes de partículas para a imagem da Figura 23.	64
Tabela 3 – Tabela com os resultados da espessura média da camada aderente das quasipartículas por 3 diferentes métodos: razão entre a área da camada aderente e a área das quasipartículas, espessura média determinada pelo mapa de distâncias euclidianas ponderada pela área da partícula, e espessura média aritmética simples determinada pelo mapa de distâncias euclidianas.	65
Tabela 4 – Porcentagem das diferentes fases nos núcleos das quasipartículas para a imagem da Figura 52.	73

1

Introdução

Os minérios, uma vez extraídos, passam por diversas etapas de beneficiamento (para aumento no teor de ferro e modificação da granulometria, por exemplo) antes que possam ser devidamente utilizados.¹ Os finos de minérios que, ao final dessa etapa, não possuem a granulometria necessária para alimentar os fornos de redução passam por processos de aglomeração para alcançá-la, como a pelotização e a sinterização, cujo material produzido em uma das etapas deste último processo é o foco do presente trabalho.¹

A sinterização é um processo no qual os finos são elevados a altas temperaturas, podendo levar a uma mudança na estrutura microscópica do material, com o objetivo de obter uma peça sólida coerente. O pó do minério não é adequado para ser colocado diretamente no alto-forno. Dessa forma, é necessário que ele passe por um tratamento térmico e processos de aglomeração na presença de combustível sólido (como coque e carvão) e ligantes (como cal e calcário), obtendo assim uma maior granulometria para que obtenha as propriedades físicas e mecânicas apropriadas, podendo ser utilizado em altos-fornos para a produção de ferro gusa.^{1,2}

Esses finos passam primeiramente por uma etapa de microaglomeração, que consiste numa mistura num tambor onde se controla a velocidade de rotação e a adição de água, fundentes e combustível sólido (coque).³ A água melhora a homogeneização da mistura, ao passo que o combustível é adicionado para ajudar a atingir a temperatura necessária, pois a combustão desse material libera calor, o qual é utilizado como energia térmica no processo de sinterização.³

Existem 3 estruturas típicas para um microaglomerado: quasipartícula, micropelota e partícula não aglomerada. A quasipartícula ocorre quando as partículas de maior granulometria agem como nucleantes (partículas grossas originárias do minério ou de sinter de retorno), agregando em sua volta partículas

de granulometria menor (partículas mais finas do minério, fundentes e coque; chamada de camada aderente). A micropelota ocorre quando há a aglomeração de partículas de granulometria menor sem que haja um núcleo presente. A partícula não aglomerada ocorre quando uma partícula de granulometria maior não consegue nuclear uma camada aderente em sua volta. O microaglomerado passa posteriormente por um tratamento térmico para a aglomeração, tornando-se o sínter.

3,4

A etapa de microaglomeração é fundamental para o processo, pois muitas das características e propriedades do sínter são função da estrutura do microaglomerado pré-tratamento térmico.^{3,4,5}

A análise desse microaglomerado é realizada na Vale através de imagens de microscópio ótico de luz refletida operando em campo claro. Uma vez capturadas as imagens, um técnico analisa visualmente as características da amostra: a forma como os finos se aglomeraram (em quasipartículas, micropelotas ou se permaneceram não aglomeradas), as fases constituintes presentes e uma estimativa de sua proporção. Essas informações são utilizadas para caracterizar as amostras e também armazenadas de forma que, no futuro, possam ser correlacionadas com o comportamento apresentado pelo sínter no processo.

Tendo em vista a demora da análise individual das imagens (podendo levar horas), além da imprecisão e subjetividade de um operador que precisa estimar proporções de fases visualmente, ferramentas de caracterização de aglomerados de minério de ferro por processos automatizados baseados em processamento e análise de imagens vem sendo desenvolvidas ao longo dos anos, por meio de uma parceria entre o Grupo de Microscopia Digital e Análise de Imagens do Departamento de Engenharia Química e de Materiais (DEQM), da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio), e a Vale .

2

Objetivos

O trabalho em questão objetiva o desenvolvimento de uma rotina automática que seja capaz de analisar uma imagem de microscopia ótica de uma amostra de microaglomerado a frio e identificar: a maneira como os finos se aglomeraram e sua proporção (em quasipartícula, micropelotas ou se permaneceram não aglomeradas), a proporção das fases constituintes, medidas de forma das estruturas, e a espessura média da camada aderente das quasipartículas. Além disso, a rotina deve estar apta a produzir um relatório automatizado contendo todas as informações supracitadas.

3

Revisão Bibliográfica

3.1. Processo de Sinterização

É chamado de tratamento ou beneficiamento de minérios toda e qualquer operação que tenha como objetivo: alterar a granulometria do minério, modificar quimicamente as espécies presentes ou modificar a concentração relativa das mesmas (geralmente para aumentar o teor relativo da espécie de interesse).

Devido à impossibilidade de levar os finos dos minérios de ferro para o alto-forno, pois podem causar entupimento, torna-se necessária uma etapa de tratamento cujo objetivo é aumentar a granulometria desses finos. Ao conjunto de tratamentos que cumprem esse objetivo é dado o nome de aglomeração, que consiste em 2 principais processos: sinterização e pelletização.^{1,2} O processo escolhido depende da granulometria do fino a ser aglomerado, com finos de granulometria menor que 0,15 mm (*pellet feed*) sendo utilizados na pelletização, finos de granulometria entre 0,15 e 6,30 mm (*sinter feed*) sendo utilizados na sinterização. Esse último é o foco deste trabalho e, por isso, será explicado com mais detalhes a seguir.

A sinterização é um processo em que partículas de granulometria fina (*sinter feed*) são aglomeradas e misturadas a outras matérias primas, em especial combustíveis, e são submetidas a temperaturas elevadas que levam à combustão. Essa queima propicia diversas reações no estado sólido, em que não apenas ocorrem mudanças na estrutura dos minérios de ferro (redução de óxidos de ferro por exemplo), mas também ocorre a união de partículas da carga por fusão incipiente. Dessa queima ocorre o aumento efetivo da granulometria dos finos iniciais.^{1,2,6}

As matérias primas adicionadas ao *sinter feed* na etapa de mistura são:

- Minério de ferro – São as partículas de fina granulometria que deverão passar pelo processo para se tornarem uma peça sólida coerente. Não é uma matéria-prima homogênea, visto que existem diversos tipos de minérios de ferro com composições químicas diferentes que poderão estar presentes.^{1,2,6}

- Fundentes – São substâncias que permitem a diminuição do ponto de fusão da ganga (toda parte do minério que não pode ser aproveitada) e permitem a sua remoção. Dentre os principais fundentes que existem, pode-se destacar para este trabalho: calcário calcítico (CaCO_3), calcário dolomítico ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) e quartzo (SiO_2).^{1,2,6}
- Combustíveis – São as substâncias que sofrem a combustão no forno de sinterização. Ao criar um frente de combustão, removem a umidade da mistura, e propiciam uma união por caldeamento (solda) das partículas presentes, formando o sinter. Por exemplo: carvão e o coque.^{1,2,6}
- Materiais de geração interna – Materiais que são gerados em outros processos na usina e podem ser reaproveitados durante a sinterização. Esse reaproveitamento implica em economia de gastos e redução de impactos ambientais. Podem-se destacar: pó de alto forno, pó de coque, pó de carvão e escória de alto-forno.⁶

Dentre os minérios de ferro que são de interesse econômico para siderurgia, pode-se destacar para o presente trabalho:

- Hematita – É um trióxido de ferro (Fe_2O_3), sendo o mineral de ferro mais comum na indústria siderúrgica. Possui teoricamente 69,5% em peso de ferro (variando a depender das impurezas).⁶
- Magnetita – É um mineral com propriedades magnéticas. A sua fórmula química é Fe_3O_4 , que pode ser escrita como $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$, pois na verdade é uma mistura de ambos os óxidos de ferro II e III. Possui teoricamente 72,4% em peso de ferro (novamente variando a depender das impurezas).⁶
- Limonita – São um conjunto de óxidos-hidróxidos de ferro III ($\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$), onde as moléculas de água podem variar até 3. A limonita de maior importância para este trabalho é a goethita ($\alpha\text{-FeO}(\text{OH})$), pois a mesma aparece nas imagens de microscopia ótica.⁶

Na etapa de mistura, as partículas são adicionadas a um tambor com velocidade de rotação, tipos de revestimento, adição de água e fator de ocupação de maneira controlada.³ O resultado dessa etapa é uma estrutura de microaglomerado

que contém as partículas de *sinter feed*, além das matérias-primas supracitadas. Essa estrutura será amplamente discutida no item seguinte.^{1,2,6}

A mistura é levada a um forno onde ocorre a sinterização propriamente dita; a temperatura é elevada até 1200~1400°C, de modo que haja a combustão do carvão ou do coque. Durante essa queima ocorre eliminação na umidade e as partículas finas se unem por fusão incipiente, gerando peças sólidas coerentes, porosas e resistentes denominadas sínteres.^{1,2,6}

A queima do carvão é iniciada por maçaricos, formando uma frente de combustão que avança até o fundo da mistura. As partículas são então soldadas umas às outras por fusão incipiente, gerando uma grande massa de sínter.^{1,2,6}

Várias reações ocorrem durante a combustão, dentre as quais as mais importantes são⁶:

- Secagem: ocorre até 300° C
 - $\text{H}_2\text{O}_{(l)} \rightarrow \text{H}_2\text{O}_{(v)}$
- Desidratação: ocorre entre 400 a 500 °C
 - $\text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{CaO} + \text{H}_2\text{O}_{(v)}$
- Redução superficial do minério de ferro:
 - $3 \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CO} \rightarrow 2\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO}_2$
 - $\text{Fe}_3\text{O}_4 + \text{CO} \rightarrow 3\text{FeO} + \text{CO}_2$
- Decomposição de carbonatos: 750 a 1150° C
 - $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$
- Formação de silicatos: 600 a 1300° C
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3.\text{SiO}_2$
 - $2\text{CaO} + \text{SiO}_2 \rightarrow 2\text{CaO}.\text{SiO}_2$
 - $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{CO} \rightarrow 2\text{FeO}.\text{SiO}_2 + \text{CO}_2$
 - $2 \text{CaO}.\text{SiO}_2 + 2 \text{FeO}.\text{SiO}_2 \rightarrow 2(\text{CaO}.\text{FeO}.\text{SiO}_2)$
- Formação de Cálcio-ferritas: ocorre entre 600 a 1300° C
 - $\text{CaO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{CaO}.\text{Fe}_2\text{O}_3$
 - $\text{CaO} + 2\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{CaO}.2\text{Fe}_2\text{O}_3$
- Combustão do Coque: ocorre a 1300° C
 - $\text{C} + \text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$
 - $\text{C} + 1/2\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}$

- Formação da magnetita:
 - $6\text{FeO} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{Fe}_3\text{O}_4$

A massa de sinter é então levada para um britador primário para que haja uma redução do seu tamanho e as peças são posteriormente levadas a um resfriador. Durante o resfriamento podem ocorrer a oxidação de parte da magnetita primária/original para hematita secundária, bem como a reoxidação de parte da magnetita secundária (oriunda da redução da hematita durante a sinterização) para hematita.^{1,2,6}

Além disso, deve-se destacar que a fase fundida pode gerar hematita e/ou magnetita secundárias durante a combustão, e a magnetita originária dessa fase fundida também pode se oxidar para hematita durante o resfriamento.⁴

A Figura 1 exhibe mais detalhadamente as diversas fases geradas nesses processos.

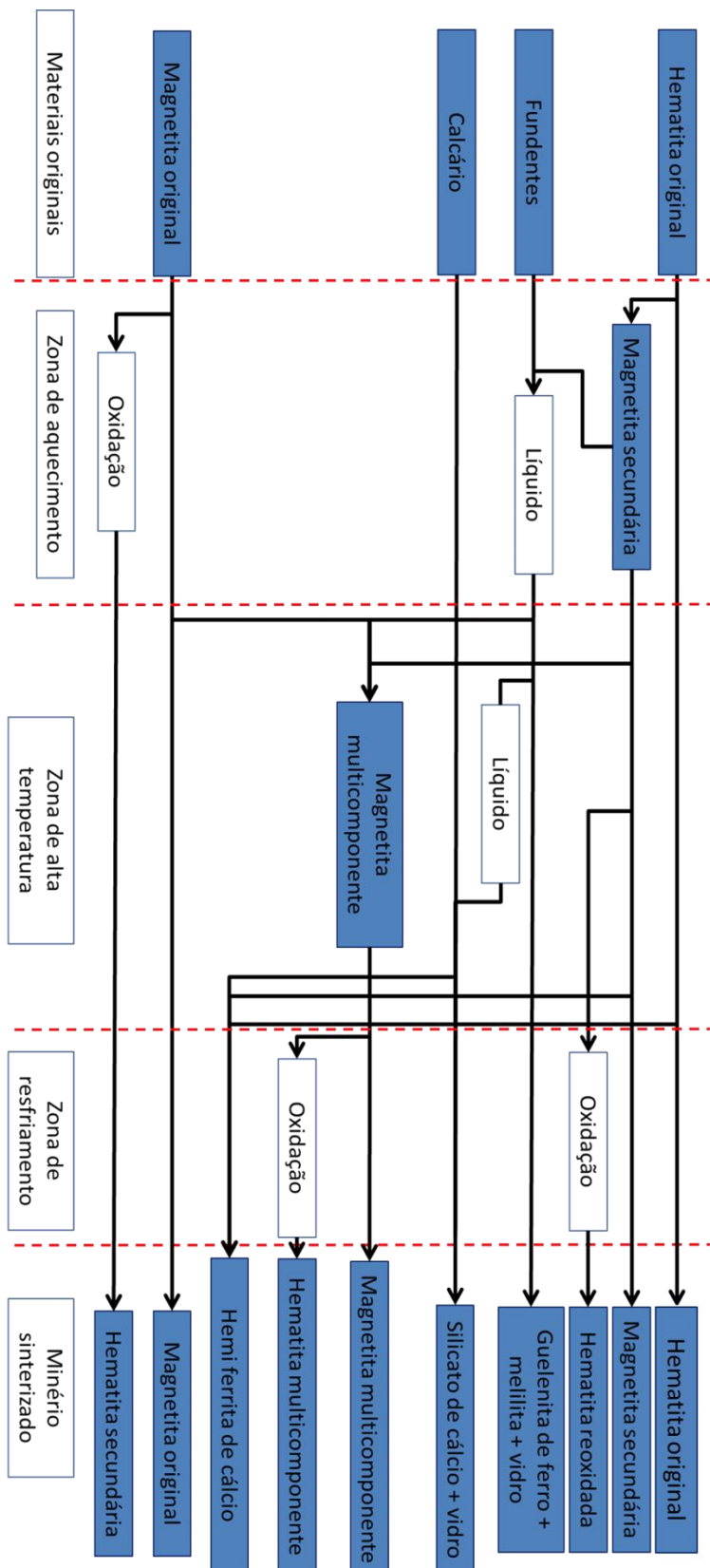


Figura 1 – Diagrama dos materiais que compõem o sinter-feed e suas transformações ao longo do processo de sinterização. Adaptado de ⁴.

Ao terminar o processo de resfriamento, as peças de sinter passam por uma peneira de 50 mm. As peças menores do que isso seguem para uma segunda peneira onde são separadas de acordo com sua granulometria, ao passo que as peças maiores passam por um segundo britador antes de seguirem para essa segunda peneira.

As peças de sinter de granulometrias diferentes seguem adiante para o alto-forno, ao passo que aquelas que continuam com uma granulometria muito fina tornam-se sinter de retorno. Dessa forma elas são reaplicadas no *sinter feed* de uma próxima sinterização.

Um diagrama do processo de sinterização pode ser observado na Figura 2.

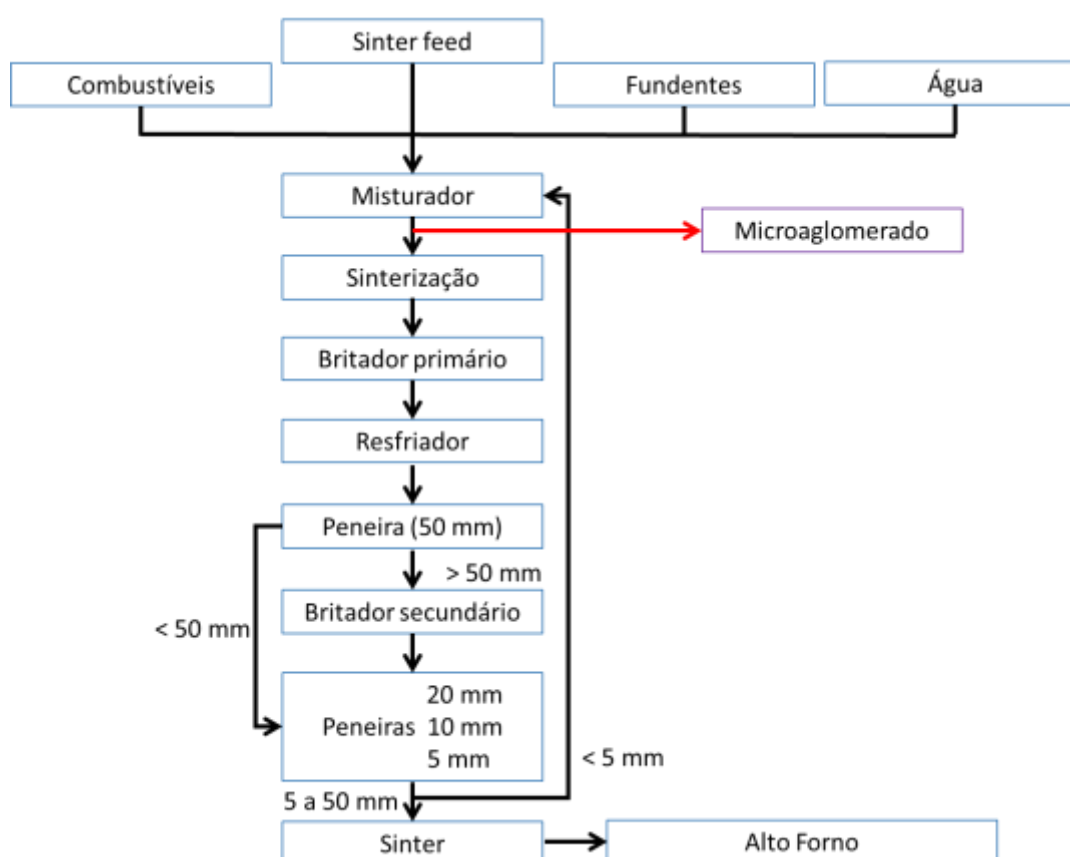


Figura 2 – Diagrama do processo de sinterização, Adaptado de ⁶.

3.1.1. Estrutura do Microaglomerado e suas Consequências para a Qualidade do Minério

A função de uma partícula no aglomerado é determinada por seu tamanho, onde partículas do *sinter feed* com tamanho acima de 0,7 mm são consideradas

como nucleantes; entre 0,7 mm e 0,2 mm como intermediárias e abaixo de 0,2 mm como aderentes.⁵ A Figura 3 ilustra a classificação mencionada.

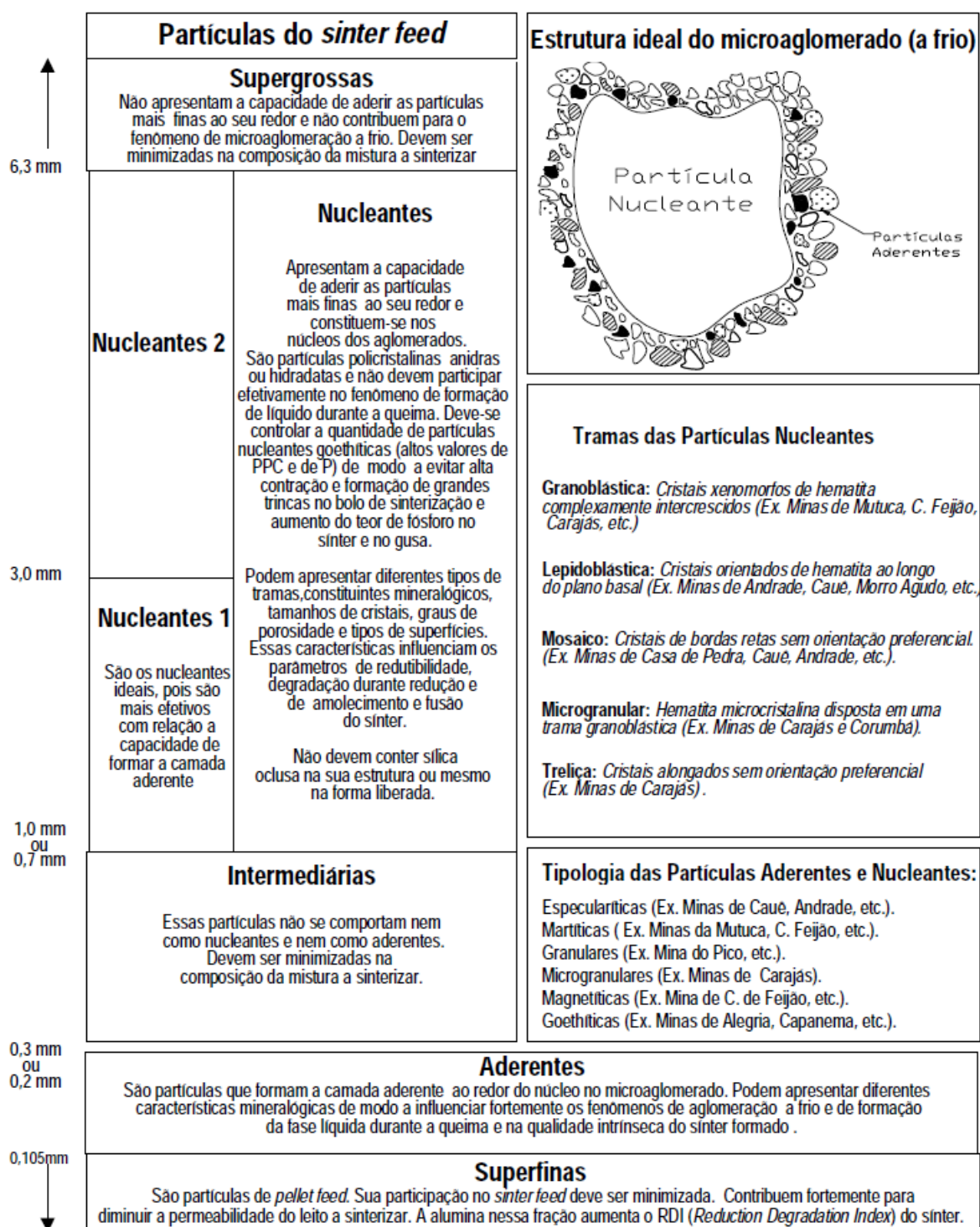


Figura 3 – Descrição geral dos tipos e das características intrínsecas de partículas do *sinter feed* de minérios de ferro brasileiros e da estrutura ideal do microaglomerado produzido na etapa de aglomeração a frio.³

O microaglomerado é constituído principalmente de 3 estruturas: quasipartículas, micropelotas e partículas não aglomeradas. As quasipartículas são as mais importantes para as características do sinter³, sendo compostas por partículas de granulometria mais grossa (as nucleantes da Figura 3), chamadas de núcleos, e partículas mais finas (as aderentes da Figura 3), chamadas de camada aderente. As micropelotas são estruturas de partículas mais finas que se aglomeram sem um núcleo. As partículas não aglomeradas são partículas de granulometria nucleante que, por alguma razão, não aglomeraram partículas finas ou aglomeraram muito pouco.

A distribuição de tamanho das partículas do microaglomerado depende diretamente das condições dos materiais originais e dos parâmetros do tambor. A Figura 4 contém imagens típicas obtidas por microscopia ótica exemplificando as estruturas citadas acima.

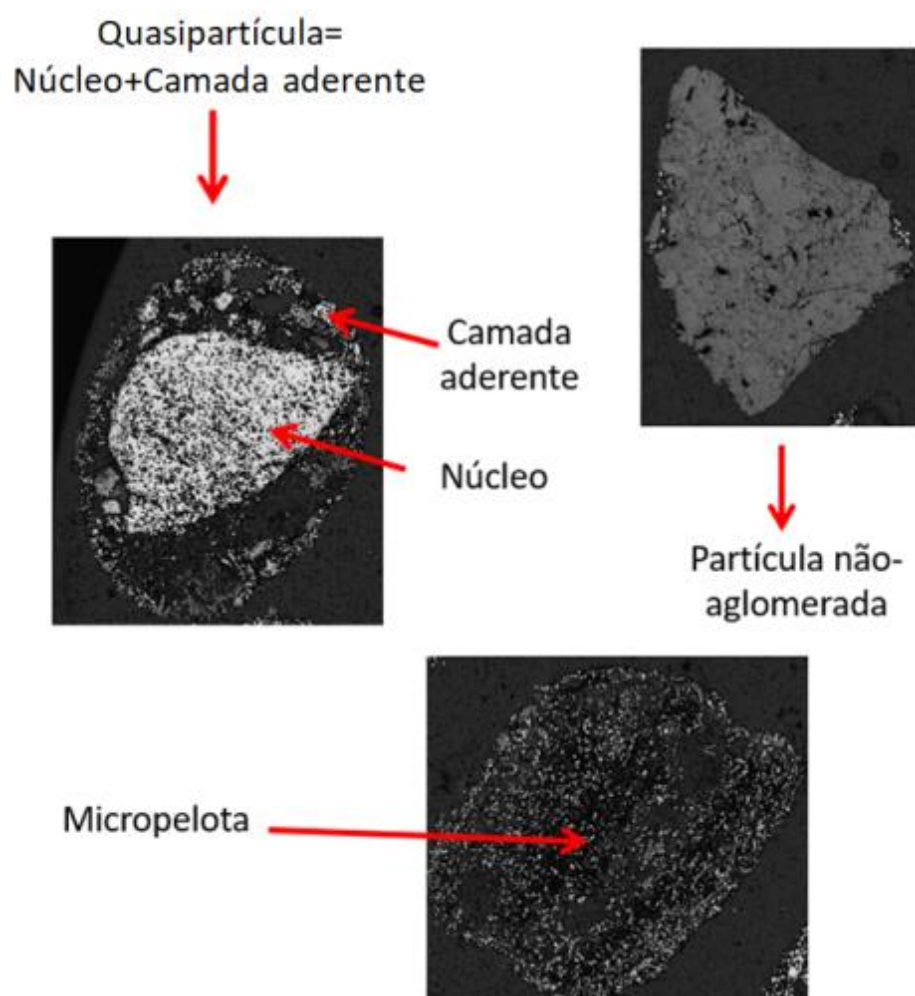


Figura 4 – Exemplificação dos tipos de partículas que compõem o microaglomerado

Conforme mencionado anteriormente, é sabido que as características do microaglomerado influenciam propriedades do síter ao final da sinterização^{3,4,5}, tanto no processo como um todo, como também em etapas específicas.

Dentre essas características dos microaglomerados pode-se elencar:

- Distribuição de tamanho das partículas;
- Espessura média da camada aderente;
- Fração de área das quasipartículas e micropelotas;
- Distribuição de diferentes fases nos núcleos e nas camadas aderentes;
- Presença de goethita;
- Tamanho dos cristais das partículas nucleantes, forma das quasipartículas e micropelotas;
- Fração de área de núcleos, partículas aderentes e partículas não aglomeradas.

No que tange o efeito da estrutura do microaglomerado sobre o processo como um todo, pode-se dizer que para que haja uma boa qualidade no processo, é necessário que o leito de sinterização seja permeável o suficiente para que o oxigênio fornecido possa ser consumido apropriadamente na queima do coque.^{3,5} Caso não haja núcleos suficientes, as partículas finas tenderão a se aglomerarem às partículas de coque, diminuindo a permeabilidade de oxigênio, dificultando a queima do coque, prejudicando o processo. Dessa forma o controle do número de partículas nucleantes é vital para o bom andamento da sinterização.³

Ao se solidificar, a fase derretida é aquela que une as diferentes partículas de nucleantes, o que significa que a distribuição de tamanho do granulado (partículas nucleantes e camada aderente) é outro parâmetro importante para o controle de qualidade do processo.³

Dentre as características específicas do síter influenciadas pela estrutura do microaglomerado, tem-se: microestrutura, porosidade, redutibilidade, IDR (Índice de Degradação por Redução), resistência, ponto de fusão, entre outros.^{3,4,5}

A Tabela 1 a seguir relaciona as características dos microaglomerados com as características do síter.

Tabela 1 – Principais atributos a serem analisados dos microaglomerados, técnica de avaliação, e como influenciam no síter e no produto final da sinterização. ³

Parâmetro de controle	Descrição	Influência no síter	Influência na sinterização
Constituintes mineralógicos das partículas aderentes, intermediárias e nucleantes	Caracterização mineralógica quantitativa das fases presentes por meio de microscopia ótica de luz refletida	Microestrutura, porosidade, redutibilidade, RDI, resistência, parâmetros de amolecimento, fusão e gotejamento	Afeta fortemente a eficiência da etapa de microaglomeração, rendimento da mistura, consumo de energia e produtividade do processo
Tamanho dos cristais das partículas nucleantes	Tamanhos extremos e moda dos valores por meio de microscopia ótica de luz refletida	redutibilidade	Afeta a qualidade metalúrgica e mecânica do síter
Trama das partículas nucleantes	Avaliação qualitativa por meio de microscopia ótica	RDI e redutibilidade	Afeta a qualidade metalúrgica e mecânica do síter
Forma e tipos de superfícies das partículas nucleantes, intermediárias e aderentes	Avaliação da forma via binocular e microscopia ótica de luz refletida	RDI e resistência	Afeta a qualidade metalúrgica e mecânica do síter
Porosidade total, forma e tamanho dos poros de partículas nucleantes	Grau de porosidade e tamanho dos poros via microscopia ótica de luz refletida e porosímetro de mercúrio	Resistência e redutibilidade	Afeta a qualidade metalúrgica e mecânica do síter
Relação % nucleantes/%aderentes, % intermediárias, e % de partículas acima de 1,0 mm (parâmetro granulométrico)	Avaliação por meio de análise granulométrica	Resistência, redutibilidade e RDI	Afeta a eficiência da etapa de microaglomeração a frio, permeabilidade do leito a sinterizar e produtividade do processo

3.2. Processamento Digital de Imagens

A técnica utilizada, em geral, para estudar a estrutura do microaglomerado é a microscopia ótica. Faz-se necessário desenvolver uma metodologia capaz de analisar as imagens resultantes e fornecer resultados quantitativos.⁷ Essa metodologia é composta de duas principais componentes: o processamento digital de imagens, que consiste no devido tratamento da imagem para subsequente análise; e a análise propriamente dita, em que informações quantitativas são extraídas da imagem tratada.⁷ O fluxograma da Figura 5 representa o esquema tradicional de processamento e análise de imagens, cujos passos serão explicados a seguir.

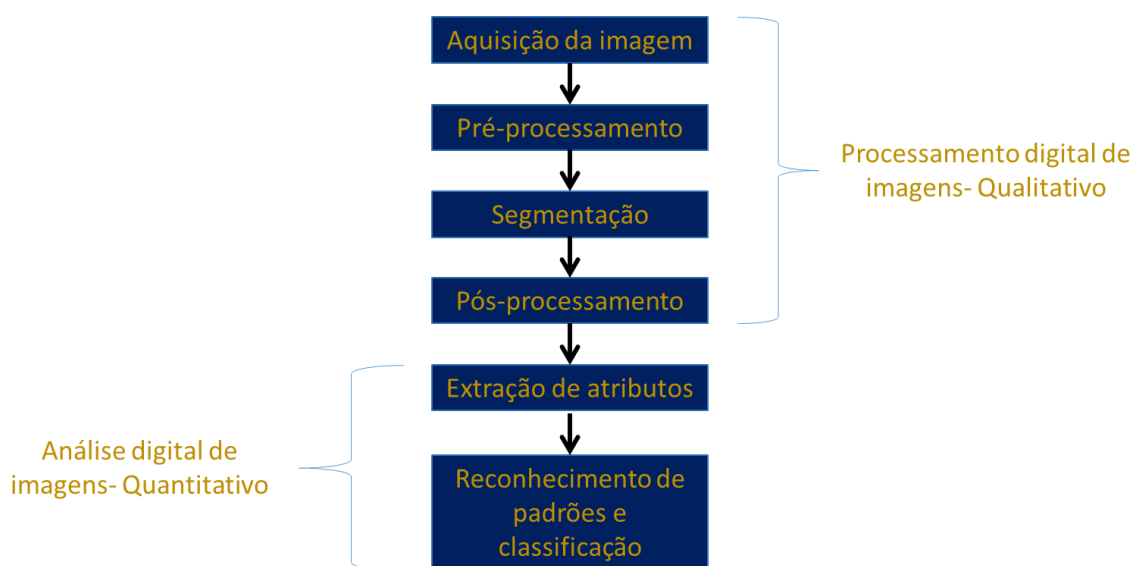


Figura 5- Fluxograma padrão do processamento e análise digital de imagens.⁸

A aquisição da imagem diz respeito à captura de imagens pelo microscópio ótico. O microscópio possui um detector de radiação eletromagnética na faixa do visível que é sensível à luz refletida pela amostra. Como materiais diferentes geralmente refletem em diferentes faixas do espectro visível, a imagem possui um contraste entre o fundo, a resina, as partículas, e inclusive algumas das fases que as compõem.^{7,8}

O pré-processamento corresponde a um tratamento prévio da imagem, com o objetivo de torná-la mais apropriada para a etapa de segmentação. Isso inclui: tratamento de ruído, melhora de contraste, ajuste de iluminação, entre outros.⁷ Apesar de ser uma etapa tradicional do fluxograma de processamento de imagens,

não é realizada neste trabalho, já que as imagens não apresentavam problemas típicos como ruído ou irregularidade de iluminação.

A segmentação é a etapa fundamental do processamento de imagens. A segmentação seleciona os objetos desejados, excluindo o fundo, e os transforma numa imagem binária; onde o fundo é representado por pixels pretos e os objetos selecionados, por pixels brancos. Existem diversos algoritmos de segmentação automática, mas o método utilizado neste trabalho consiste em escolher manualmente tons de cinza que delimitam a faixa tonal de cada fase presente nas amostras.⁷ Esta escolha manual é possível, e reprodutível, neste caso, graças à estabilidade das condições de aquisição das imagens. Estas condições são definidas pela intensidade e distribuição cromática da iluminação do microscópio, e nas condições de tempo de exposição e ajuste de branco da câmera digital empregada.⁹

O pós-processamento compreende todo o tratamento necessário após a segmentação para que se possa obter as medidas necessárias da imagem.⁸ Essa é a etapa mais longa e complexa da rotina. O programa reconhece apenas objetos formados por pixels contíguos como únicos. Dessa forma, fragmentos dos núcleos são considerados objetos diferentes, bem como as pequenas partículas que compõem as micropelotas e as camadas aderentes. Dentre as operações que ocorrem nessa fase pode-se destacar: filtragem por tamanho para a seleção de núcleos, operação de FECHAMENTO para conectar fragmentos de núcleos, dilatação das partículas pequenas para maior conectividade da camada aderente e micropelotas, além da operação que une os núcleos às camadas aderentes para se obter as quasipartículas (RECONSTRUÇÃO MORFOLÓGICA^{10,11}).

A extração de atributos é a etapa que fornece os resultados quantitativos sobre a imagem binária ou sobre a original em tons de cinza.^{7,8} Uma vez segmentados e propriamente processados todos os objetos de interesse, é possível utilizar o software para extrair informações desejadas sobre os mesmos, o que inclui: contagem de objetos, fração de área, parâmetros de forma, e até mesmo espessura da camada aderente.⁹

A última etapa do processo, o reconhecimento de padrões e classificação, compreende a análise e classificação automática a partir dos resultados obtidos até então.⁹ Uma vez analisados, o programa segue uma metodologia programada para

atribuir classificações aos objetos selecionados.⁸ No caso do projeto, trata-se da classificação de núcleos baseada na identificação das fases que o compõem que, como citado anteriormente, influenciam nas características que o sinter pode apresentar no futuro.

Embora haja uma extensa bibliografia acerca de análise de imagens de sinter^{12,13}, o mesmo não pode ser dito quanto à análise de imagens do microaglomerado. Sendo uma etapa pouco estudada da sinterização, este trabalho tem um caráter inovador ao analisar e classificar o minério de ferro dessa etapa.

O programa utilizado para o processamento de imagens foi o FIJI (FIJI Is Just ImageJ).¹⁴ O FIJI é um programa gratuito e de código livre, sendo um dos mais populares e disseminados no mundo. Inicialmente desenvolvido para ser utilizado por neurocientistas, com o desenvolvimento de novos plug-ins o programa expandiu sua funcionalidade.¹⁵ Por conta disso, o FIJI é utilizado hoje em diversas áreas da ciência que envolvem análise de imagens, como por exemplo a ciência dos materiais.¹⁴

3.2.1. Reconstrução Morfológica

A função de reconstrução morfológica, fornecida pelo *plugin* IJPB¹⁰, é um dos pontos centrais da rotina, pois identifica a camada aderente. Existem duas classes principais de partículas nas amostras; as de granulometria mais grossa e as de granulometria mais fina. As partículas finas que formam a camada aderente e as micropelotas têm a mesma granulometria e composição, sendo sua única diferença o fato de terem se agregado em torno de um núcleo ou não. Isso significa que a única maneira do programa diferenciá-las é analisar se cada grupo de partículas apresenta continuidade com um núcleo ou não.

O mesmo argumento pode ser feito para as partículas mais grossas; elas podem se dividir em núcleos ou partículas não aglomeradas. Ambas possuem a mesma composição e granulometria, diferindo apenas no fato de estarem fronteiriças a partículas menores ou não.

Um simples filtro de tamanho permitiria apenas separar as partículas em suas duas classes de granulometria. É a função de reconstrução morfológica que permite

analisar as fronteiras dos objetos escolhidos, permitindo uma classificação mais completa. É uma operação avançada que permite, através da operação de dilatação condicional, encontrar os objetos contínuos que fazem fronteira com os objetos desejados em imagens binárias. Uma vez encontrados os núcleos, é possível utilizar essa operação para encontrar a camada aderente da quasipartícula.

A dilatação condicional é uma operação que faz uso da operação de dilatação definida para o sistema, de uma borda que limitará a dilatação, de um objeto (chamado marcador) que dilatará e da operação AND.¹¹

Uma vez definida uma borda e um marcador (neste caso um pixel), conforme visto na Figura 6, obtém-se um inverso da imagem da borda. Essa região dentro da borda é chamada de zona de delimitação. Ocorre então a dilatação da semente e em seguida uma interseção (operação AND) com a zona de delimitação (Figura 7). O resultado é um objeto maior que o anterior, mas ainda confinado na zona de delimitação.

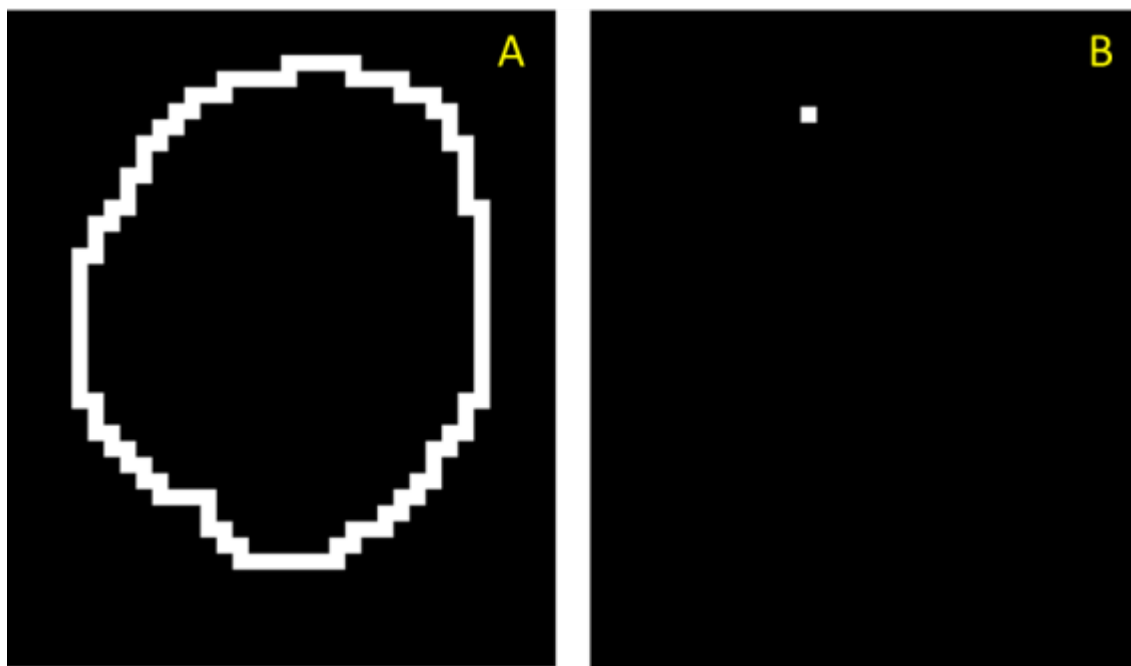


Figura 6 – Exemplificação de uma borda (a) e um marcador (b).

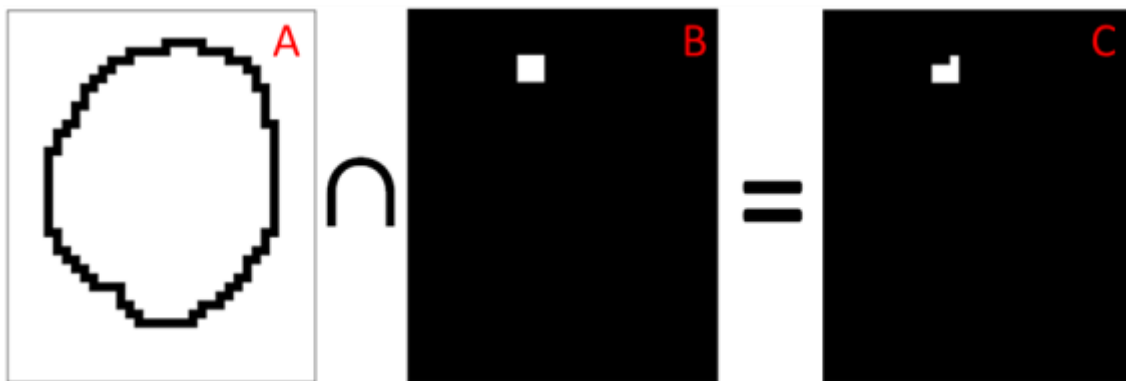


Figura 7– Exemplificação do processo de interseção entre a zona de delimitação (a) e um marcador dilatado (b) resultando num marcador dilatado interior à borda (c).

Ao ser repetido diversas vezes, o procedimento fará com que o marcador cresça gradualmente até ocupar toda a zona de delimitação. Quando a imagem gerada num passo do processo torna-se idêntica à do passo anterior, a dilatação condicional é concluída¹¹ (Figura 8).

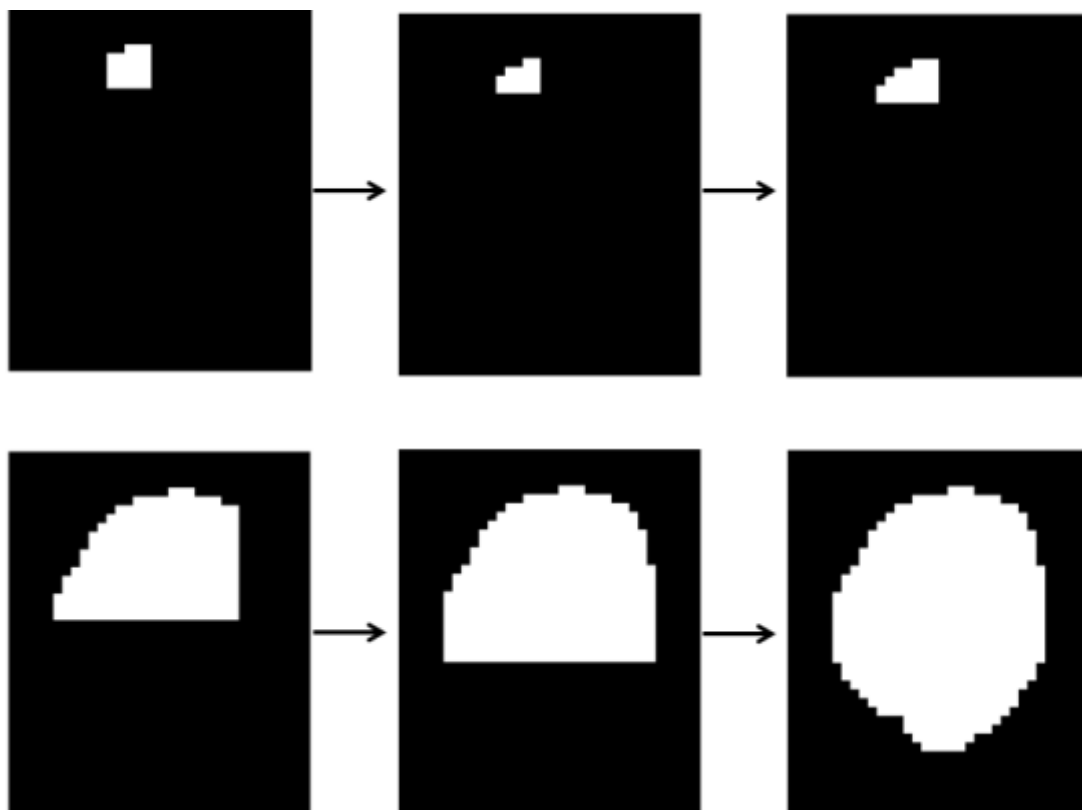


Figura 8 – Resultados de repetidas execuções dos passos anteriores até o preenchimento da borda original.

Muitas vezes não se trabalha com bordas, mas sim diretamente com os objetos dentro dos quais os marcadores dilatarão. Nesse caso, essa imagem é chamada de

máscara. Quando a máscara contém vários objetos dentro dos quais apenas alguns possuem marcadores, o resultado da construção morfológica será apenas os objetos contínuos que possuem marcadores, conforme visto na Figura 9.^{10,16}



Figura 9 – Esquema da reconstrução morfológica e como ela ajuda a encontrar objetos da máscara que possuem marcadores. Adaptada de ¹⁶.

Ao se usar a função de reconstrução morfológica e definir as imagens de máscara e marcador, a função automaticamente realiza uma operação de AND (interseção) entre ambas. Dessa forma garante-se um marcador sempre interno à máscara.¹¹

Devido a isso, é possível utilizar essa função para encontrar objetos de uma imagem que fazem fronteira com outros objetos. Por fazerem fronteira, a interseção entre a máscara e o marcador seria zero nesse caso, mas uma pequena dilatação do marcador garantiria a interseção necessária para o uso desta função. Na Figura 10, um exemplo dessa operação com o respectivo caso no processamento das quasipartículas.

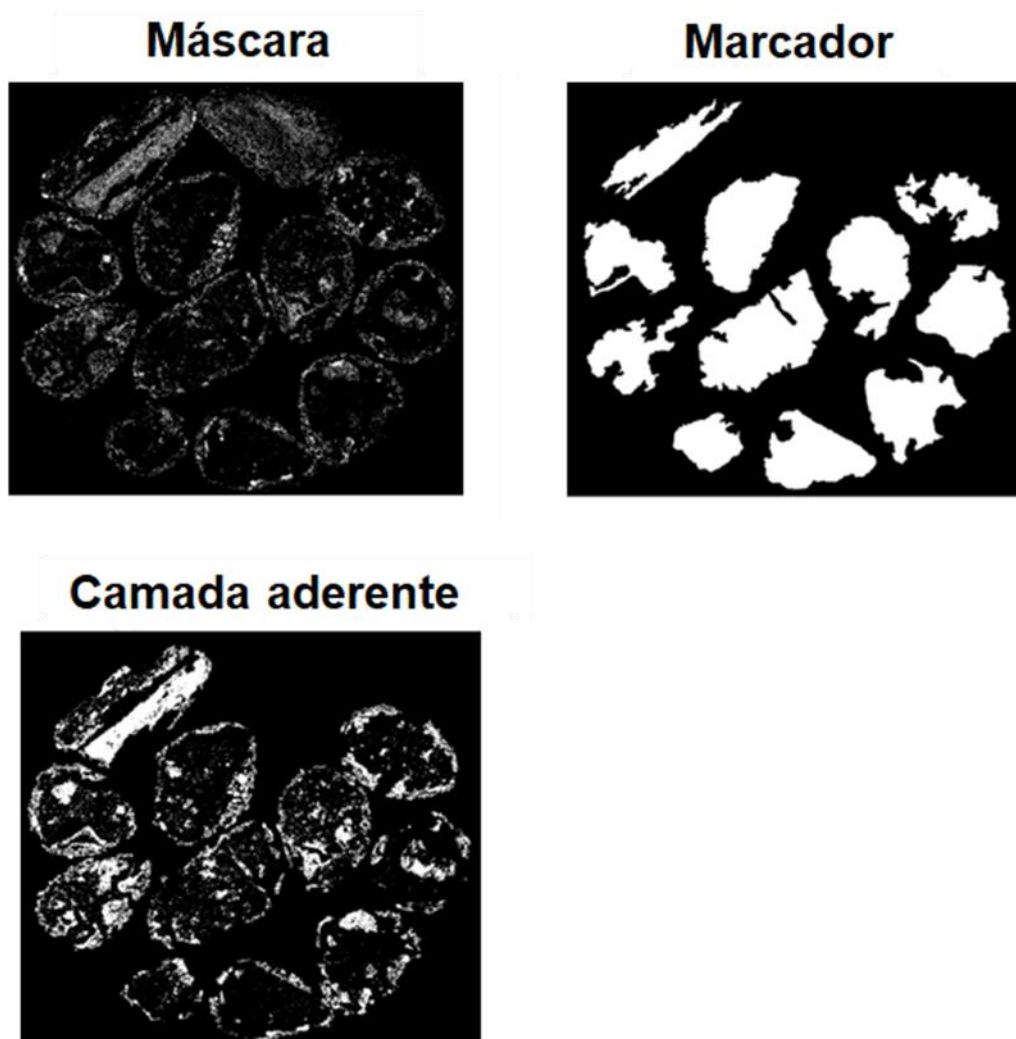


Figura 10 – Exemplificação dos conceitos de marcador máscara e camada aderente utilizados na função de reconstrução morfológica.

3.2.2. Espessura Local

O cálculo da espessura média da camada aderente é feito através de um *plugin* do ImageJ chamado *Local Thickness* (espessura local). A definição de espessura local de um ponto de um objeto é: o diâmetro da maior esfera interna ao objeto que contém o ponto (Figura 11). Embora seja intrinsecamente uma definição tridimensional, ela pode ser aplicada a objetos bidimensionais.^{17,18}



Figura 11 – Esquema que exemplifica a definição de espessura local. Para o ponto p , a esfera x é a maior esfera interna ao objeto que o contém. Logo a espessura local no ponto p deve ser proporcional ao raio r .¹⁸

Na Figura 12 pode-se observar um objeto circular de diâmetro de 50 pixels que será utilizado como exemplo.

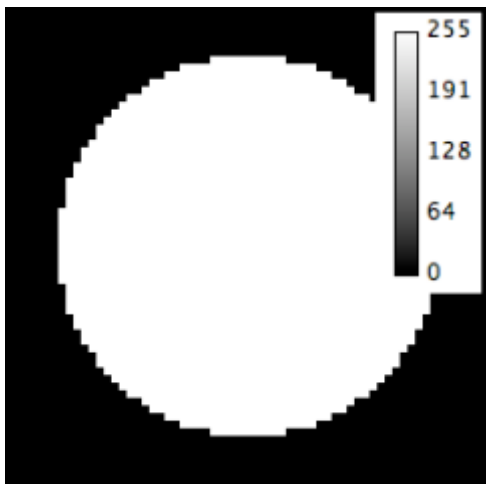


Figura 12 – Exemplo de um objeto circular binário de diâmetro conhecido de 50 pixels.¹⁸

O primeiro passo para calcular a espessura local de um objeto é calcular o mapa de distâncias euclidianas. O mapa consiste em atribuir a cada pixel de um objeto uma intensidade que é proporcional à sua distância até a borda. Uma definição possível seria: para cada ponto do objeto, a sua intensidade será proporcional ao raio da maior esfera q interior ao objeto centrada nesse ponto (Figura 13). Desde que calibrada à escala da imagem, a espessura média pode ser diretamente obtida da intensidade dos pontos analisados.^{17,18} Na Figura 14 pode-se observar o mapa de distâncias para o exemplo do objeto circular.



Figura 13 – Esquema representativo do mapa de distâncias euclidianas. A intensidade do ponto q será proporcional ao raio da maior esfera interna ao objeto que o tem no centro.¹⁸

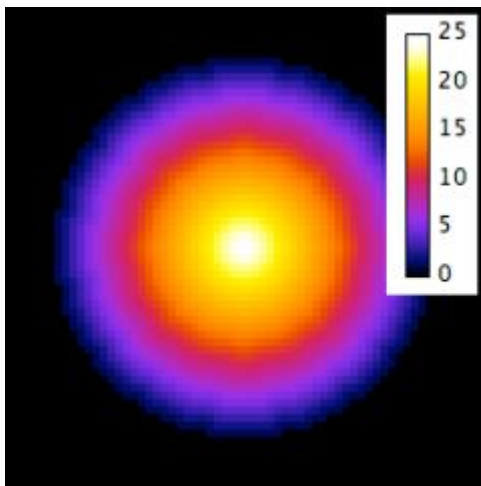


Figura 14 – Exemplo de um mapa de distâncias euclidianas para o objeto circular. Pontos mais internos têm valores de intensidade maior por estarem mais distantes das bordas.¹⁸

O segundo passo é encontrar os cumes de distância (*distance ridges*). Muitas das esferas utilizadas no mapa de distâncias são redundantes, pois estão inteiramente contidas em esferas de outros pontos. O objetivo desse passo é eliminar todos os pontos do mapa de distância cujas esferas são consideradas redundantes. Isso significa que apenas os pontos com esferas maiores (mais interiores) sobreviverão. Isso é necessário, pois apenas a distância até a borda dos pontos interiores está associada com a espessura do objeto. De fato, a espessura média de um objeto deve ser aproximadamente o dobro da distância até a borda dos pontos mais internos. O esquema pode ser visto na Figura 15, onde a esfera q_1 é claramente uma das esferas redundantes. O resultado dos cumes de distância pode ser observado na Figura 16.^{17,18}

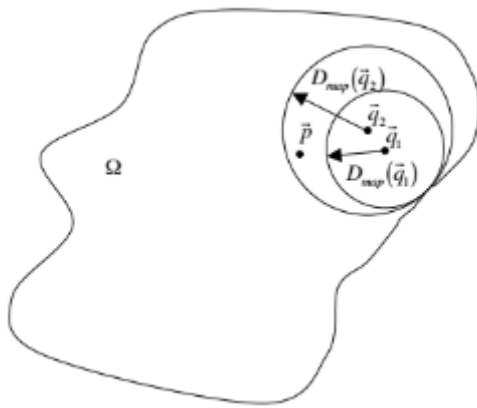


Figura 15 – Esquema que exemplifica o critério de redundância do cume de distâncias. A esfera do ponto q_1 está totalmente inscrita na esfera do ponto q_2 , portanto o ponto q_1 não fará parte dos pontos do cume de distâncias do objeto.¹⁸

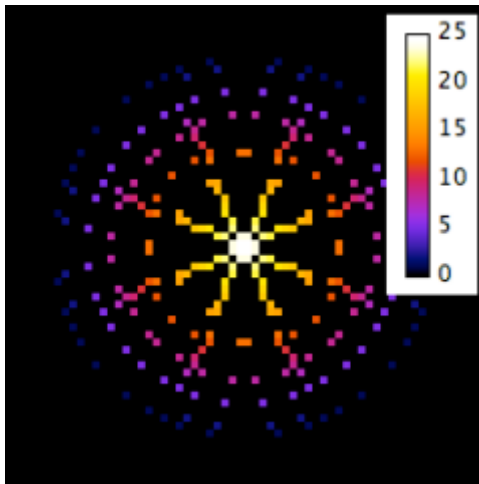


Figura 16 – Exemplo do cume de distância para o objeto circular.¹⁸

O último passo é a transição dos cumes de distância para a espessura local. Neste momento, a espessura local de cada ponto do objeto original é determinada encontrando-se a maior esfera q dos pontos do cume que engloba o ponto em questão. O resultado pode ser observado na Figura 17. Pela escala de cores e pela medição direta da intensidade, pôde-se chegar no resultado de 48,83 mm de diâmetro para o objeto circular, próximo do valor de 50 mm já esperado.^{17,18}

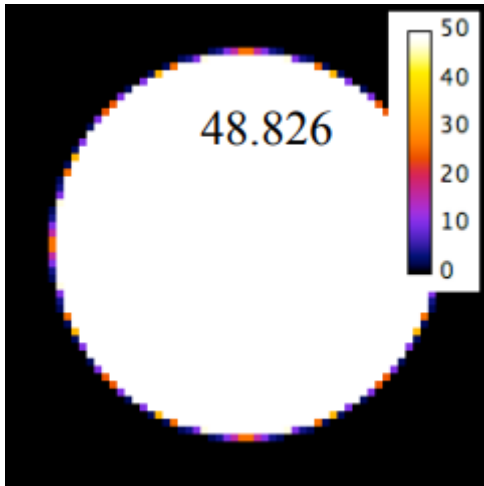


Figura 17 – Resultado final da espessura local para o objeto circular. Uma leitura da intensidade aponta para uma espessura de 48,83 mm, próxima do valor de 50 mm esperado.¹⁸

A Figura 18, mostra mais um exemplo do processo para um objeto cilíndrico com dois diâmetros: 80 mm e 45 mm. Pode-se observar pela escala de cores, que o procedimento de espessura local foi capaz de identificar ambos os diâmetros, bem como o diâmetro variável da área de transição.¹⁸

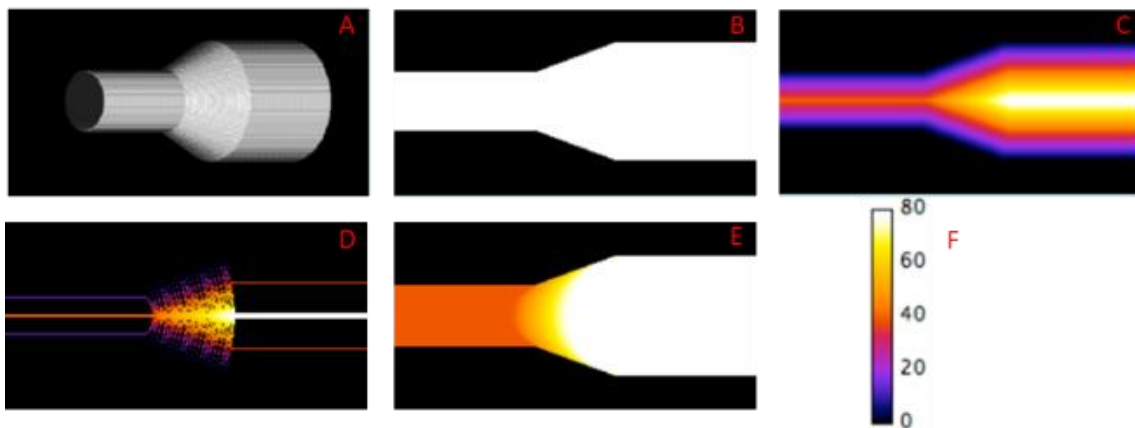


Figura 18 – Imagem de um cano cilíndrico de dois diâmetros: 80 e 45 mm (a), projeção bidimensional binária da lateral do cano (b), mapa de distâncias euclidianas para a projeção binária (c), cume de distâncias para o cano (d), resultado da espessura local do cano (e), escala de cores para as imagens (f). De acordo com a escala é possível perceber que o procedimento acertou: o lado mais espesso do cano está branco (por volta de 80 mm), o lado mais fino está laranja avermelhado (entre 40 e 50 mm) e seria possível medir a intensidade/espessura da área de transição. Adaptado de¹⁸.

4

Materiais e Métodos

4.1. Preparação de Amostras

O microaglomerado de minério de ferro foi embutido numa resina polimérica de acordo com a sua granulometria e subsequentemente cortado e polido. Dessa forma obteve-se uma superfície plana consideravelmente lisa, requisito para uma boa imagem de MO.

O procedimento de peneiramento para a separação de granulometrias pode ser visto na Figura 19. As classes de granulometria são: +4,76 mm -6,30 mm, +2,83 mm -3,36 mm, +1,00 mm -2,00 mm; as quais serão chamadas doravante para efeito de simplicidade de 4,76 mm, 2,83 mm, 1,00mm; respectivamente.

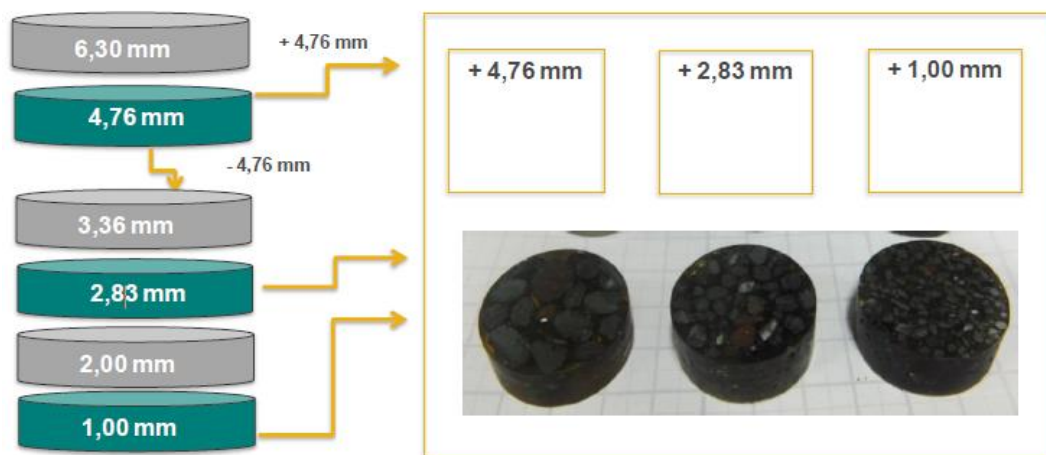


Figura 19 – Processo de peneiramento para a separação das granulometrias de partículas para o embutimento.

4.2. Microscópio Ótico

O microscópio ótico foi o método principal de aquisição de imagens da amostra para a rotina. O modo utilizado foi o de campo claro em que apenas os objetos que refletem a luz sem alterar muito a sua angulação conseguem refleti-la

de volta para lente.^{19,20} Objetos que refletem a luz de maneira difusa, como defeitos, por exemplo, e objetos que absorvem muito a luz aparecem escuros contra um fundo claro.^{19,20}

Essa é uma técnica tradicional de análise de minério de ferro. Dessa forma, as fases identificáveis e suas faixas de intensidade (brilho) já são bem conhecidas, assim como as fases que geralmente não são identificadas devido a uma coloração semelhante à da resina.

As imagens foram capturadas pela Vale com uma lente de 5X fornecendo um aumento total de $\approx 50X$. O microscópio ótico usado foi um Axio Imager Z2M. Foi utilizada a técnica de microscopia digital de campo estendido (ou mosaico), pois a amostra era muito maior do que o campo de captura da lente. O ajuste de iluminação foi feito criteriosamente de modo a sempre incluir a fase hematita na imagem base do ajuste, pois sendo a fase mais brilhante e estando sempre presente, o seu uso no ajuste garante a reprodutibilidade do ajuste em todas as amostras. A resolução das imagens, neste caso, foi de $2,05 \mu\text{m/pixel}$.

4.3. Microscópio Eletrônico de Varredura

Após as análises por MO as amostras foram preparadas para observação no microscópio eletrônico de varredura (MEV), com o depósito de uma fina camada de ouro. A função dessa camada é transformar a superfície isolante da resina polimérica em condutora, evitando o acúmulo de elétrons que comprometeria a qualidade da imagem.^{21,20}

O objetivo do uso do MEV foi enriquecer o conhecimento sobre as amostras analisadas, uma vez que o mesmo torna possível a identificação de fases que se confundem com a resina no MO. O MEV foi tratado como técnica complementar e a inclusão de suas imagens à rotina de análise não chegou a ser apreciada. O custo de operação do MEV inviabilizaria o seu uso rotineiro para captura de imagens das amostras, não tornando interessante a criação de uma rotina para a análise de suas imagens.

Os MEV's utilizados foram um FEI Quanta 400 no CETEM, e um Hitashi TM 3000 e um JEOL JSM-6510LV na PUC. O primeiro foi utilizado para uma

captura de um mosaico de forma a se obter uma imagem completa da amostra no modo de elétrons retroespalhados. O segundo e o terceiro foram utilizados para a captura de partículas específicas nos modos de elétrons retroespalhados e EDS.

O detector utilizado foi um detector de elétrons retroespalhados, que, da forma como foi operado, é pouco sensível à topografia da imagem. O contraste é dado pelo número atômico médio dos compostos em questão.^{21,20} Dessa forma, pixels mais claros referem-se a fases de número atômico maior e vice-versa.

4.4. Processamento Digital de Imagens

Foi utilizado o software livre de processamento de imagens FIJI para a elaboração da rotina, o que inclui uso de operações básicas como: segmentação por limiarização, operações morfológicas e medida de atributos. O software também disponibiliza as duas operações mais atípicas e importantes para o trabalho: a reconstrução morfológica e espessura local. Além disso, foram utilizadas funções de correlação entre imagens para a comparação entre MO e MEV.

4.5. Microscopia Colocalizada

Uma vez realizadas as microscopias ótica e eletrônica, é necessário comparar ambas as imagens. Devido às diferenças intrínsecas do campo de captura dos mosaicos, e à dificuldade de capturar ambas as imagens com os mesmos tamanho e rotação, torna-se necessário um processamento digital adicional para o alinhamento das imagens.^{23,25}

Para esse alinhamento, foi utilizado um *plugin* do ImageJ denominado Bunwarp. Ao receber duas imagens inicialmente desalinhadas e/ou deformadas, o software distorce e alinha a primeira de modo que se encaixar sobre a segunda, e também oferece o resultado distorcendo e alinhando a segunda de forma a se encaixar sobre a primeira.²³

O algoritmo para esse ajuste baseia-se na minimização de uma função de energia que mede o desajuste entre as imagens:

$$E = w_i E_{img} + w_u E_u + (w_d E_{div} + w_r E_{rot}) + w_c E_{cons} \quad (1)$$

Onde:

E_{img} – mede a dissimilaridade entre ambas as imagens

E_u - corresponde ao desajuste entre um grupo de pontos especiais e opcionais, que surgem quando o usuário informa ao programa pontos correspondentes entre as imagens.

$(w_d E_{div} + w_r E_{rot})$ - é o termo de regularização onde:

E_{div} – corresponde à introdução de pontos de divergência durante a deformação elástica

E_{rot} - corresponde a introdução de pontos de rotação durante a deformação elástica

E_{cons} - termo de consistência geométrica entre as deformações elásticas em ambas as direções (deformando a imagem A até a B e deformando a imagem B até a A).

Os pesos w de cada energia são parâmetros controlados pelo usuário de modo a otimizar o processo:

w_u - Ao aumentar esse valor, o usuário obriga a deformação a alinhar o conjunto de pontos escolhidos.

w_i - Controla a diferença entre os valores dos pixels das duas imagens

w_d e w_r - ao aumentar esses valores, o usuário penaliza a introdução de pontos de divergência ou rotação (Figura 20) no vetor de deformação elástica.

w_c - Ao aumentar esse peso, o usuário aumenta a consistência geométrica dos campos de deformação. Dessa forma a transformação da imagem A para a B se torna mais próxima do inverso da transformação de B para A.

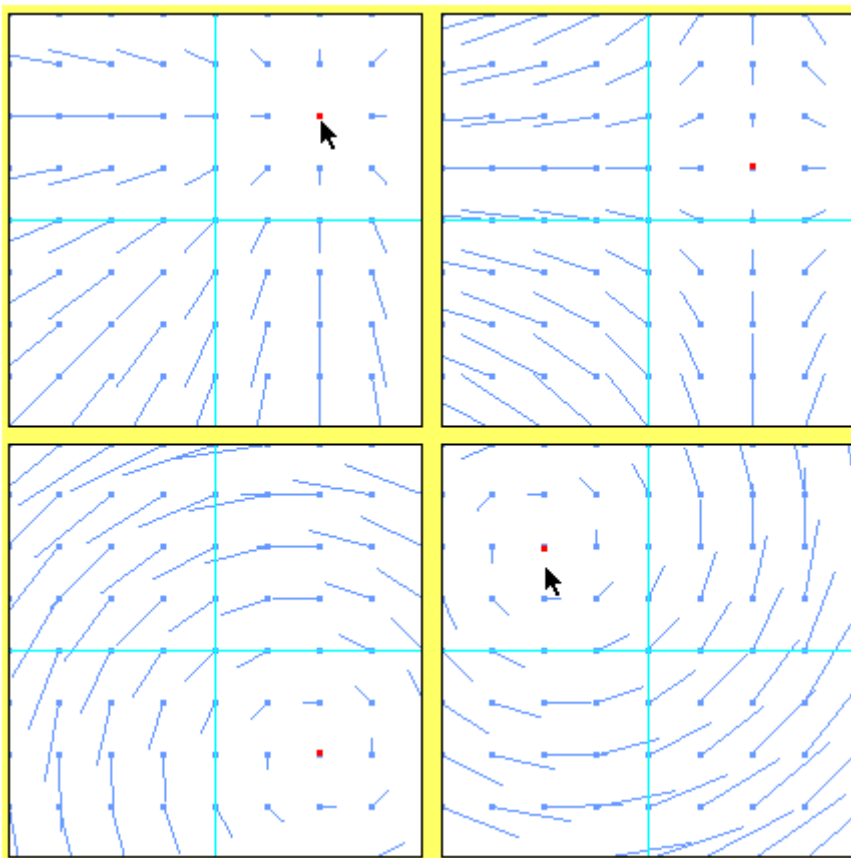


Figura 20 – Imagem representativa de pontos de rotação e divergência.²³

A otimização desse processo é realizada através do método de Levenberg-Marquardt, utilizado para resolução de problemas de mínimos quadrados não lineares. Assim como muitos desses algoritmos, ele encontra um mínimo local que não necessariamente é global, porém é robusto suficiente para encontrar uma solução mesmo quando “começa” longe de qualquer mínimo.²³

5 Resultados e Discussão

5.1. Descrição da Rotina

5.1.1. Classificação das Quasipartículas

A Figura 21 exibe um fluxograma simplificado do processo.

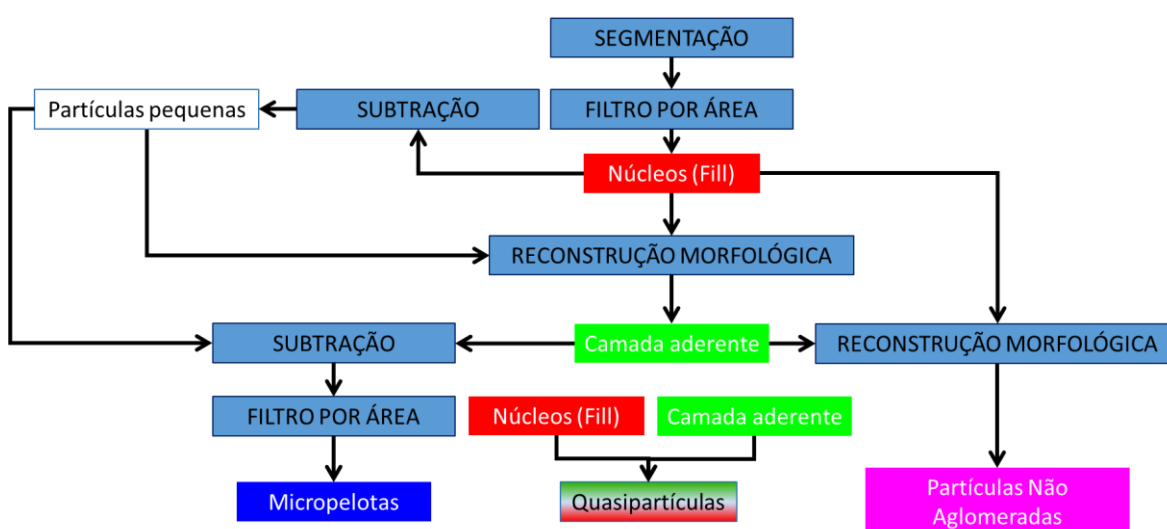


Figura 21- fluxograma simplificado do processo

O primeiro passo da rotina ao analisar a imagem é convertê-la de uma imagem RGB (colorida) para uma 8-bit (tons de cinza). Isso é feito pois é significativamente mais simples segmentar uma imagem em tons de cinza do que uma colorida. Haja vista que praticamente todos os objetos da imagem colorida estão em diferentes tons de cinza, não há perda significativa de informação nesse processo. Ademais uma imagem em tons de cinza é 3 vezes mais leve, o que agiliza o processo computacional.

Aplica-se então uma escala à imagem baseada nas condições de captura. No caso de todas as amostras estudadas neste trabalho, a escala equivale a 2,05 $\mu\text{m}/\text{pixel}$. A imagem é posteriormente duplicada de modo a preservar-se a imagem original para o relatório gerado ao final.

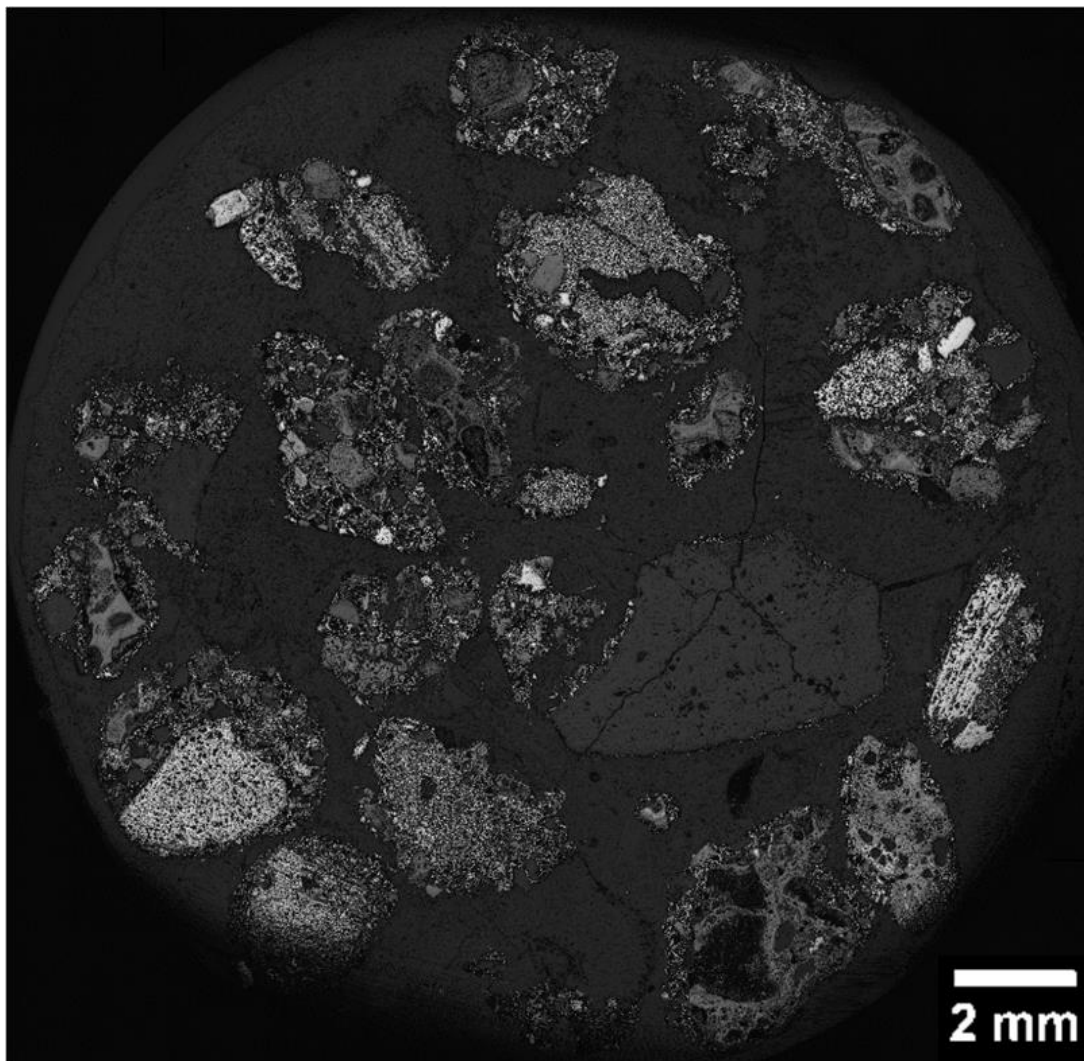


Figura 22- figura original em tons de cinza.

A imagem é segmentada pela técnica de segmentação por tons ⁷, sendo utilizada a faixa de tons de 48 até 255. Ao se observar o histograma da imagem (Figura 23), percebe-se a existência de dois picos proeminentes. O primeiro, mais alto, refere-se ao fundo negro da imagem, enquanto que o segundo, mais baixo, se refere à resina. O objetivo desta etapa é segmentar o máximo de objetos possíveis excluindo a resina. Dessa forma o limite de 48 foi escolhido por ser o número mais baixo (garantido uma ampla faixa de segmentação) antes do pico da resina. Caso um número menor fosse escolhido, pixels da resina seriam segmentados e atrapalhariam o restante do processo.

Na Figura 23 observa-se, como resultado da etapa anterior, a imagem binária segmentada.

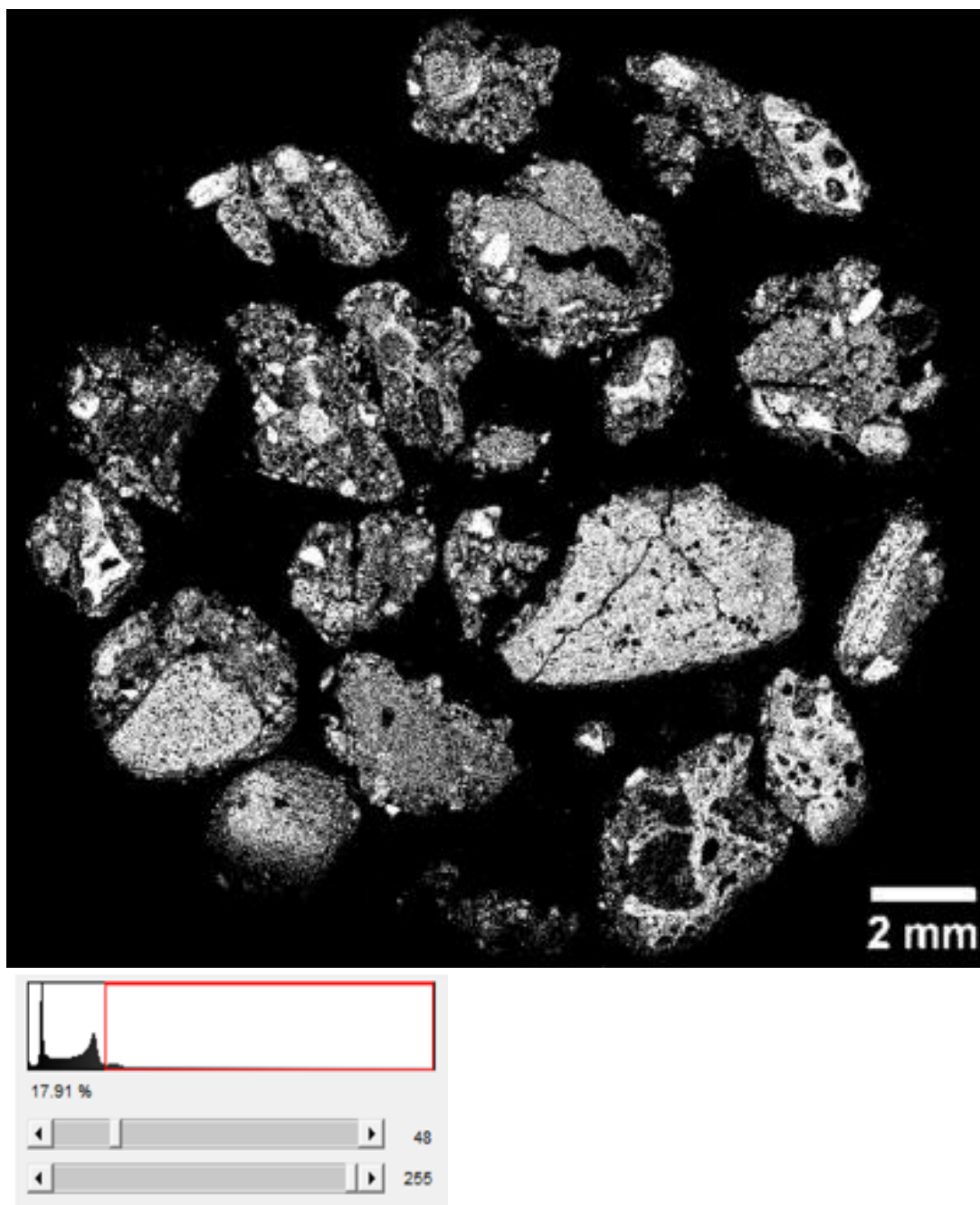


Figura 23 – Imagem binária resultante da segmentação da etapa anterior.

Sabendo-se que as partículas segmentadas se dividem em duas classes principais (partículas nucleantes e partículas aderentes) em consequência dos seus tamanhos, é realizada uma filtragem das partículas por um tamanho mínimo para que se extraiam os núcleos das quasipartículas. Esse tamanho mínimo varia em cada granulometria e deve ser menor do que o tamanho mínimo de núcleo de fato, pois muitos núcleos encontram-se fragmentados.

É importante frisar que muitos núcleos que um operador classificaria como um objeto único podem estar fragmentados para o programa devido a uma descontinuidade de pixels. Essa descontinuidade pode ocorrer devido à falha na segmentação de fases com tonalidade próxima da resina (o que deixa “buracos” na imagem) ou devido a fraturas reais no objeto. Ademais é possível o caso de mais de um núcleo numa mesma quasipartícula.

A Figura 24 exibe o resultado dessa filtragem e ilustra a situação em que, devido a uma fratura, o mesmo núcleo está separado em 3 fragmentos.

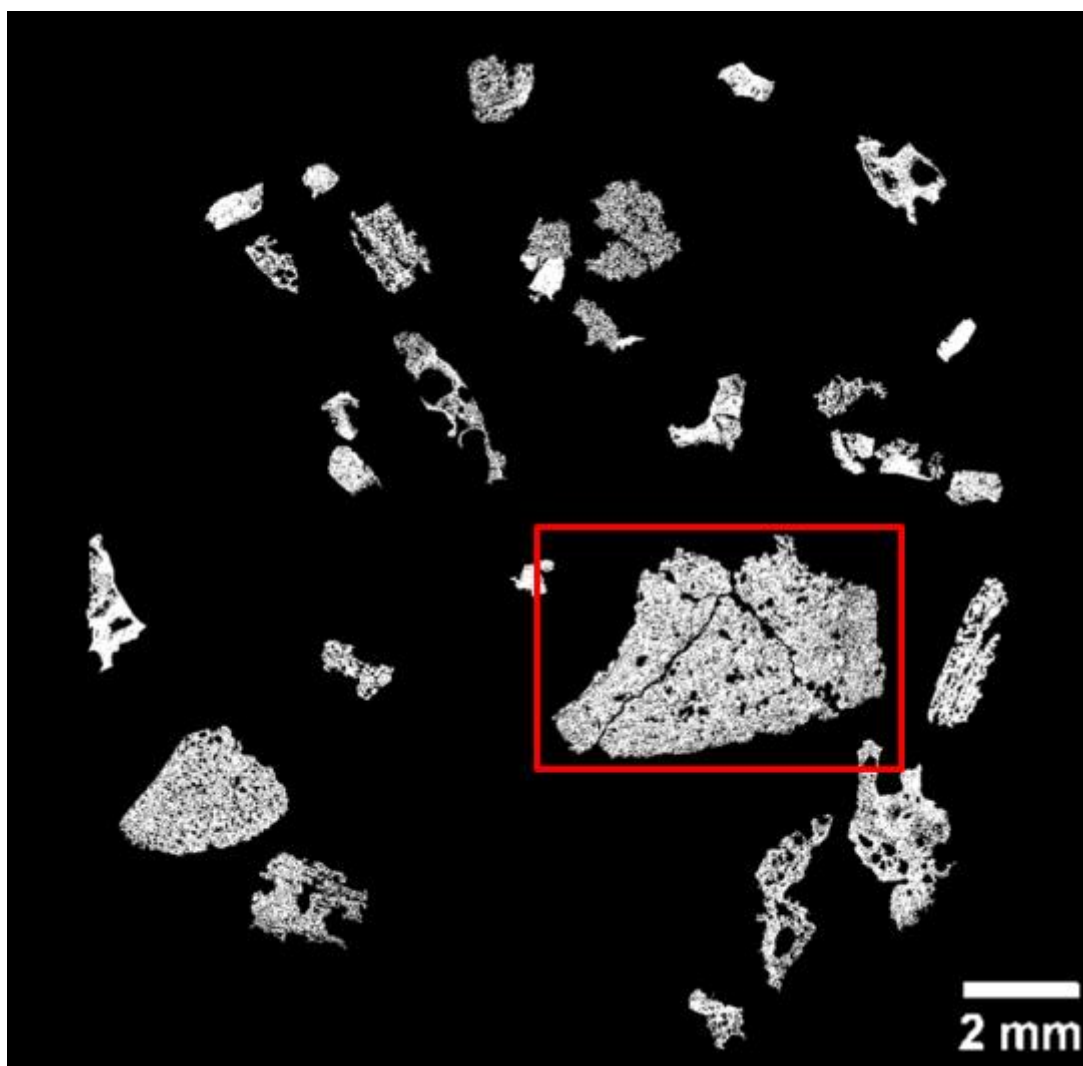


Figura 24 – Imagem binária dos núcleos filtrados por tamanho. O núcleo destacado encontra-se fragmentado em 3 pedaços.

Para unir fragmentos de um mesmo núcleo e preencher buracos dentro dos mesmos, é realizada uma operação de fechamento (dilatação seguida de erosão ⁷). O resultado pode ser observado na Figura 25, enquanto que a partícula fragmentada pode ser observada unida. Ao fim é realizada uma operação de preenchimento de buracos, cujo resultado pode ser observado na Figura 26.

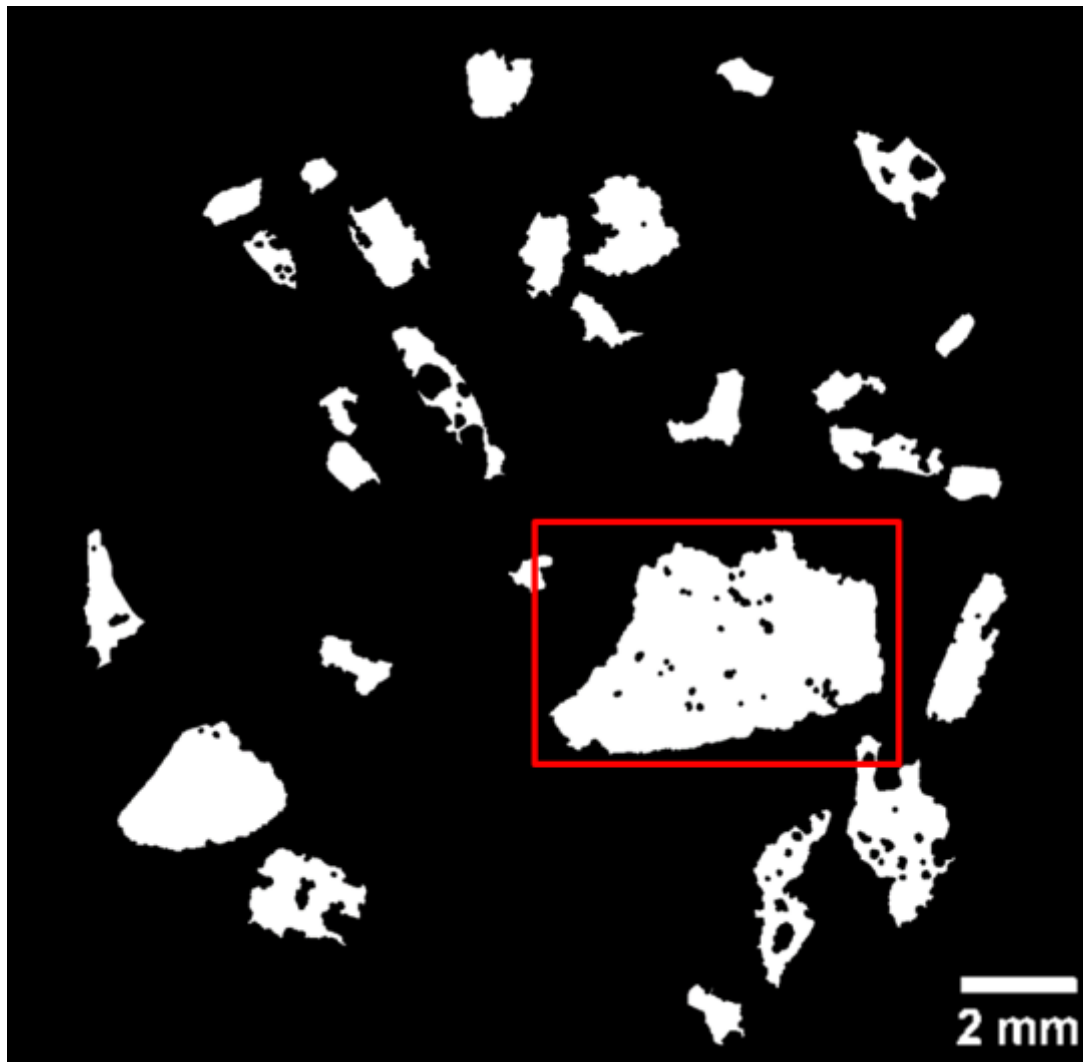


Figura 25 – Resultado da operação de fechamento sobre os núcleos. O núcleo antes fragmentado agora encontra-se contínuo.

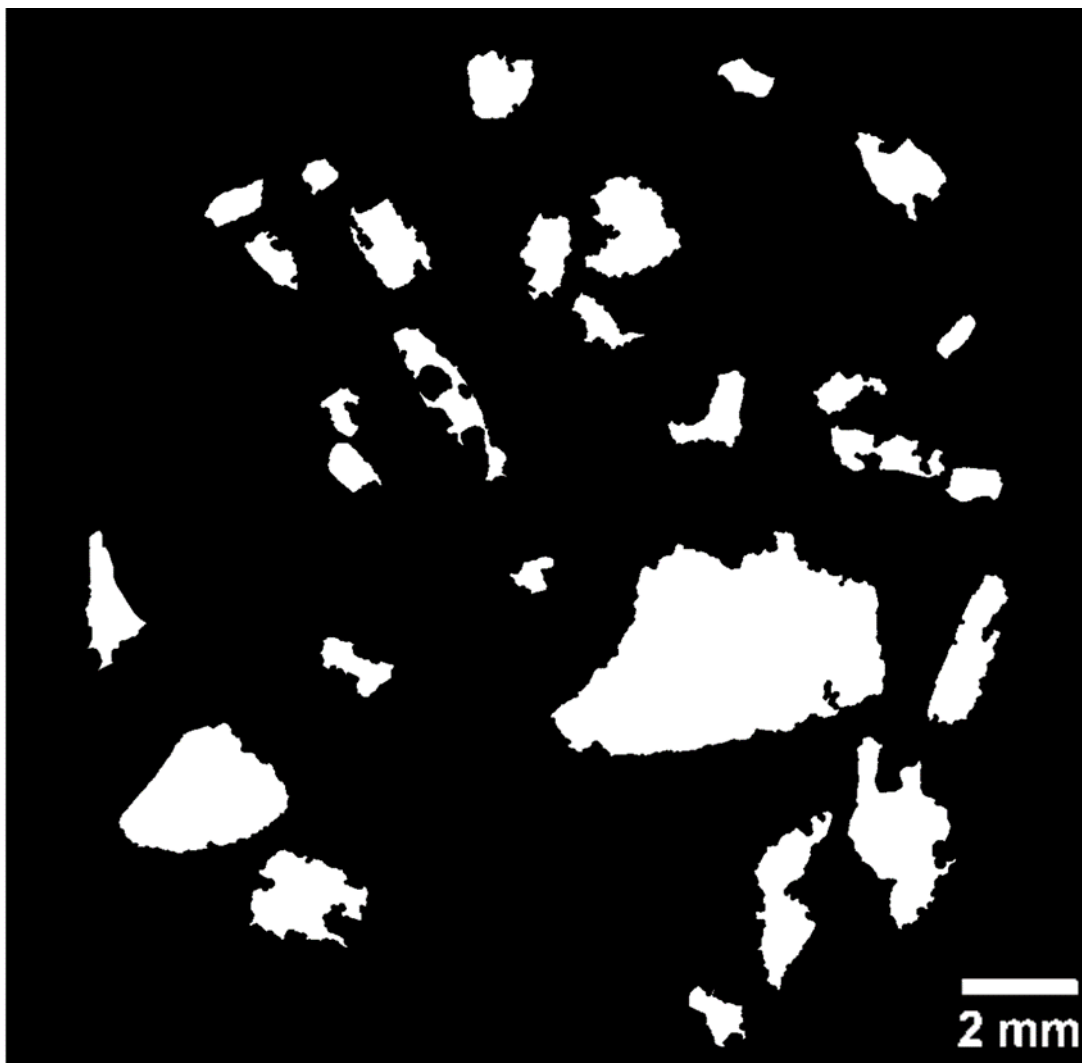


Figura 26 – Resultado da operação de preenchimento de buracos após a operação de fechamento.

É realizada uma operação de subtração, onde se subtrai da imagem binária original (Figura 23) os núcleos obtidos da Figura 26. O resultado (Figura 27) são todas as partículas de granulometria pequena que podem constituir camadas aderentes ou micropelotas.

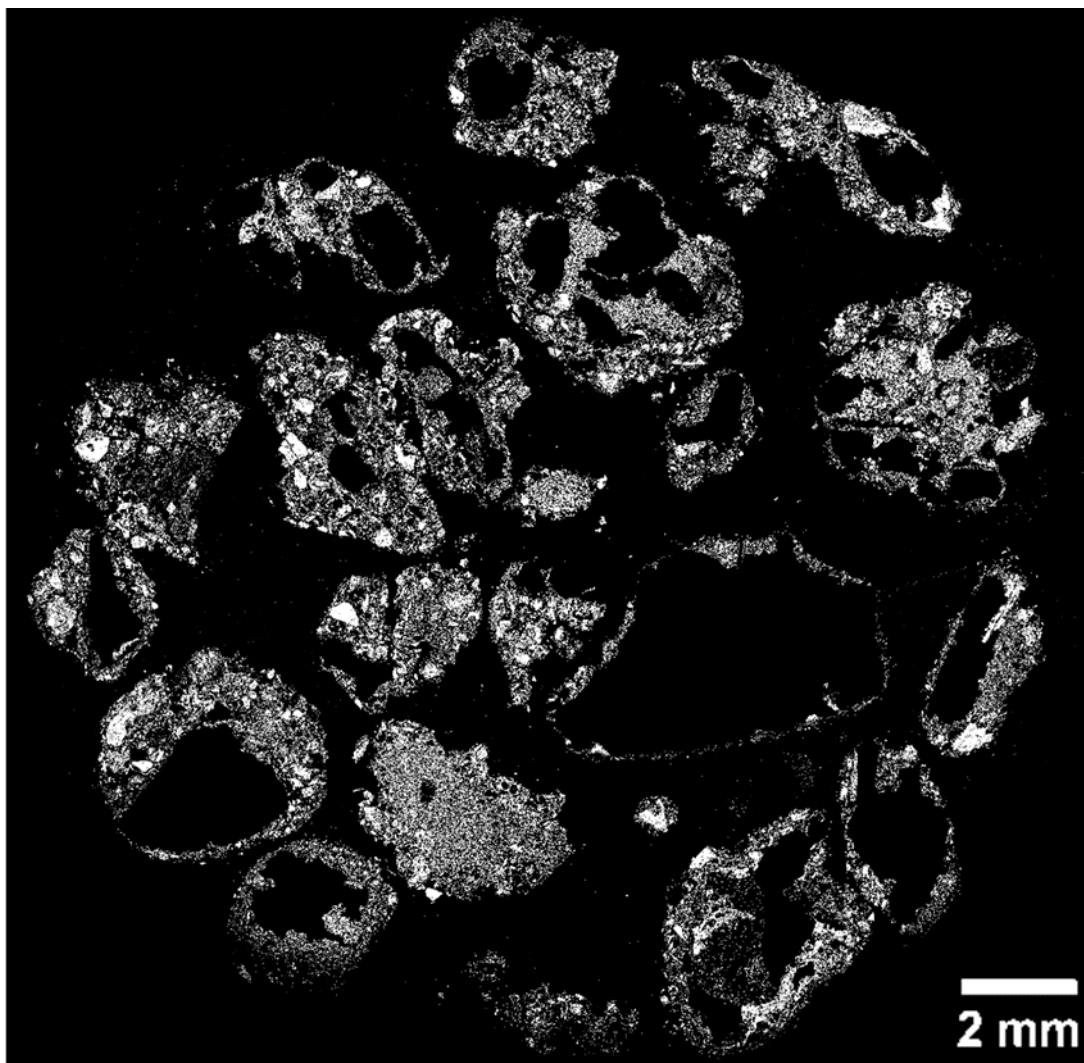


Figura 27 – Resultado da subtração na imagem original dos núcleos filtrados (partículas pequenas).

As partículas pequenas passam por uma operação de dilatação de modo a se tornarem objetos contínuos (Figura 28) aptos a serem identificados pela operação de reconstrução morfológica. Uma vez identificadas pela reconstrução morfológica (Figura 29), elas passam por uma erosão para que sua área não seja superestimada (Figura 30). Elas, então passam por uma nova reconstrução morfológica para garantir que pedaços que se desconectaram durante a erosão sejam eliminados (Figura 31).

A dilatação é realizada em vez do fechamento para garantir a continuidade dos objetos, sendo a erosão feita numa proporção menor do que a dilatação.

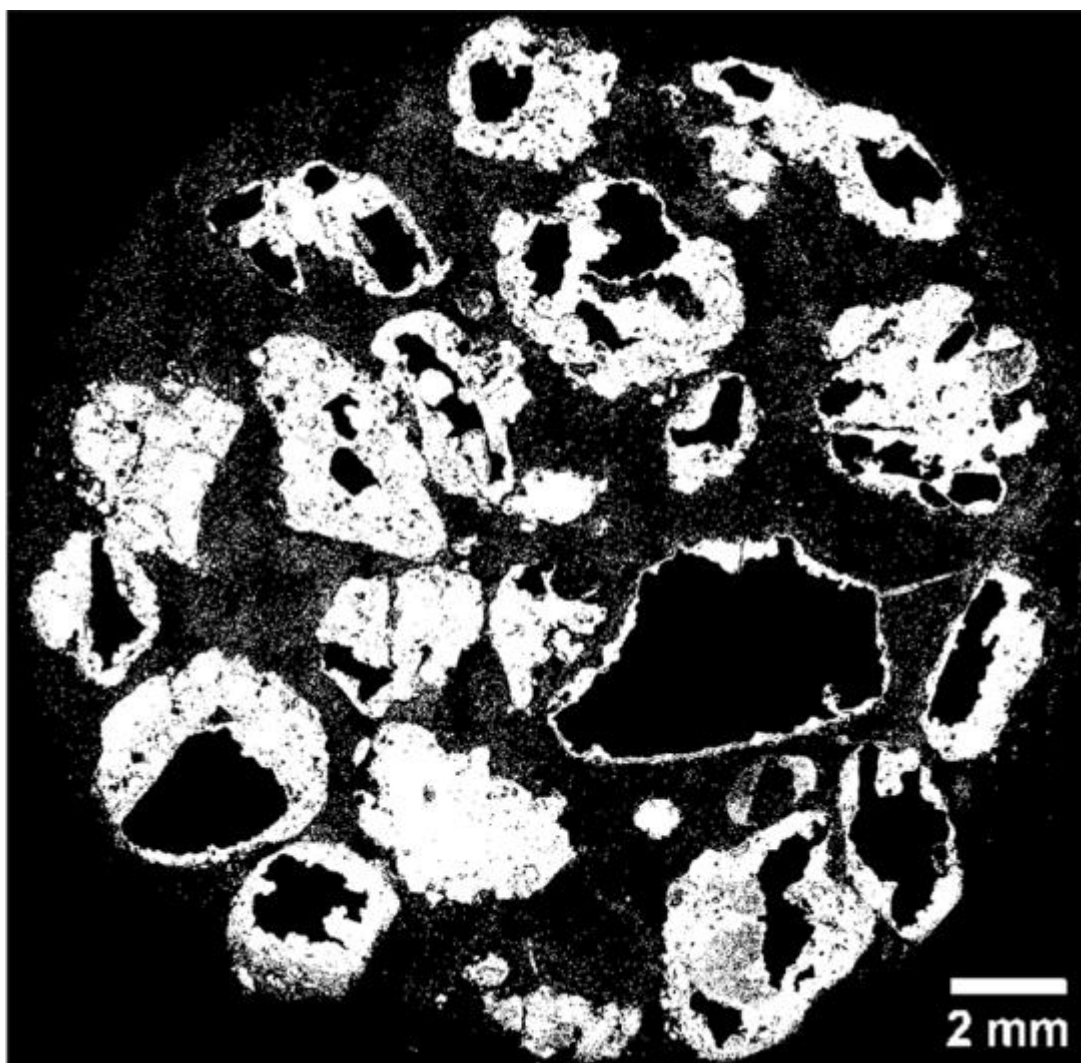


Figura 28 – Resultado da operação de dilatação sobre as partículas pequenas.

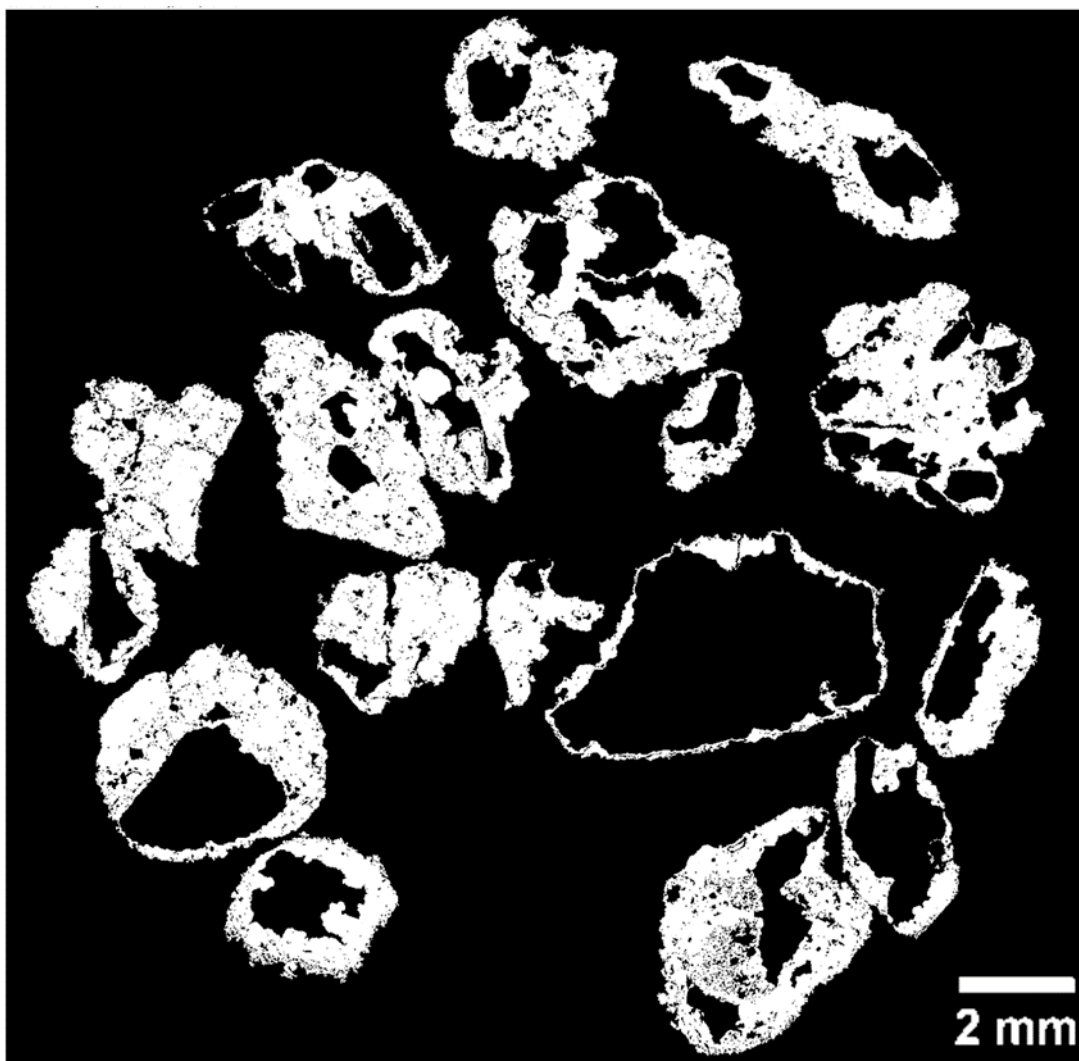


Figura 29 – Resultado da operação de reconstrução morfológica, onde apenas as partículas que tocavam os núcleos são extraídas.

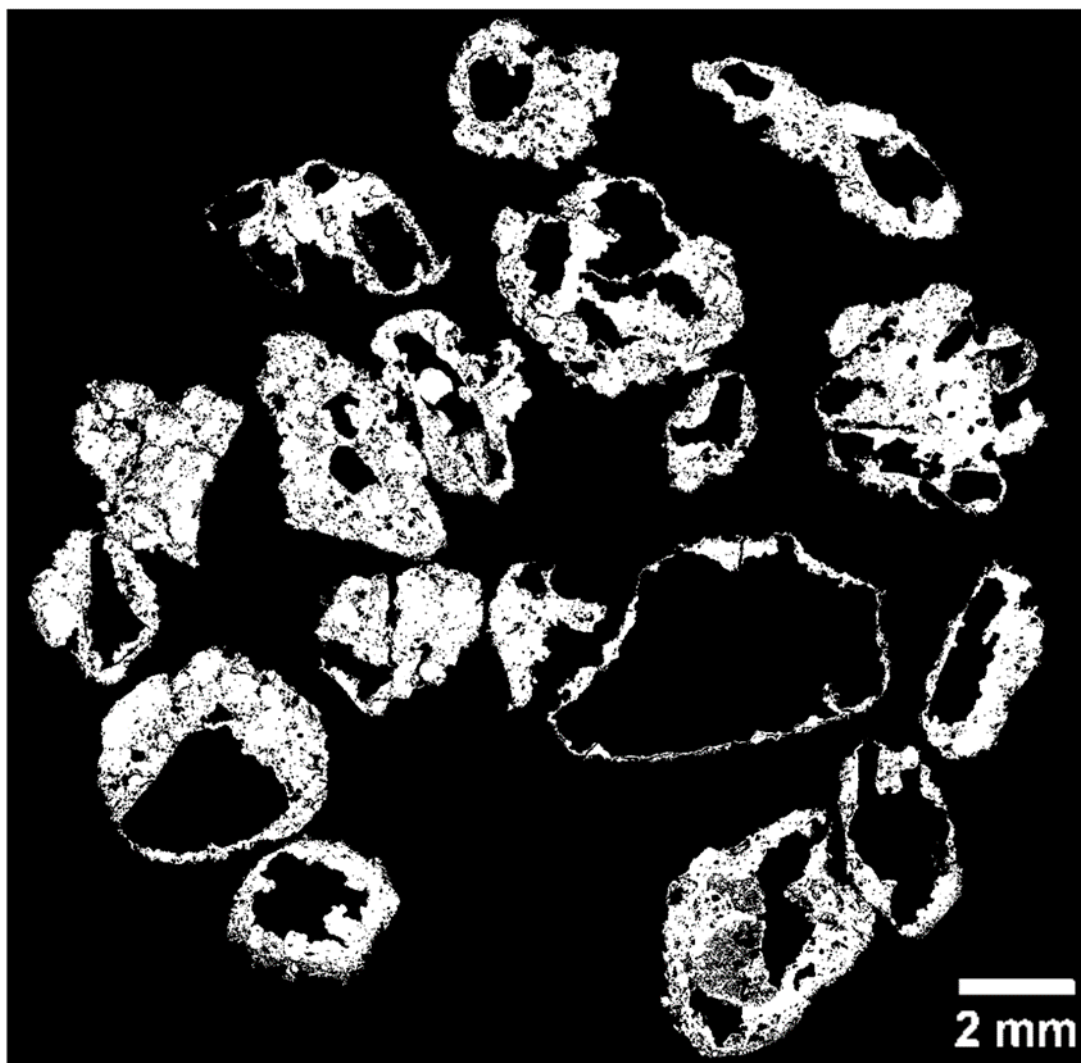


Figura 30 – Resultado da erosão sobre a Figura 29 de modo a não superestimar a área da camada aderente.

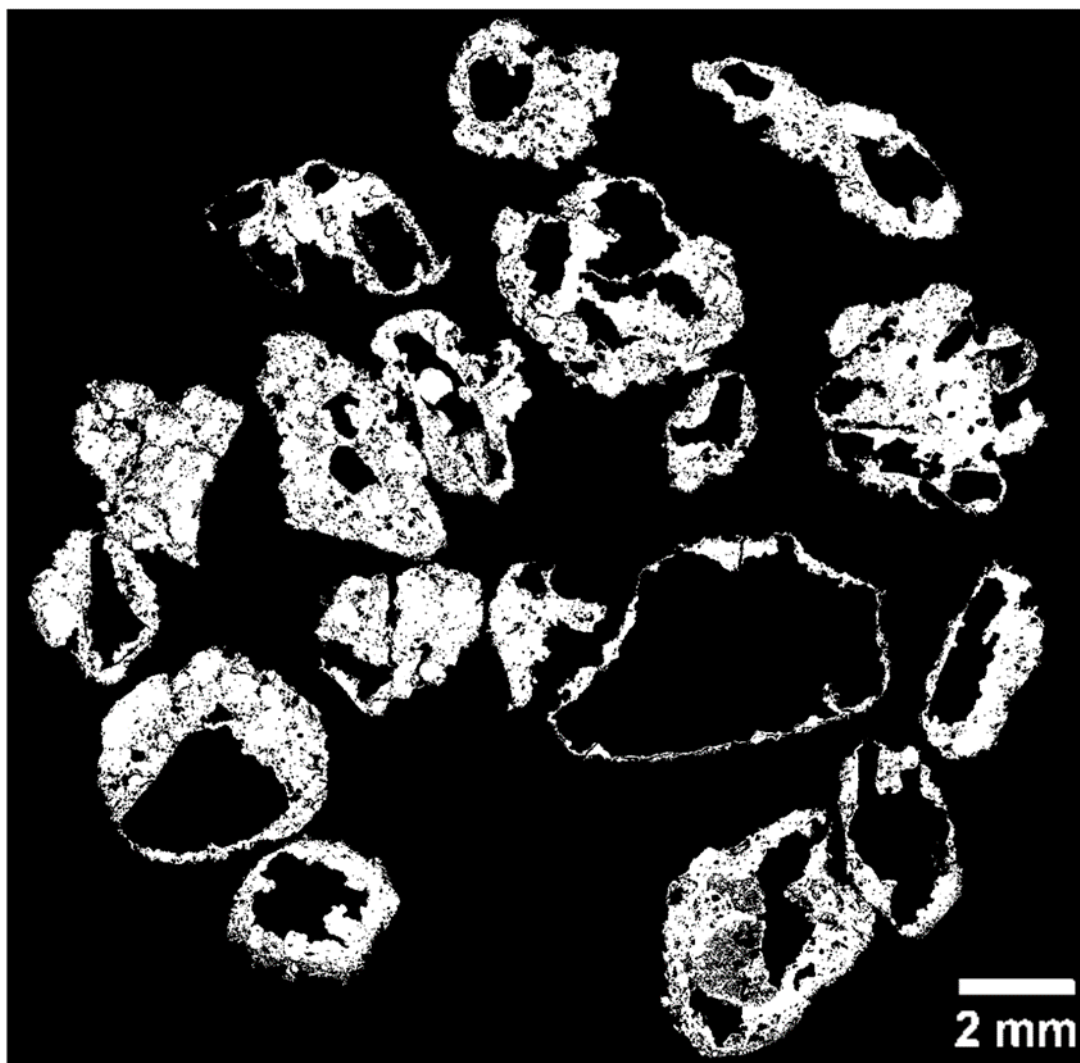


Figura 31 – Resultado de uma nova reconstrução morfológica com a Figura 30, de modo a garantir a exclusão de qualquer objeto que possa ter sido formado na erosão (camada aderente).

Da imagem de partículas pequenas dilatadas (Figura 32) é subtraída a imagem da camada identificada pela reconstrução morfológica sem erosão. O resultado deve ser todas as partículas de granulometria menor que não possuem núcleo, ou seja, as micropelotas. É realizada uma operação de preenchimento (Figura 33), e em seguida uma filtragem por tamanho mínimo de micropelota para eliminar resíduos de processamento (Figura 34).

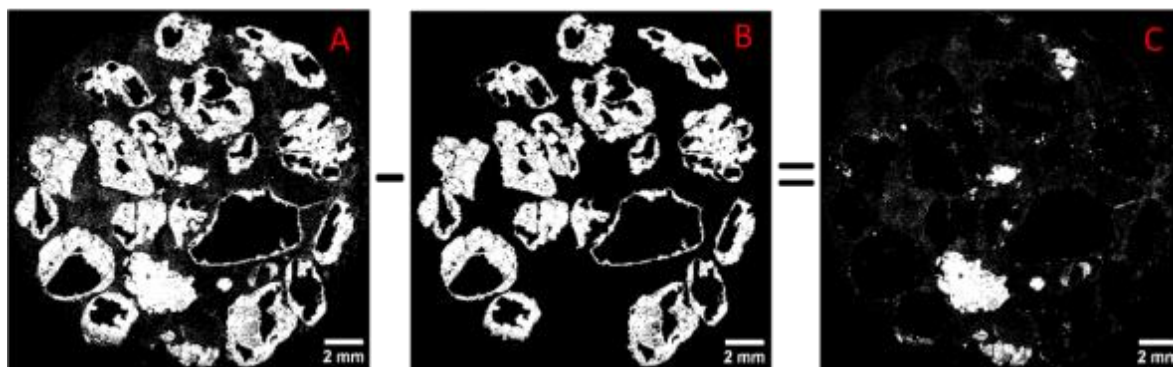


Figura 32 – Subtração da camada aderente sobre as partículas pequenas, resultando nas micropelotas.

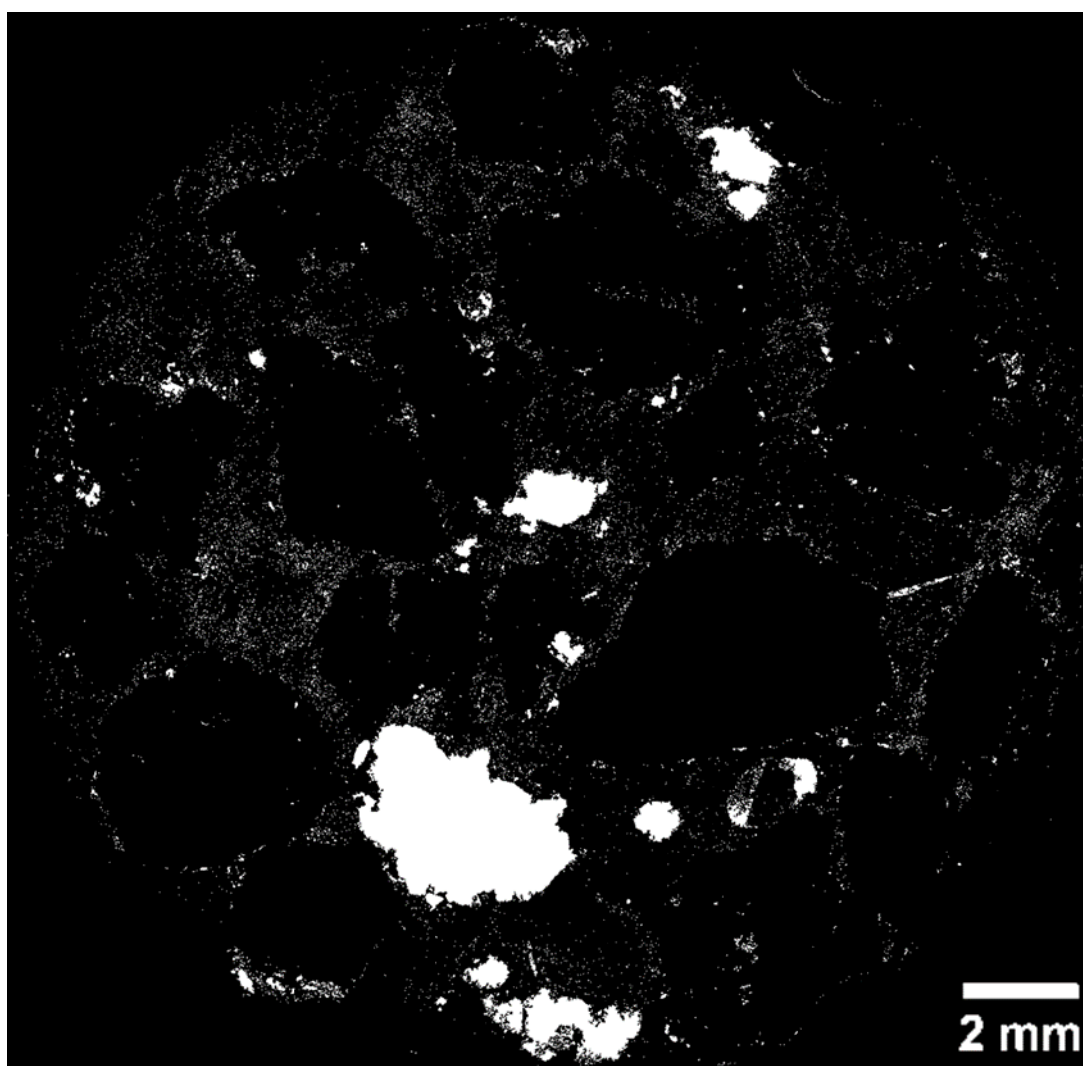


Figura 33 – Resultado das micropelotas com resquícios de processamento.



Figura 34 – Resultado das micropelotas após filtragem por tamanho.

De modo a evitar a superposição da camada aderente e dos núcleos, é feita uma operação de AND (interseção) entre as imagens da camada e o núcleo, e o resultado é subtraído da camada aderente (Figura 35). Esse processo elimina a superposição gerada nos procedimentos de dilatação que era necessária para a função de reconstrução morfológica.

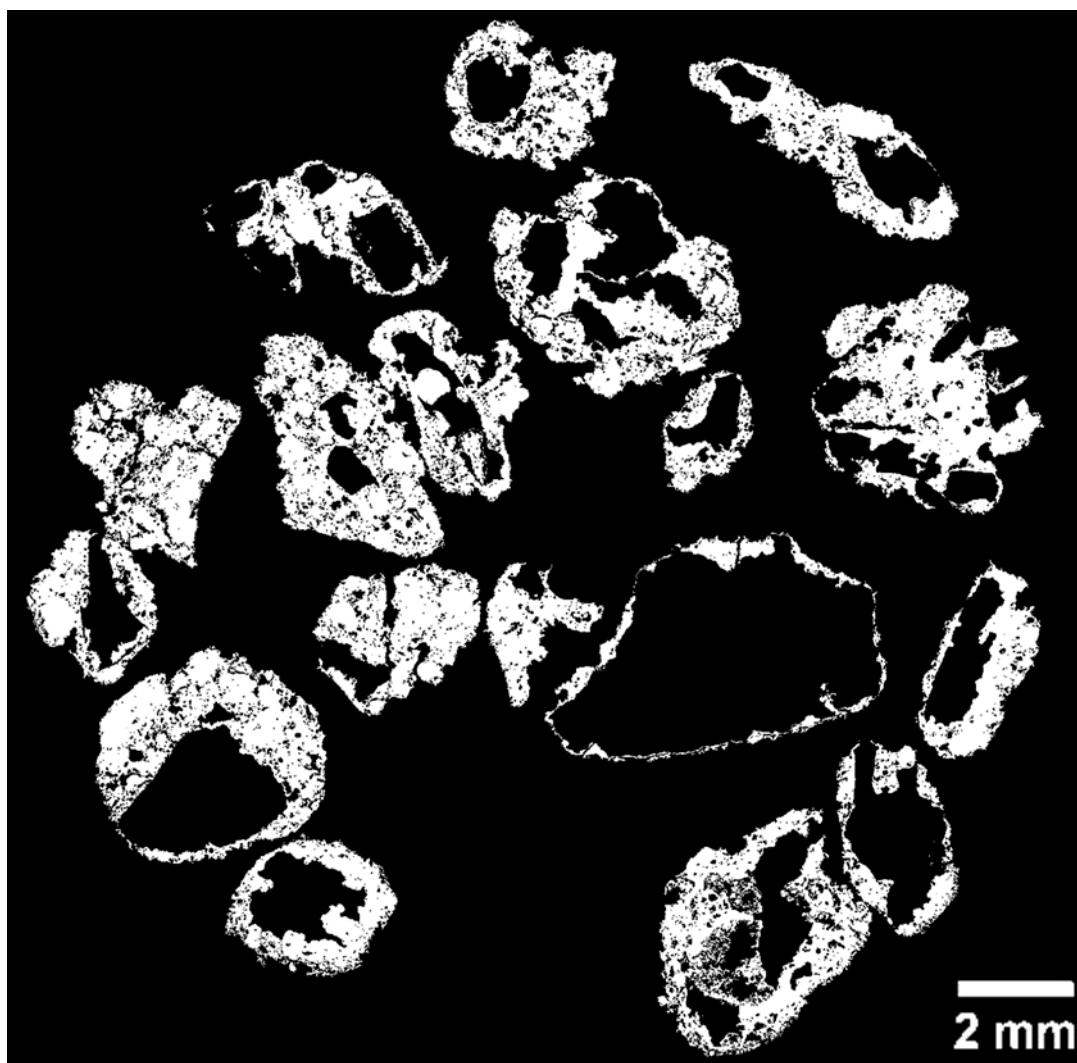


Figura 35 – Camada aderente após a subtração da sua interseção com os núcleos.

O próximo passo é calcular a espessura da camada aderente utilizando o *plugin Local Thickness*. O procedimento é computacionalmente complexo e tomaria um tempo excessivo se realizado diretamente sobre a imagem com sua resolução original. Assim, a imagem da camada aderente é subamostrada por um fator de 4. Dessa forma, é possível obter mapa de distâncias euclidianas (MDE), onde a intensidade de cada pixel é diretamente proporcional à menor distância até a borda (Figura 36). O mapa é armazenado e mais tarde utilizado para a extração dos valores de espessura média. A subamostragem pôde ser realizada pois a mesma não impactou de maneira significativa o resultado da espessura média, ao passo que permitiu um ganho de tempo de processamento considerável, a operação passou a levar 2 minutos frente aos 20 minutos que durava antes. A espessura média calculada nesse caso foi de 0,249 mm para imagem subamostrada por um fator de

4, 0,250 mm para imagem subamostrada por um fator de 2 e 0,252 mm para a imagem original.

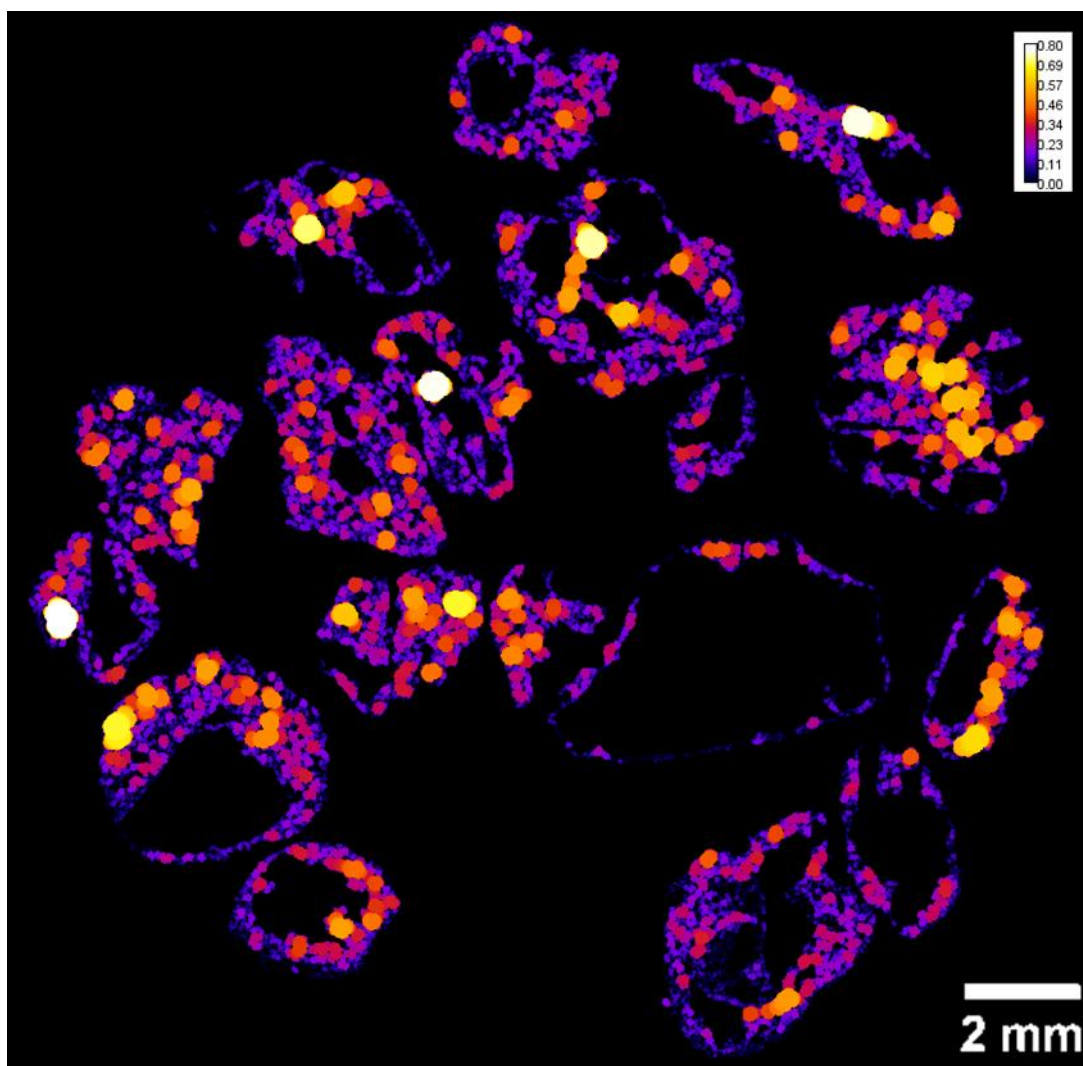


Figura 36 – Mapa de distâncias euclidianas (MDE) realizado sobre a camada aderente.

Devido ao fato de algumas partículas não aglomeradas terem uma pequena parcela de camada aderente, faz-se necessário estabelecer um limite inferior de quantidade de camada aderente. Dessa forma partículas que tiverem uma quantidade de camada aderente menor do que a mínima serão consideradas não aglomeradas, ao passo que as que tiverem uma parcela maior serão consideradas quasipartículas. A Figura 37 exhibe o resultado dessa filtragem.

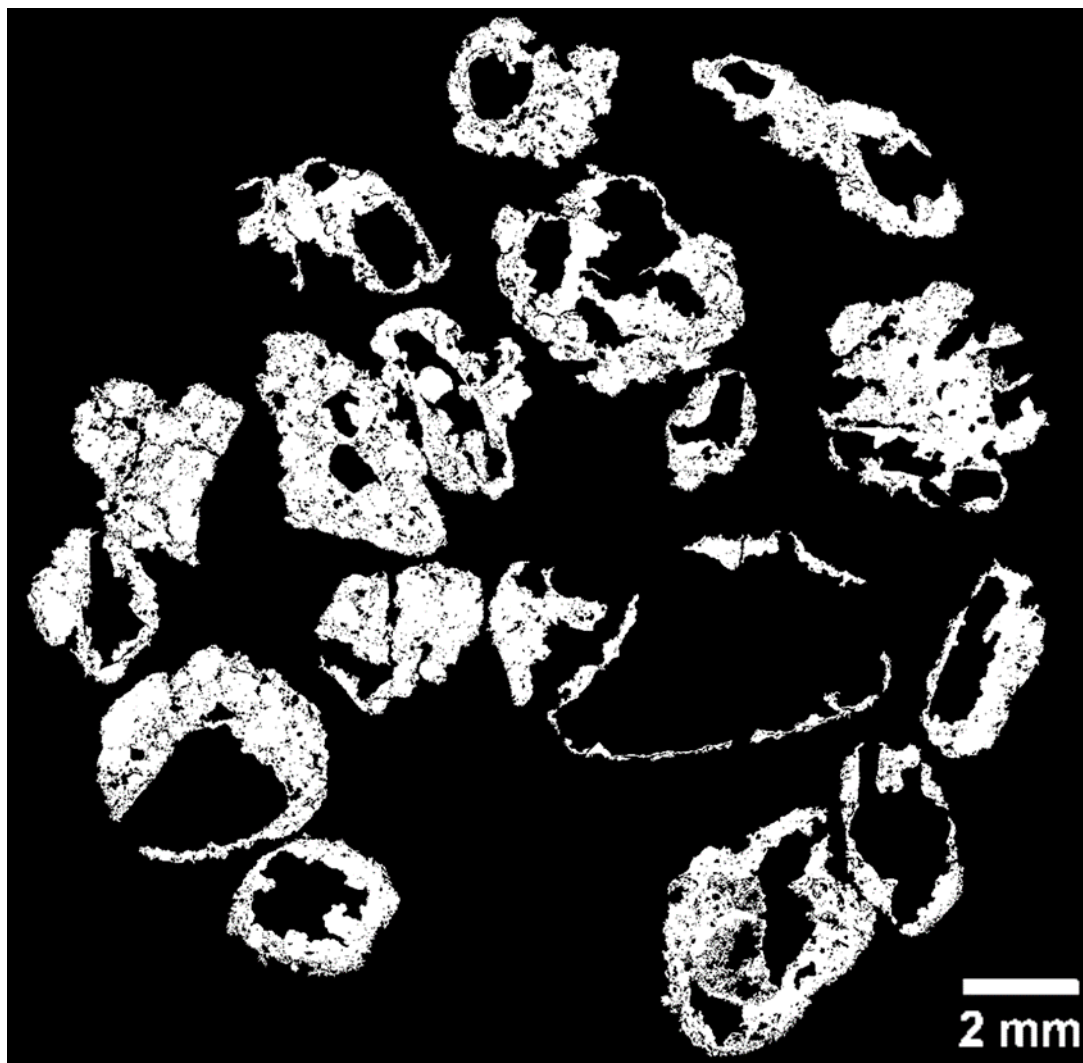


Figura 37 – Resultado da filtragem por tamanho sobre a camada aderente de forma a eliminar a camada aderente ínfima das partículas não aglomeradas.

Uma vez feita a filtragem, a função de reconstrução morfológica é utilizada novamente. Todavia, desta vez a camada aderente funciona como marcadora e os núcleos funcionam como máscara. O resultado serão os núcleos aderidos (Figura 38), que poderão ser subtraídos da imagem de núcleos original para obterem-se as partículas não aglomeradas, que são núcleos com pouca ou nenhuma camada aderente.

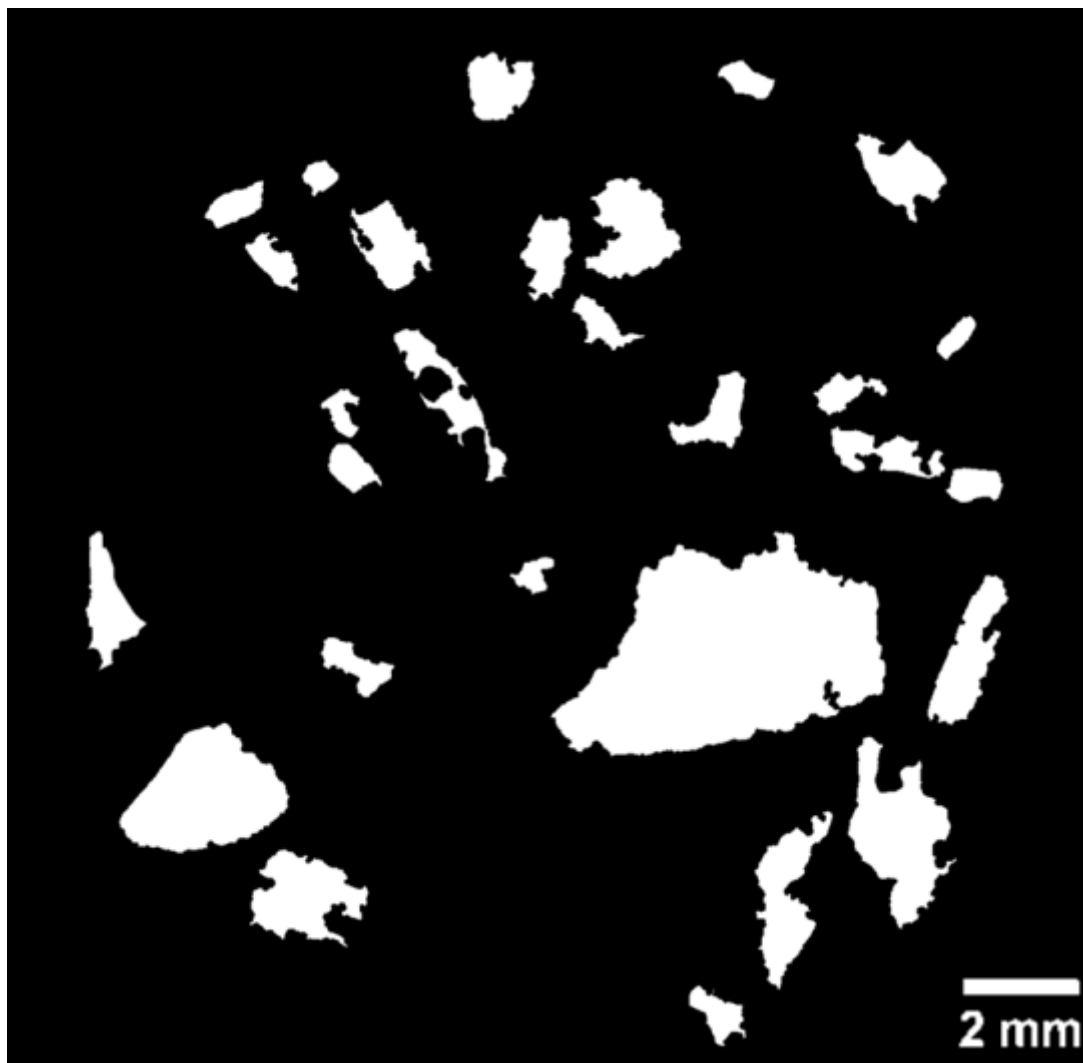


Figura 38 – Núcleos aderidos, encontrados através da reconstrução morfológica dos núcleos (máscara) com a camada aderente filtrada (marcador).

No caso da amostra escolhida, não há partículas não aglomeradas, pois as mesmas só são geralmente encontradas em amostras de granulometria menor. Na Figura 39 e na Figura 40, pode-se ver, respectivamente: a imagem original de uma amostra de granulometria 2,83 mm; e os passos de subtração dos núcleos aderidos (b) da imagem de núcleos original (a), resultando nas partículas não aglomeradas (c).

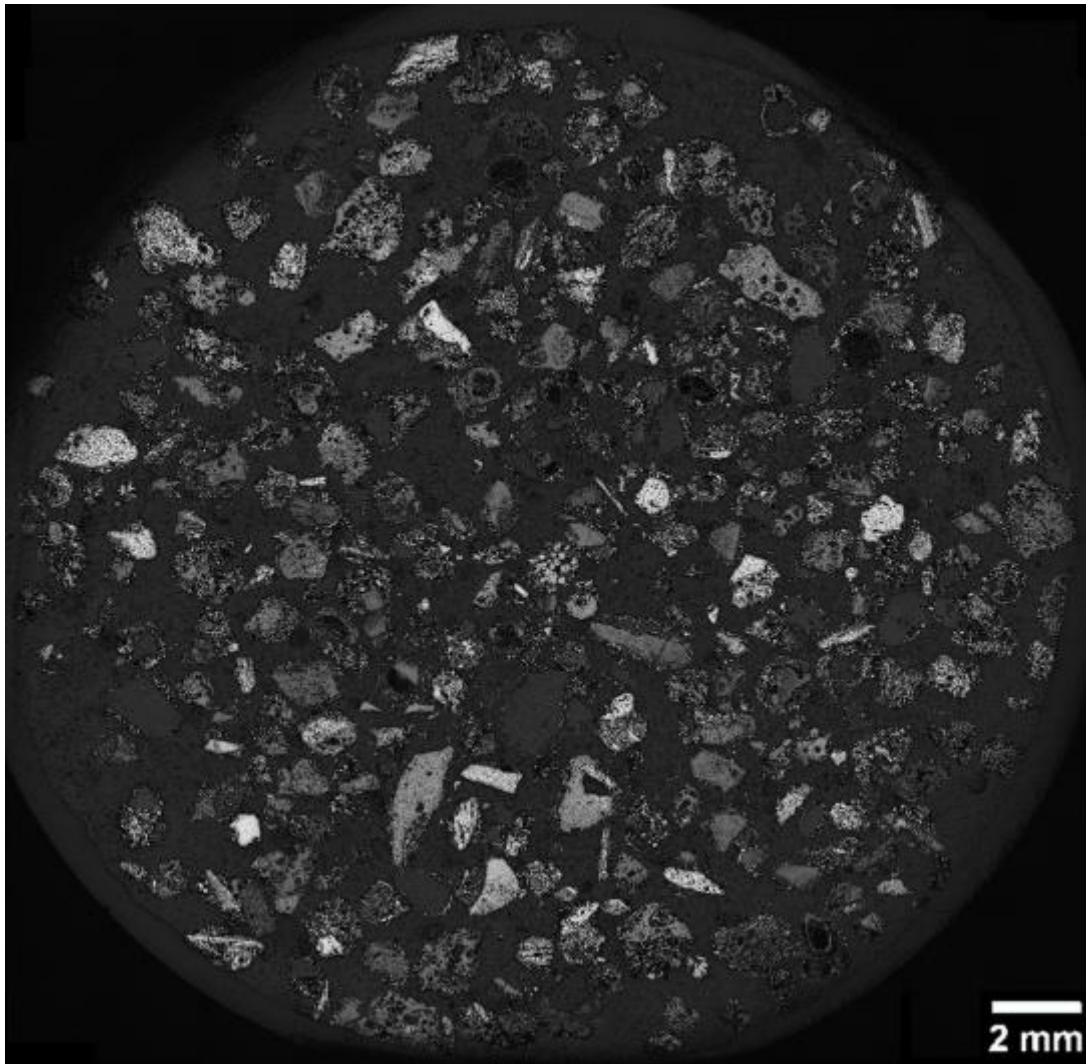


Figura 39 – Imagem original em tons de cinza de uma amostra de granulometria 2,83 mm.

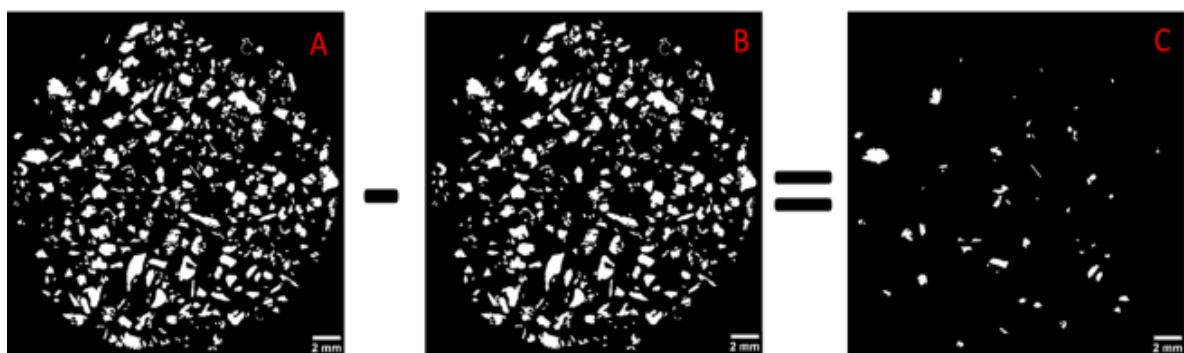


Figura 40 – Subtração dos núcleos aderidos sobre os núcleos originais, resultando nas partículas não aglomeradas.

É feita uma operação de AND (intersecção) entre a camada aderente (Figura 31) e os núcleos aderidos (Figura 40). O resultado são as quasipartículas e resquícios de partículas finas das partículas não aglomeradas (Figura 41), resquícios

esses que são filtrados por tamanho (Figura 42). O resultado é então preenchido com a operação *fill holes* ⁷, gerando a imagem que melhor representa as quasipartículas (Figura 43).

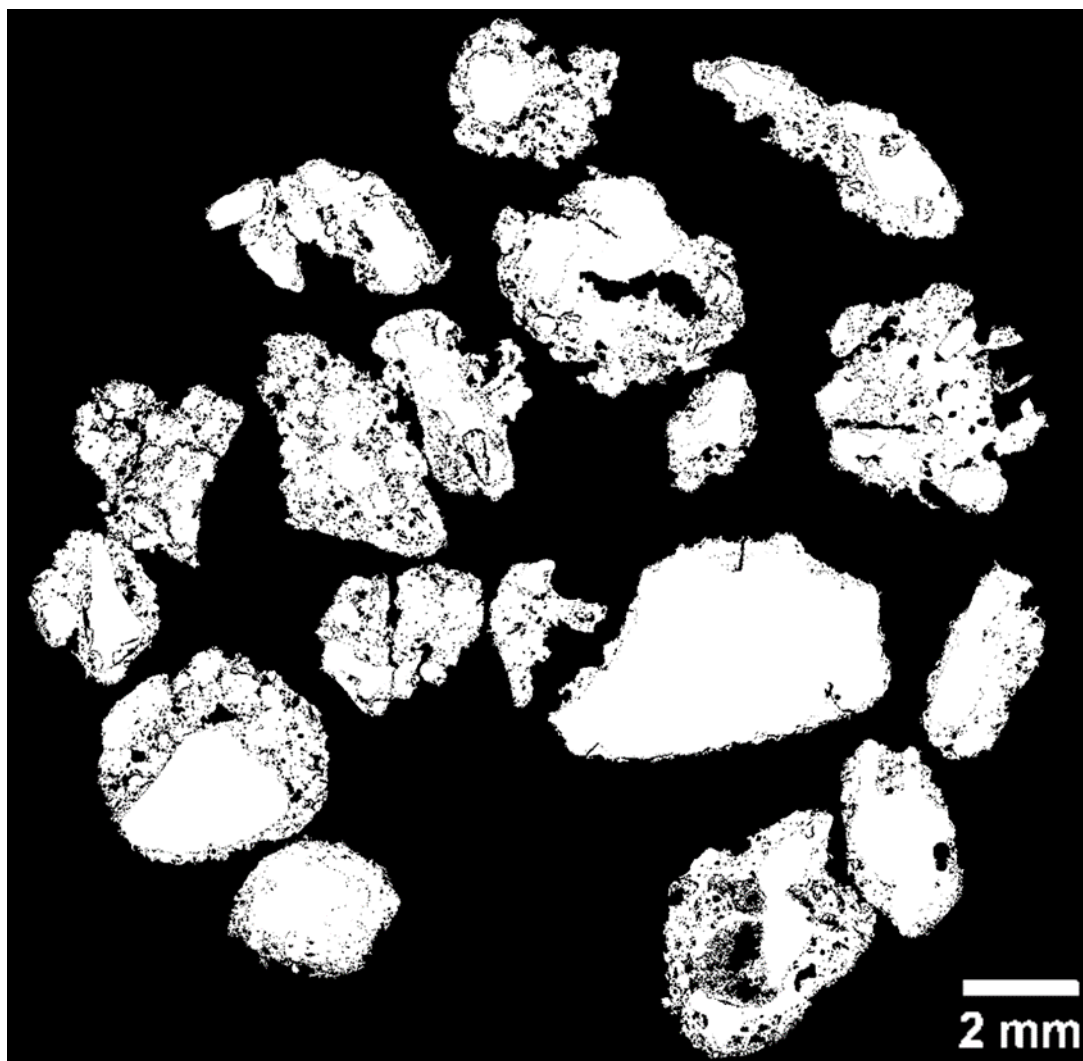


Figura 41 – Resultado das quasipartículas advindas de uma interseção entre a camada aderente e os núcleos.

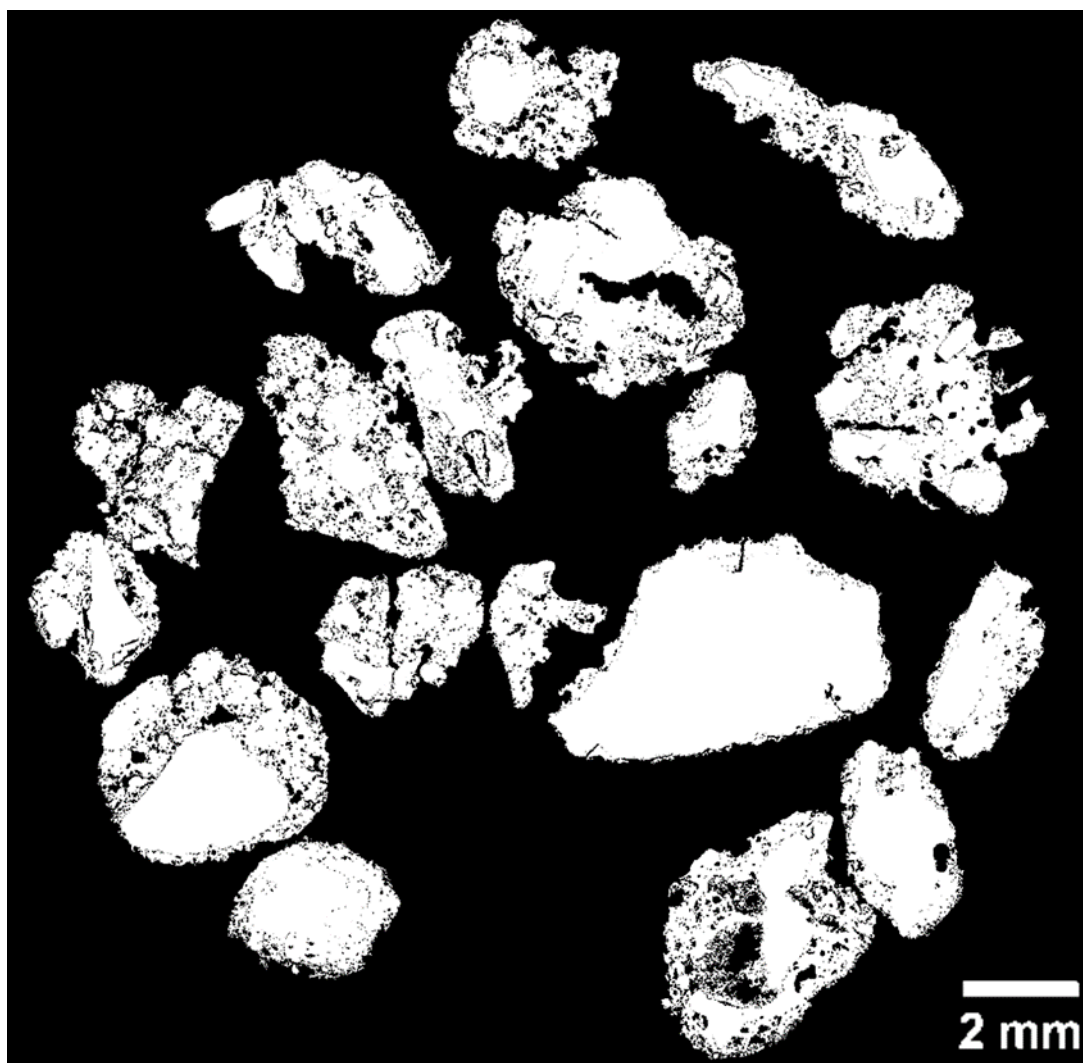


Figura 42 – Resultado de uma filtragem por tamanho das quasipartículas.

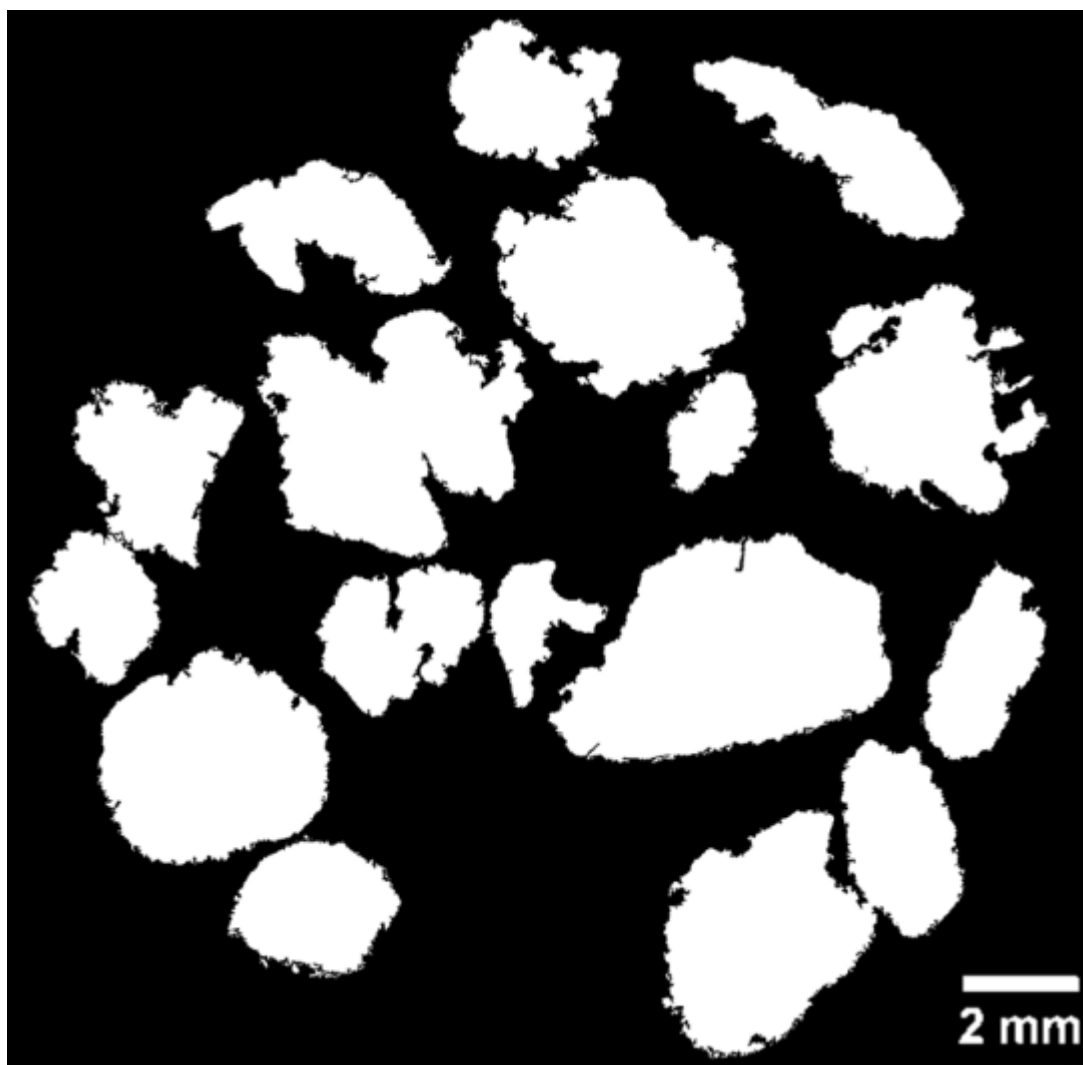


Figura 43 – Resultado das quasipartículas após a operação de preenchimento de buracos.

O programa é então utilizado para extrair atributos das imagens como por exemplo: frações de área das quasipartículas, camada aderente, micropelotas; razão de área entre a camada aderente e as quasipartículas, e a espessura média da camada aderente através da intensidade média do MDE.

A Tabela 2 exhibe a fração de área e a circularidade média e seu desvio padrão para as 3 classes de partículas da amostra ilustrada na Figura 23.

Tabela 2 – Fração de área, circularidade média e seu desvio padrão para as 3 classes de partículas para a imagem da Figura 23.

	Fração de Área(%)	Circularidade	Desvio padrão
Quasipartículas	94,09	0,66	0,19
Micropelotas	5,91	0,65	0,00
Não aglomeradas	0,00	-	-

Além da circularidade, que é apresentado no relatório ao final, a rotina extrai outros parâmetros que são salvos num arquivo a parte: *roundness*, solidez e razão de aspecto.

As definições desses parâmetros seguem:

O parâmetro *Roundness* varia entre 0 e 1 e é definido como

$$Round = 4 \cdot Area / [\pi \cdot (Feret_{m\acute{a}x})^2]$$

Este parâmetro é sensível ao alongamento da partícula definido por seu diâmetro máximo.

O parâmetro circularidade varia entre 0 e 1 e é definido como:

$$Circ = 4\pi \cdot Area / (Perim)^2$$

Este parâmetro é sensível a irregularidades do contorno da partícula que fazem crescer o valor do perímetro. Assim, mesmo uma partícula com aspecto geral circular poderá apresentar Circularidade pequena.

O parâmetro de solidez varia entre 0 e 1 e é definido como:

$$Solid = Area / AreaConvexa$$

Este parâmetro é sensível a descontinuidades no contorno da partícula que geram cantos abruptos ou facetas. Assim, a área da partícula é bem menor do que a área convexa do “elástico envolvente”, fazendo com que a Solidez caia. Se a partícula tem contorno suave, a Solidez é maior.

O parâmetro de razão de aspecto varia entre 0 e 1 e é definido como:

$$RA = Feret_{min} / Feret_{m\acute{a}x}$$

Este parâmetro é uma medida direta da forma da partícula. Quanto mais alongada menor o valor de RA. No entanto, dependendo da complexidade da forma da partícula, poderá dar indicações pouco acuradas da forma.

A análise de espessura local fornece, entre outros resultados, a espessura média da camada aderente de cada quasipartícula. A partir destes valores é possível calcular um valor médio que seja representativo da imagem como um todo. Este valor médio pode ser obtido simplesmente como uma média aritmética de todos valores de espessura média, ou ponderando estes valores com o a área das quasipartículas.

Outra maneira, mas simples, de estimar a espessura média geral da camada aderente é calcular a razão entre a área total de camada aderente e a área total de quasipartículas. Esse valor foi uma primeira estimativa da espessura sendo mantido apenas a pedido da Vale.

A Tabela 3 exibe o cálculo da espessura média da camada aderente das 3 maneiras descritas acima para a imagem mostrada na Figura 23.

Tabela 3 – Tabela com os resultados da espessura média da camada aderente das quasipartículas por 3 diferentes métodos: razão entre a área da camada aderente e a área das quasipartículas, espessura média determinada pelo mapa de distâncias euclidianas ponderada pela área da partícula, e espessura média aritmética simples determinada pelo mapa de distâncias euclidianas.

Espessura média da camada aderente	
Método 1	0,650
Método 2	0,251 mm
Método 3	0,249 mm

As partículas não aglomeradas, micropelotas, núcleos e camadas aderentes são fundidos numa única imagem e recebem cores diferentes para serem colocadas no relatório (Figura 44 e Figura 45).

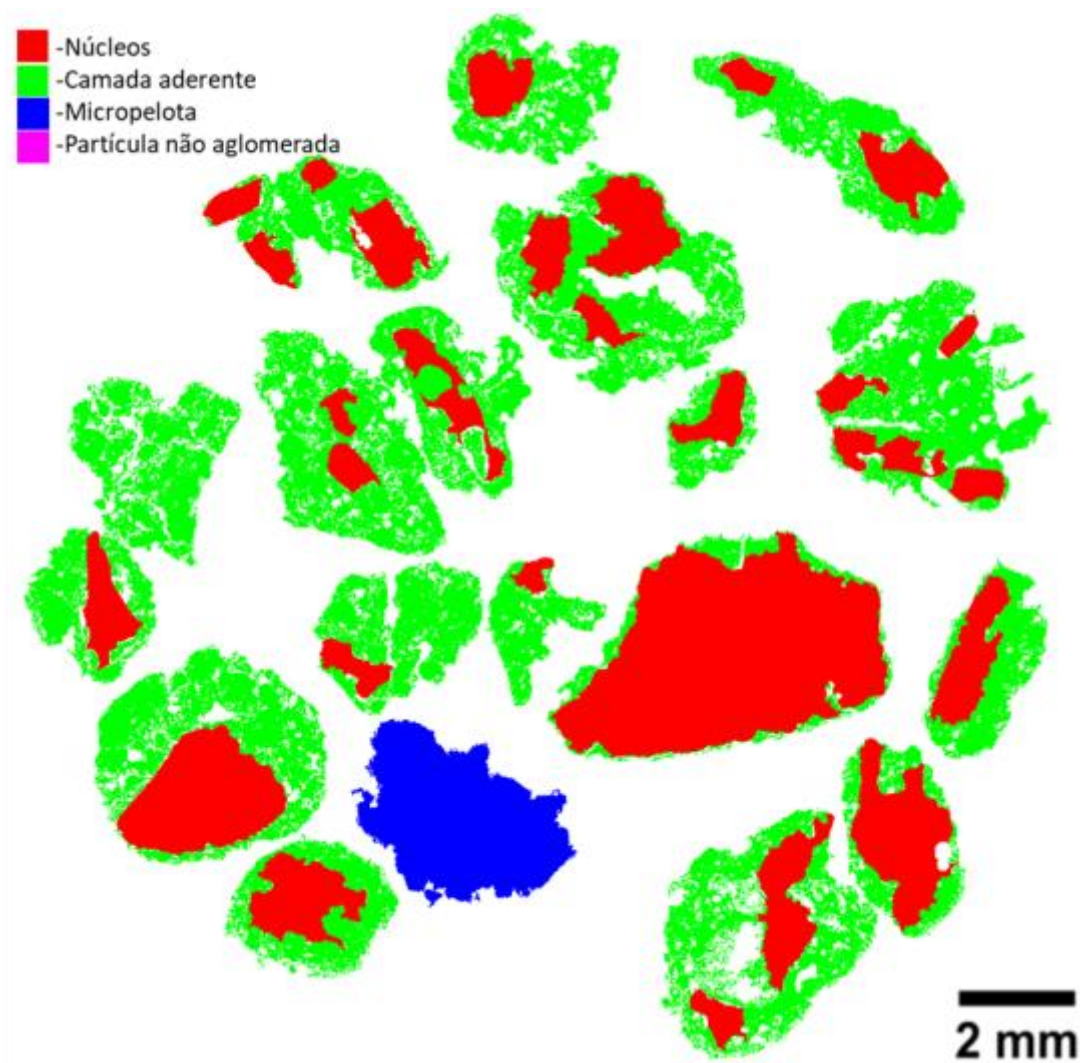


Figura 44 – Imagem das quasipartículas, partículas não aglomeradas e micropelotas com código de cores para a amostra de granulometria de 4,76 mm.

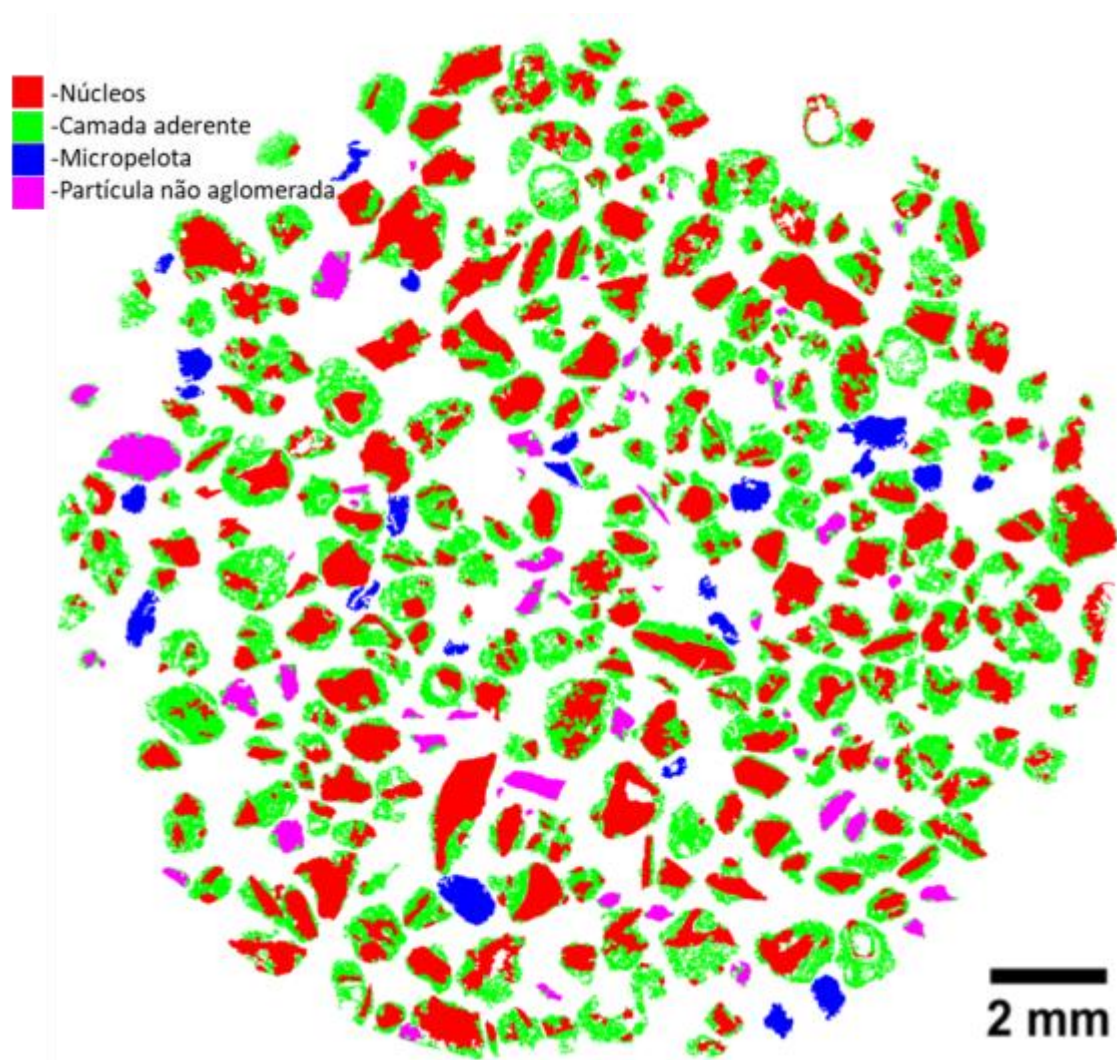


Figura 45 – Imagem das quasipartículas, partículas não aglomeradas e micropelotas com código de cores para a amostra de granulometria de 2,83 mm.

Os fluxogramas das Figura 46, Figura 47 e Figura 48 sintetizam o procedimento até aqui descrito da classificação das partículas.

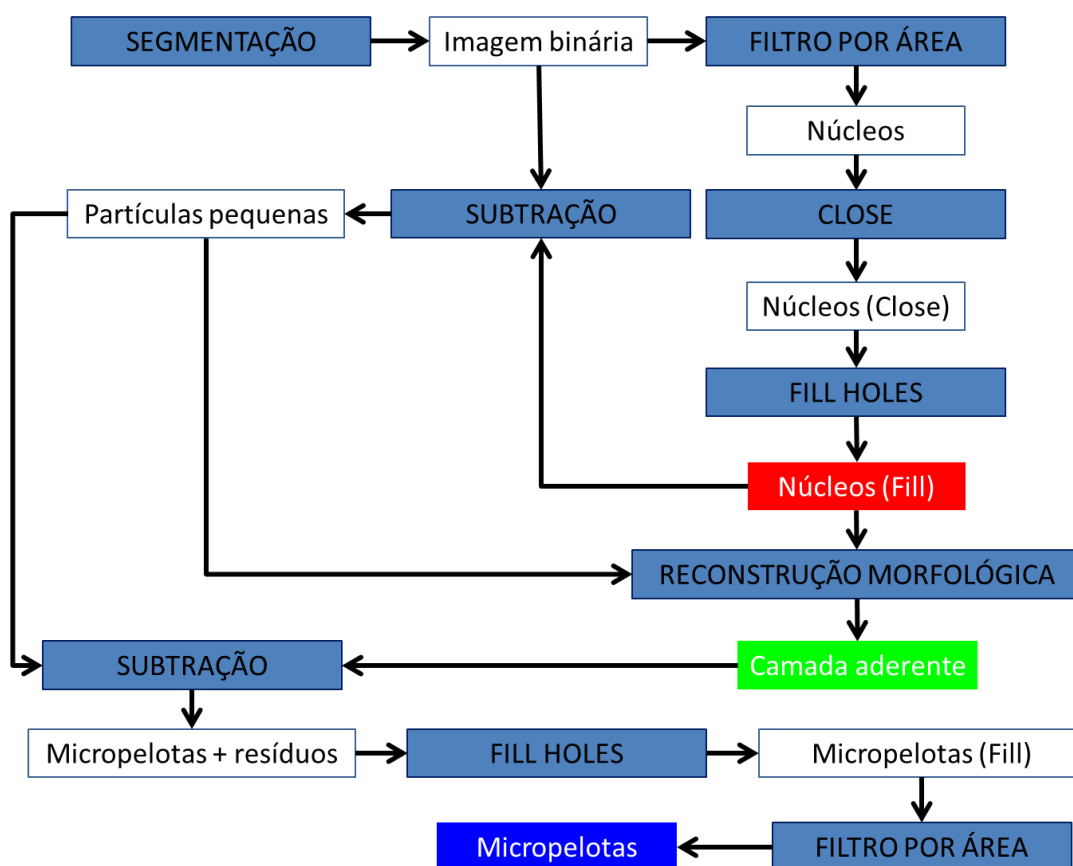


Figura 46- Primeira parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.

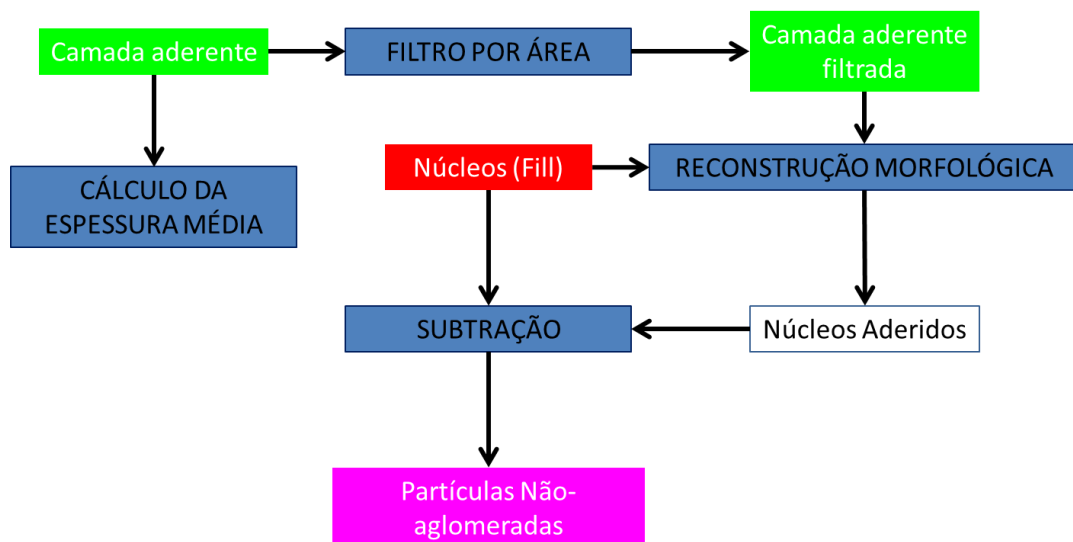


Figura 47- Segunda parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.

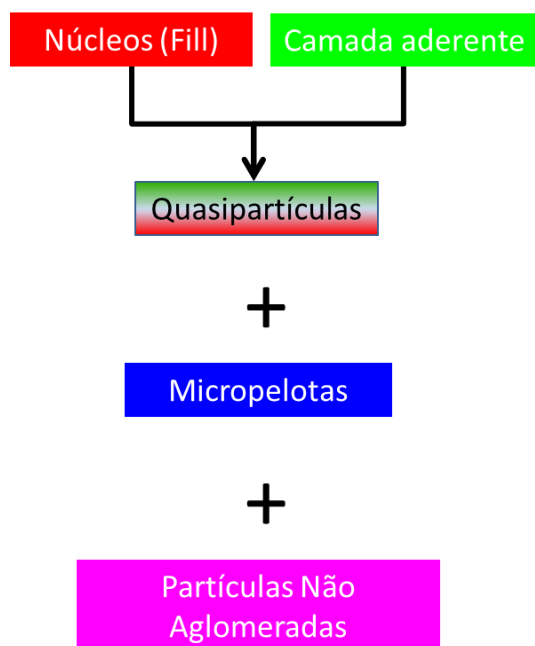


Figura 48 - Terceira parte do fluxograma de processamento de imagens da classificação de partículas.

5.1.2. Classificação dos Núcleos

É realizada uma operação de AND (interseção) entre a imagem de núcleos aderidos (Figura 38) e a original (Figura 22), de forma a se obter uma imagem dos núcleos em tons de cinza (Figura 49).

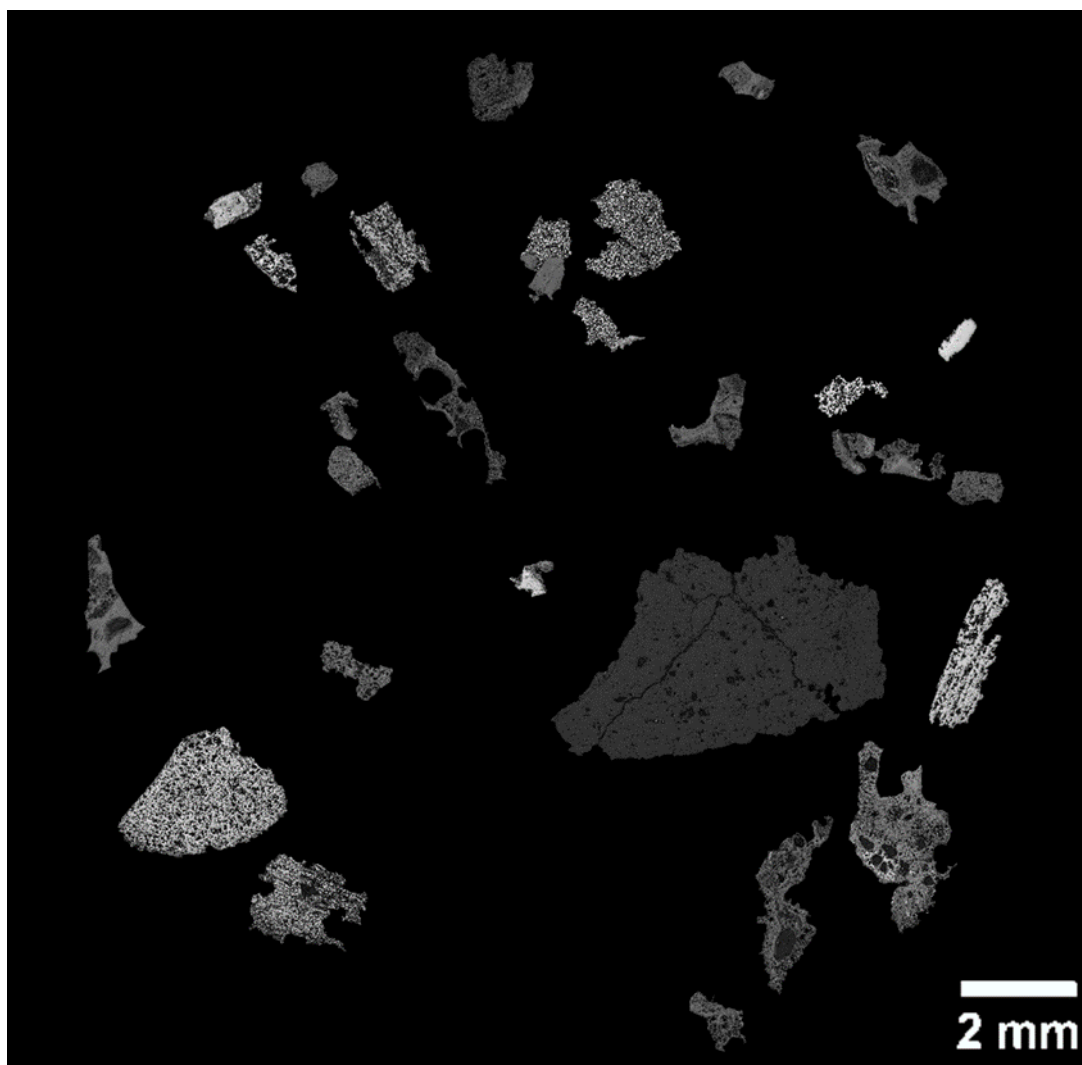


Figura 49 – Núcleos em tons de cinza obtidos pela interseção dos núcleos segmentados com a imagem original.

Os objetos da Figura 43 (quasipartículas) são analisados com um redirecionamento para a Figura 49. Dessa forma é possível analisar individualmente o núcleo ou os fragmentos de núcleo pertencentes a mesma quasipartícula.

Para a análise de fases cada um dos núcleos foi segmentado em quatro diferentes faixas de intensidade, cada uma referente a uma fase (hematita, magnetita, goethita, e outros).¹² A faixa de 255 a 170 refere-se à hematita, de 169 a 110 à magnetita, de 109 a 62 à goethita, e de 61 a 48 a outras fases. É possível, então, a partir do valor da área total, calcular a fração de área de cada fase presente no núcleo como exemplificado na Figura 50 (hematita) e na Figura 51 (sínter).

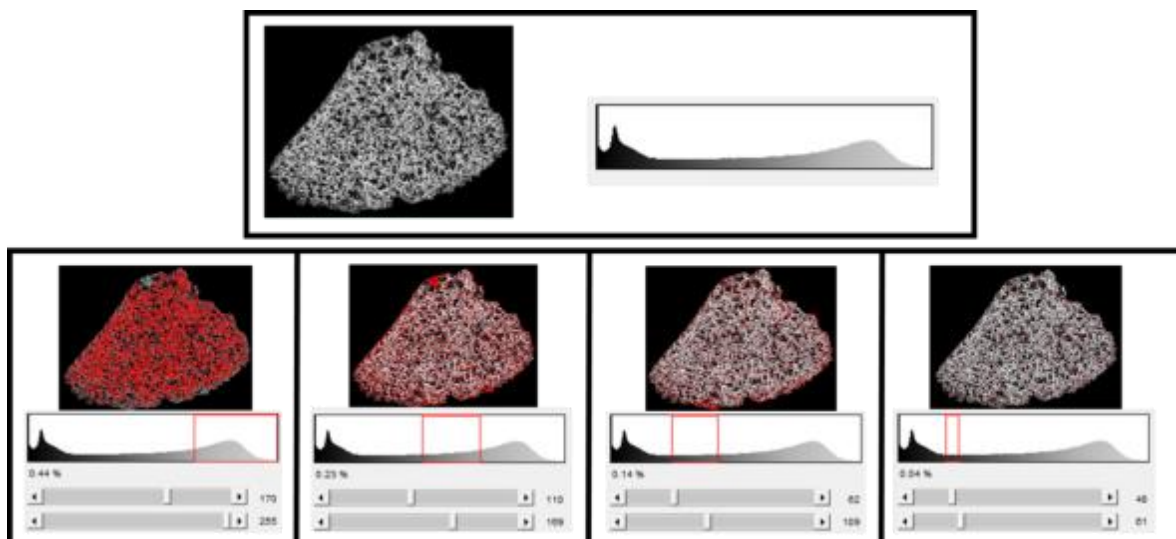


Figura 50 – Imagem de um núcleo e seu histograma. Observa-se claramente pelo histograma e pela segmentação que a fase de hematita é preponderante, sendo esse dessarte um núcleo de hematita

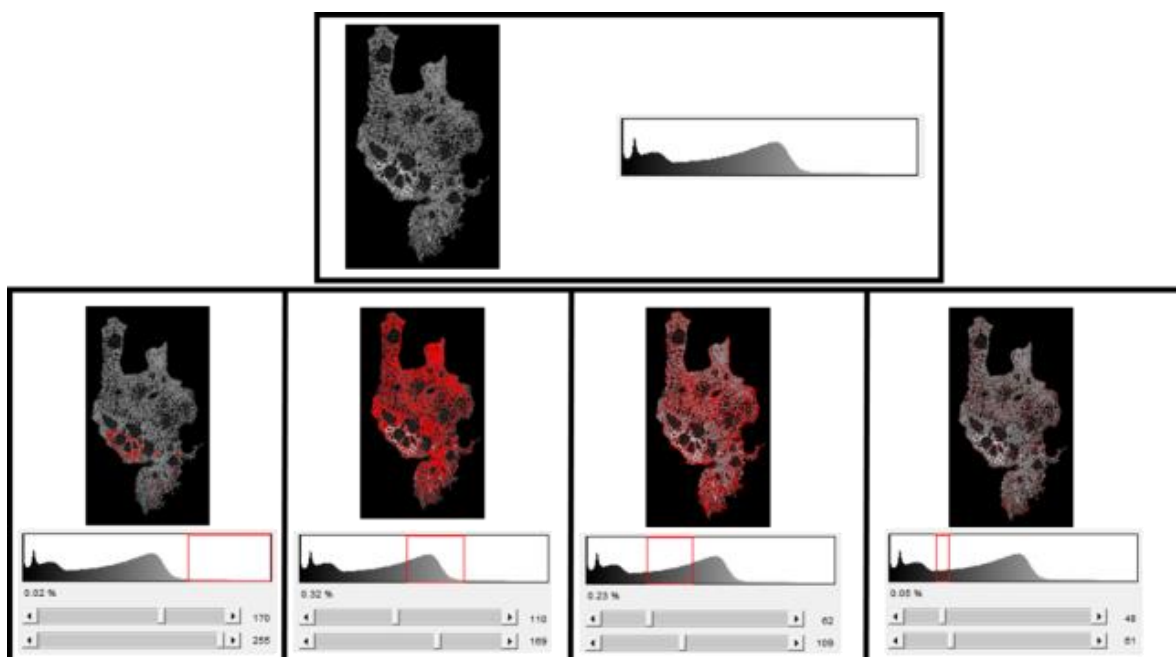


Figura 51 – Imagem de um núcleo e seu histograma. Observa-se claramente pelo histograma e pela segmentação que há quantidades consideráveis de todas as fases possíveis (não há fase preponderante), sendo esse dessarte um núcleo de sínter.

Conhecendo-se as frações de fase para cada núcleo, é possível estabelecer regras simples de classificação para cada um. Caso uma fração de fase específica esteja acima de determinados valores já otimizados, o núcleo é classificado como sendo dessa fase. No caso de as fases estarem bem distribuídas, sem nenhuma preponderante, então o núcleo é classificado como sínter, que como se sabe pode conter tanto hematita quanto magnetita ou goethita. Uma vez classificado cada

núcleo individualmente, eles podem ter uma cor atribuída para geração de uma imagem final de classificação (Figura 52).

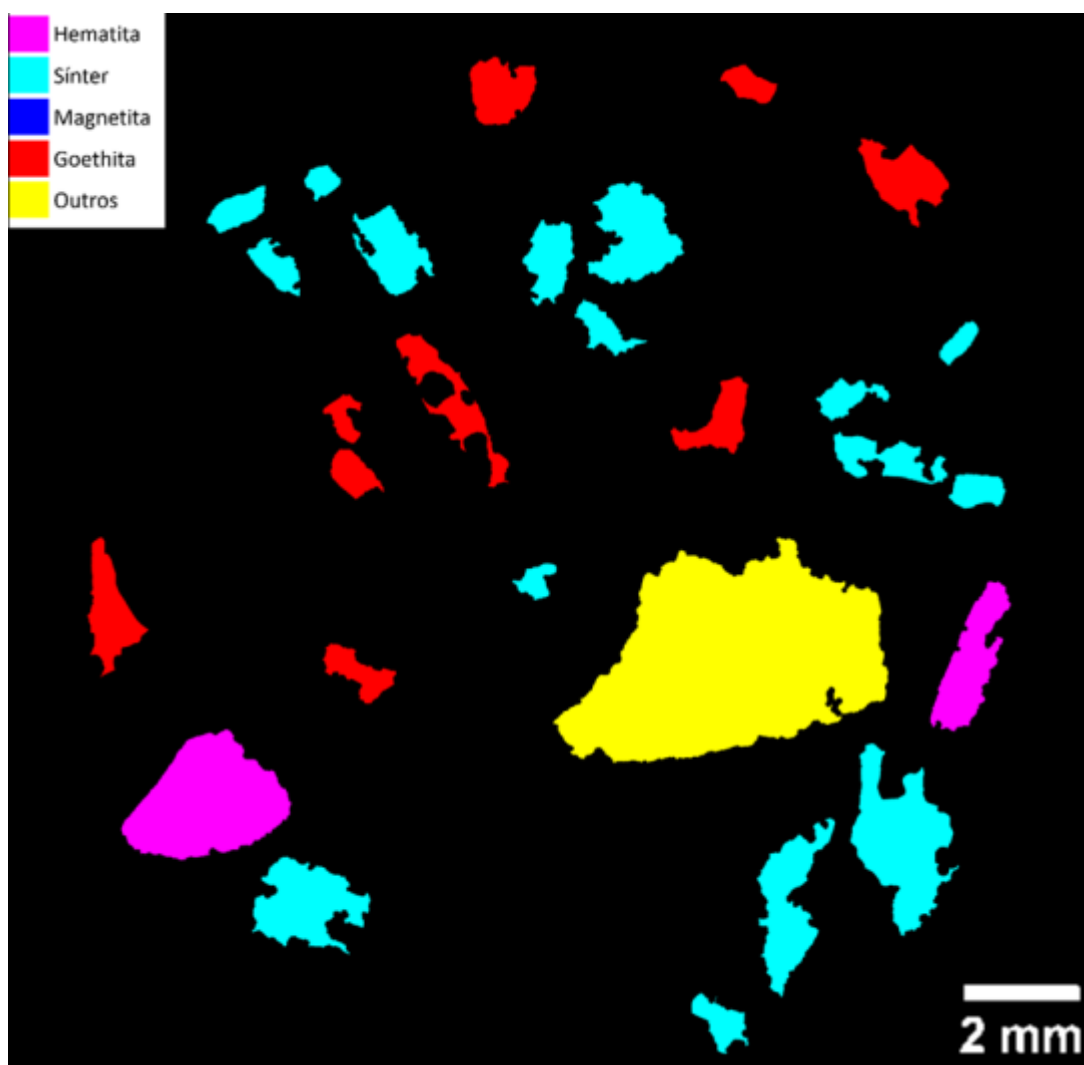


Figura 52 – Imagem com a classificação de cada núcleo, onde os núcleos em magenta são de hematita; em vermelho, de goethita; em azul, de sinter; e em amarelo, de outras fases.

A Tabela 4 exibe a porcentagem calculada das diferentes fases nos núcleos das quasipartículas para a imagem da Figura 52.

Tabela 4 – Porcentagem das diferentes fases nos núcleos das quasipartículas para a imagem da Figura 52.

	Fração de Área (%)
Hematita	13,85
Sínter	35,73
Goethita	16,54
Magnetita	-
Outros	33,89

5.2. Comparação com o MEV

A primeira amostra analisada no MEV era de granulometria 2,83 mm. Na Figura 53 encontra-se uma imagem da mesma em Microscopia ótica com partículas destacadas. Essas partículas levantaram o interesse durante a análise por não serem identificadas pela rotina, tendo uma tonalidade muito próxima da resina, dessa forma provaram-se candidatas ideais para uma análise de EDS do MEV.



Figura 53 – Mosaico em MO de uma amostra de granulometria 2,83 mm.

A Figura 54 exibe um mosaico em elétrons retroespalhados com as mesmas partículas destacadas. É possível perceber que muitas partículas cuja tonalidade era próxima da resina possuem agora um contraste bem definido (Figura 54 e Figura 55).

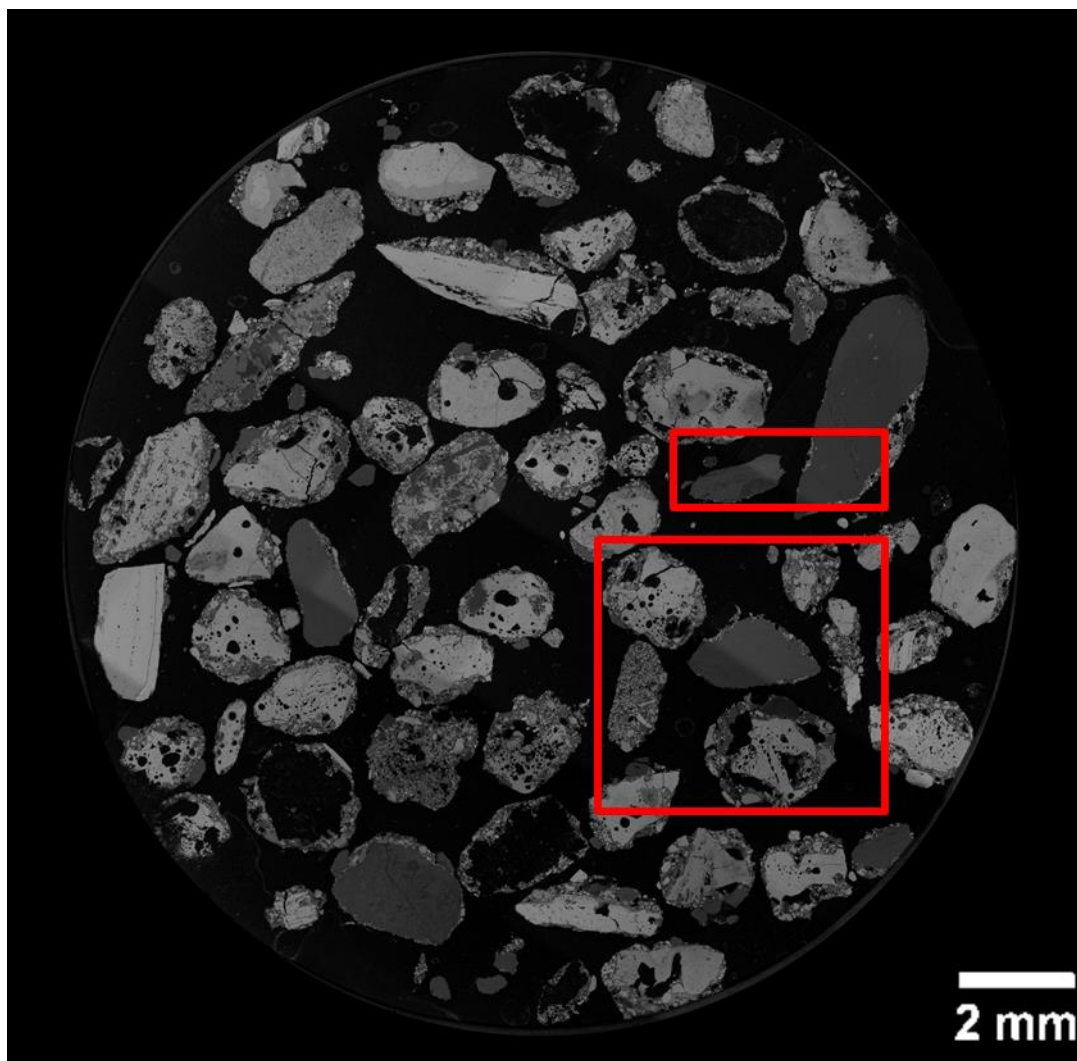


Figura 54 – Mosaico em MEV de uma amostra de granulometria 2,83 mm.

A partícula destacada por uma seta azul (Figura 55) apresenta um comportamento inverso, tendo um bom contraste no MO e perdendo o contraste no MEV. Como o contraste em MEV dos elétrons retroespalhados se dá pelo número atômico médio, isso indicaria a presença de um composto de número atômico similar ao da resina, porém quimicamente diferente. A partícula em questão é provavelmente o coque, pois assim como a resina polimérica é composto basicamente de carbono embora seja quimicamente diferente.

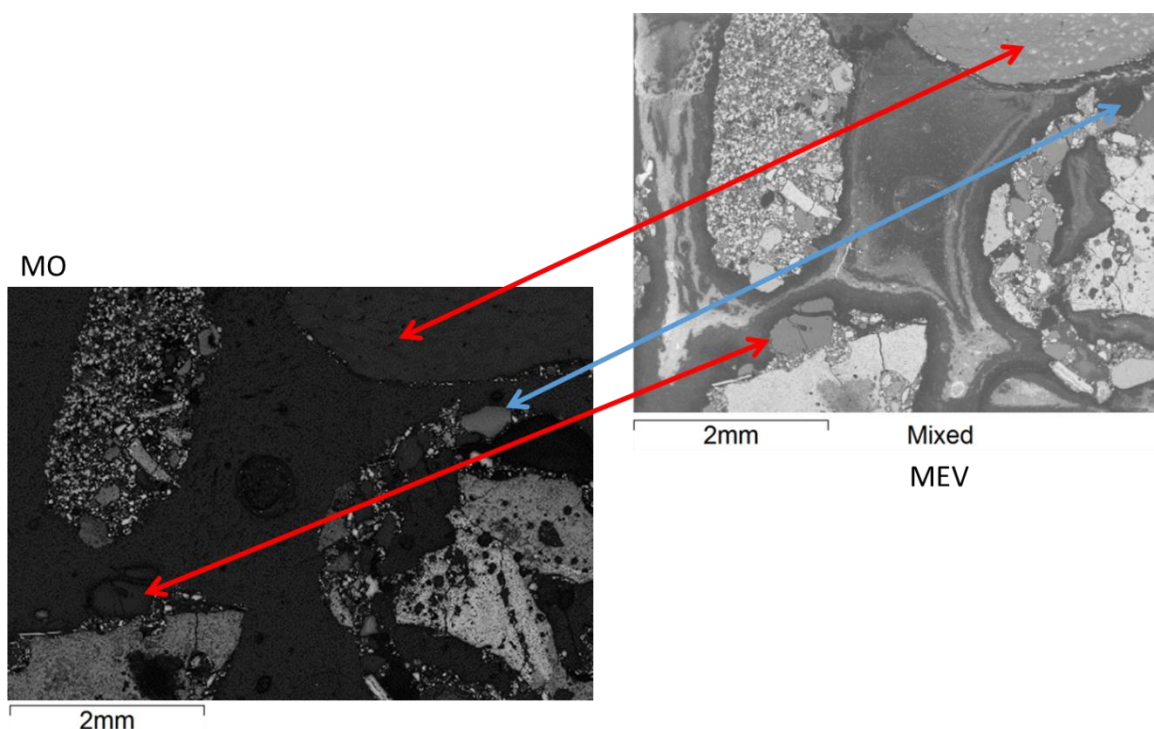


Figura 55 – Comparação entre uma imagem de MO e uma imagem de MEV. As partículas apontadas pelas setas vermelhas possuem pouco contraste com a resina no MO, e a partícula apontada pela seta azul apresenta pouco contraste com a resina no MEV.

A Figura 56 exibe o mapa elementar da mesma área da amostra obtido por EDS. Como já era sabido, o EDS realizado indicaria apenas a presença de elementos de forma semiquantitativa, não permitindo uma determinação direta do composto. O conteúdo da amostra é, todavia, bem conhecido pelos operadores da Vale; dessarte é possível, com o seu auxílio, identificar os compostos a partir do EDS.

A presença de oxigênio nas partículas não traz novas informações, pois a amostra contém minerais de ferro na forma de óxidos; a presença na resina também não adiciona informações, já que a mesma é polimérica. A presença específica de cálcio na partícula pouco visível no MO acusa a presença de calcário do tipo calcítico (CaCO_3). A presença de carbono na resina não surpreende, pois a mesma é polimérica; a sua presença em menor quantidade em partículas também é esperada, devido ao calcário e ao coque. A presença de ferro nas partículas é evidente e esperada, porém é interessante perceber sua ausência na partícula predominantemente de calcário. A presença de silício indica existência de partículas de quartzo (SiO_2), um componente comum e esperado nessas amostras, sendo, junto com o calcário, as fases que mais se confundem no microscópio óptico com a resina.

Como dito anteriormente, a partícula destacada pela seta azul (Figura 55) apresenta contraste no MO e perde seu contraste com a resina no MEV, e isso indica a presença de um composto de número atômico similar ao da resina, porém quimicamente diferente. A imagem de EDS revela que essa partícula é, como a resina, composta em grande parte de carbono, o que aponta para a presença do coque como o composto que cumpre os requisitos supramencionados.

Isso é interessante para o futuro, pois a rotina não é capaz de diferenciar a goethita do coque, ao passo que uma análise por microscopia colocalizada²⁵ é capaz de apontar a presença do coque.

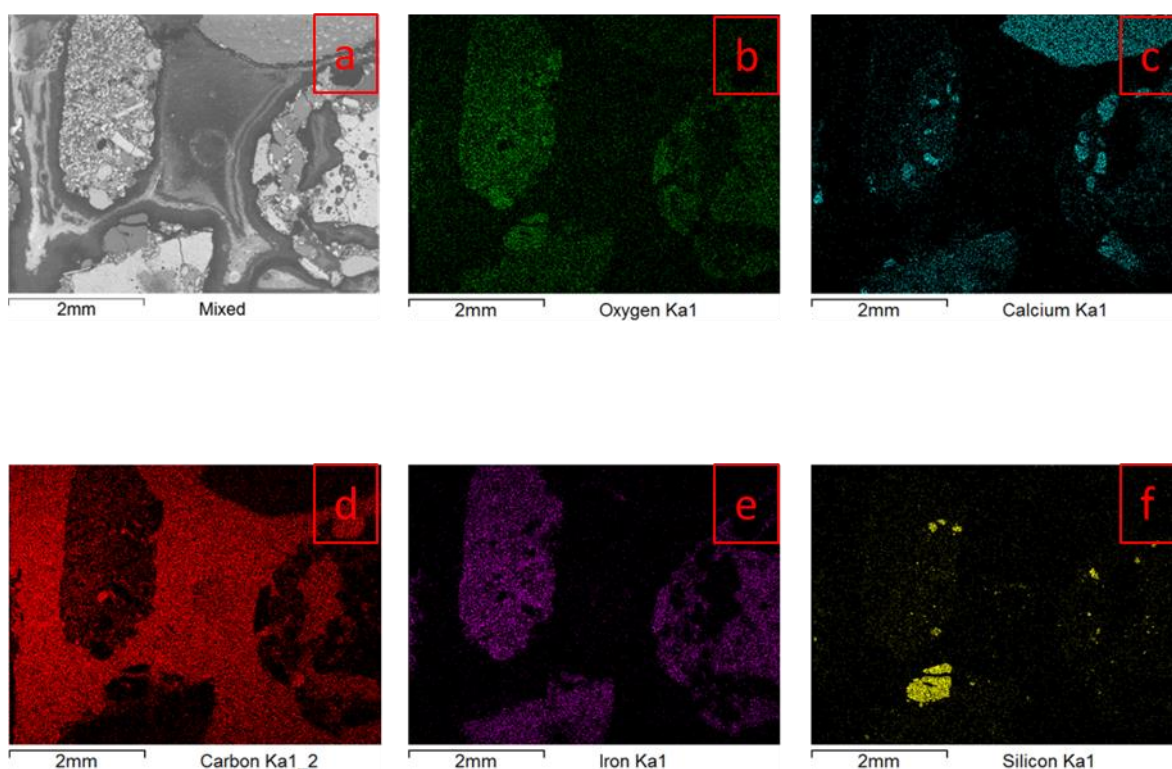


Figura 56 – Análise elemental por EDS. Imagem dos elétrons retroespalhados (a), oxigênio (b), cálcio (c), carbono (d), ferro (e), silício (f).

A Figura 57 exibe o mapa elemental de outra área interessante. Aqui se repetem os comentários da figura anterior para todos os elementos com exceção do magnésio. Embora a princípio inesperado, os operadores da Vale destacaram que era de fato um composto mais incomum, porém possível. Trata-se do calcário dolomítico ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), que assim como o calcítico confunde-se com a resina em MO. É interessante perceber que a partícula que possui magnésio também

possui quantidades consideráveis de cálcio, sendo composta de calcário dolomítico e calcítico.

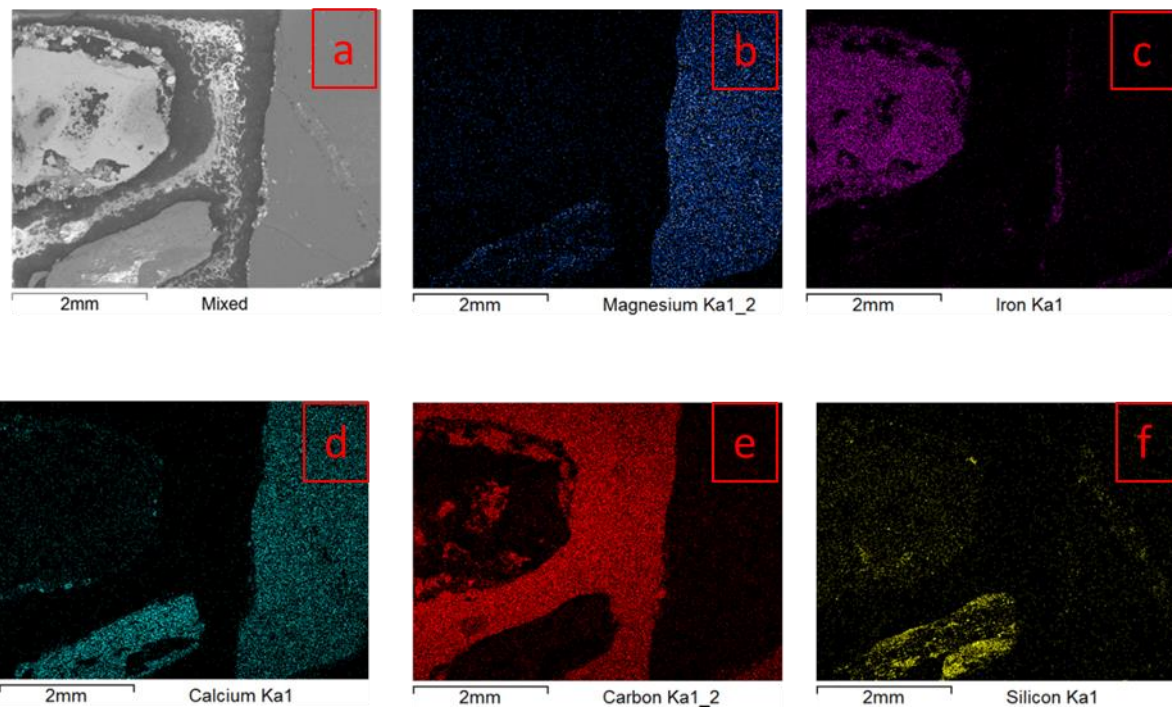


Figura 57 – Análise elemental por EDS. Imagem dos elétrons retroespalhados (a), magnésio (b), ferro (c), cálcio (d), carbono (e), silício (f).

Por fim foi analisada uma amostra da menor granulometria (1,00 mm). A Figura 58 e a Figura 59 exibem, respectivamente, um mosaico em campo claro de MO e um mosaico em elétrons retroespalhados no MEV com uma área de interesse destacada para análise mais cuidadosa.

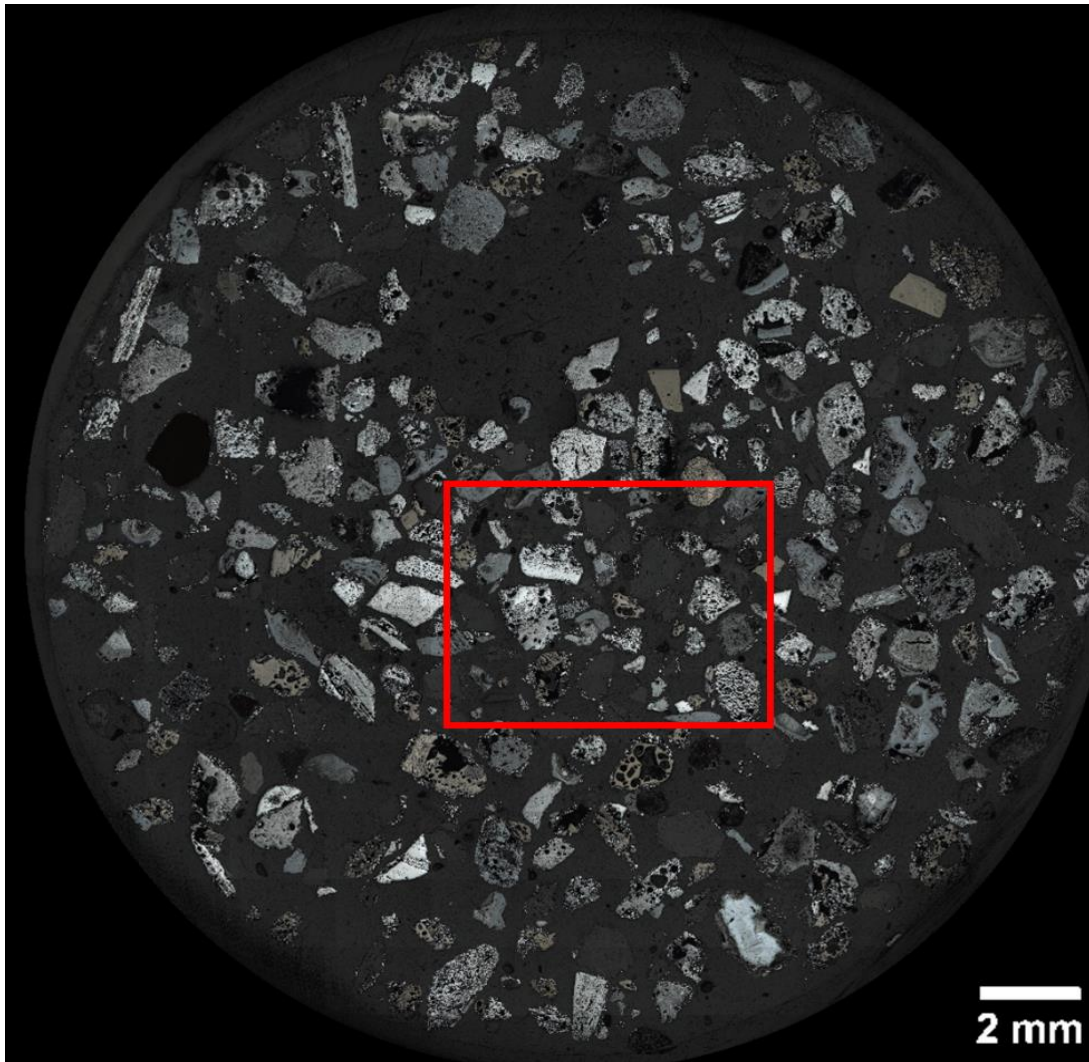


Figura 58 – Mosaico em MO de uma amostra de granulometria 1,00 mm

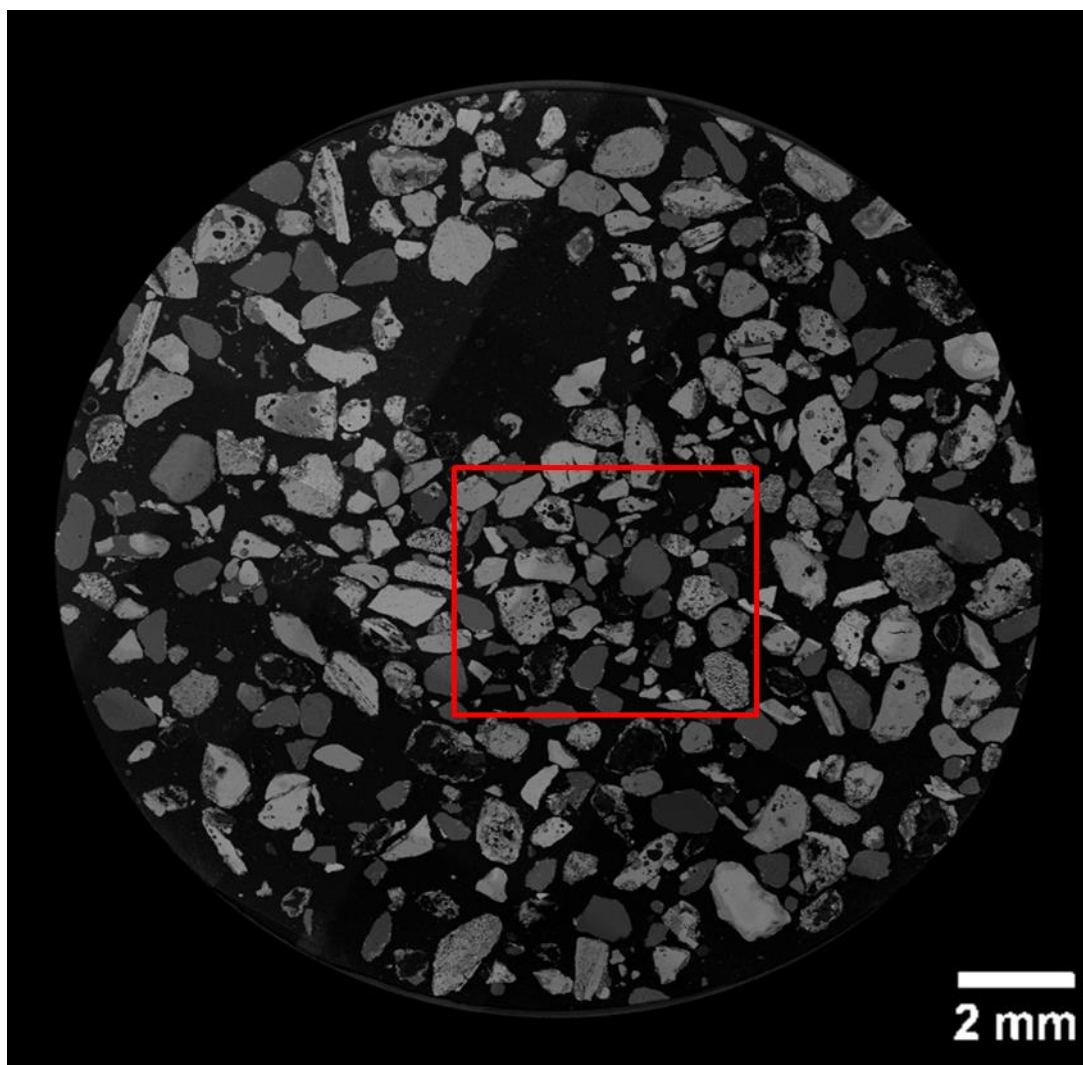


Figura 59 – Mosaico em MEV de uma amostra de granulometria 1,00 mm.

Utilizando o método de colocalização apresentado na seção 4.5, foi possível ajustar as áreas de destaque para melhor comparação (Figura 60 e Figura 61). O mapa elementar dessa área foi omitido desta dissertação devido ao seu tamanho, porém confirmou a existência das fases previamente discutidas sem acrescentar informações acerca de outras.

As fases apontadas com setas roxas indicam fases identificadas pelo MO: hematita (Fe_2O_3), magnetita ($\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) e goethita ($\text{FeO}(\text{OH})$). As fases apontadas com setas azuis indicam fases identificadas pelo MEV: calcário (CaCO_3) e quartzo (SiO_2). A fase apontada com seta verde indica uma fase identificada pela união de ambas as técnicas (o coque).

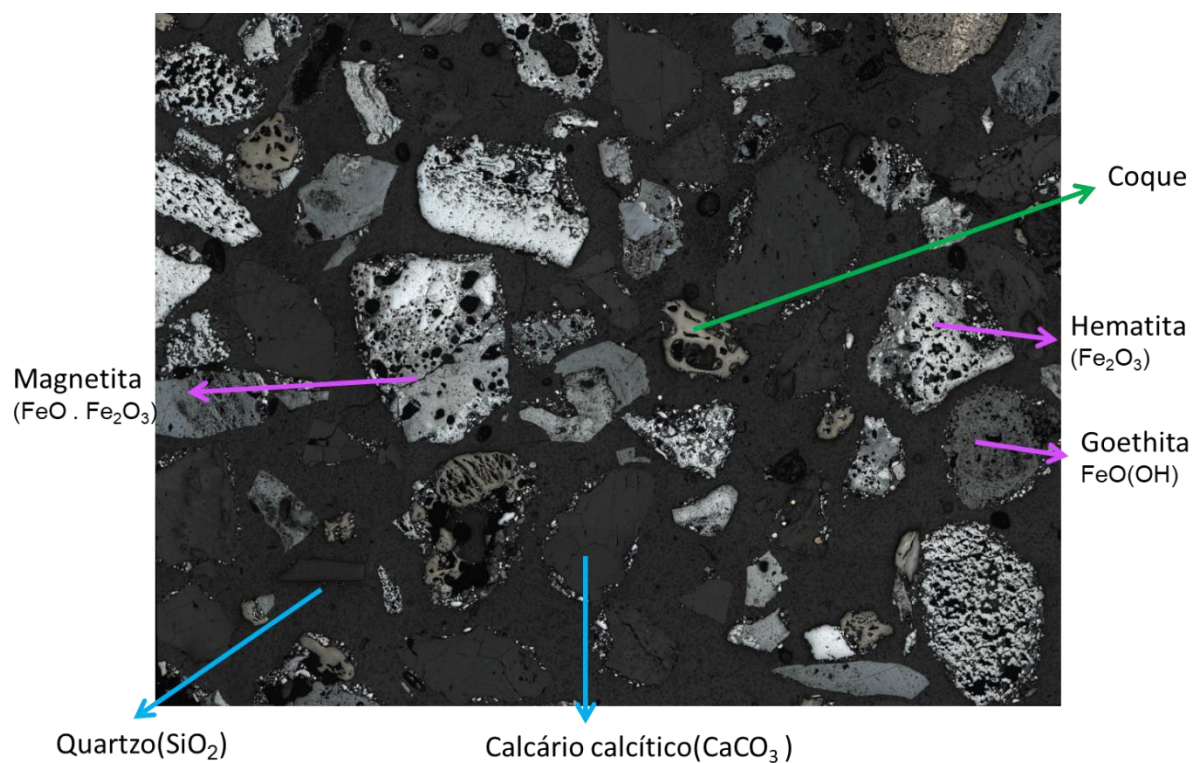


Figura 60 – Imagem em microscopia ótica com as fases identificadas pela MO (roxo), por MEV (azul) e a fase identificada pela análise de ambas (verde).

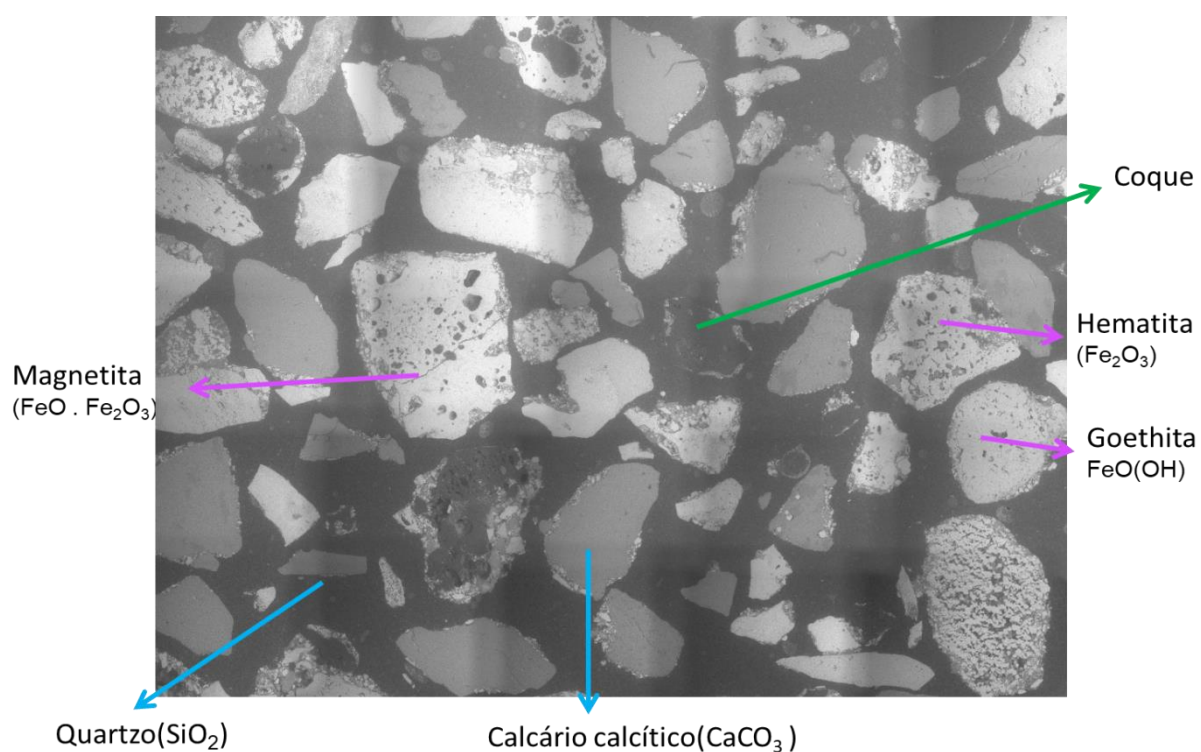


Figura 61 – Imagem em microscopia eletrônica de varredura com as fases identificadas pela MO (roxo), por MEV (azul) e a fase identificada pela análise de ambas (verde).

É interessante perceber o contraste entre hematita e magnetita nas partículas de sinter pelo MO, que ocorre devido aos diferentes compostos químicos terem refletâncias diferentes. Esse contraste, entretanto, desaparece no MEV, pois o número atômico médio de ambos os óxidos é similar.

5.3. Relatório

O relatório foi gerado utilizando o Latex, que é um sistema que permite a preparação automática de documentos. Um template foi desenvolvido pela equipe do laboratório, dessa forma um relatório pode ser criado a partir dos arquivos salvos pela rotina que contém os dados sobre a amostra. O relatório pode ser gerado para uma amostra individualmente, ou pode-se gerar um relatório de média para amostras de diferentes granulometrias de um mesmo caso.

Caso seja confeccionado individualmente, as Figura 62 e Figura 63 exibem as duas páginas de um relatório para uma amostra de 1,00 mm



Amostra: Mistura 9-1.00 mm
Projeto: Teste - Vale 02-03

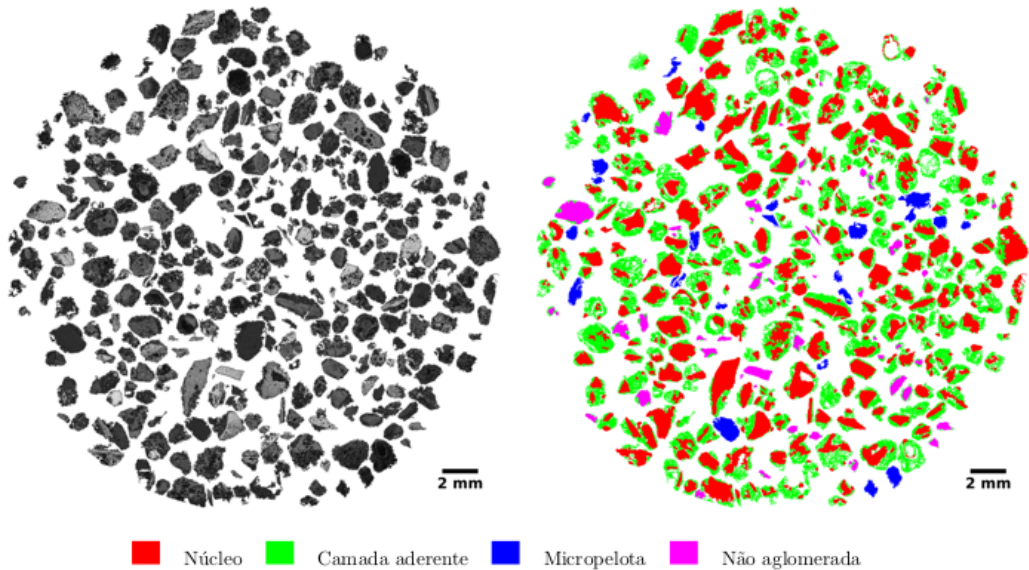


Figura 1: Aspecto geral da amostra e classificação das partículas

Tabela 1: Análise das Partículas

	Fração de Área (%)	Circularidade (mm)	Desvio Padrão
Quasipartículas	92,18	0,67	0,16
Micropelotas	3,62	0,62	0,17
Não aglomeradas	4,20	—	—

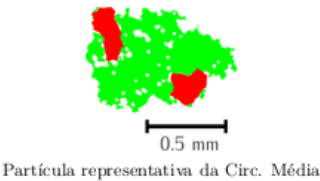


Tabela 2: Análise da Espessura da Camada Aderente †

	Espessura
(1) $\sum A_{Ca} / \sum A_{Qp}$	0,560
(2) $\sum (A_{Qp} \times IM_{Ca}) / \sum A_{Qp}$	0,110 mm
(3) $\sum IM_{Ca} / n$	0,102 mm

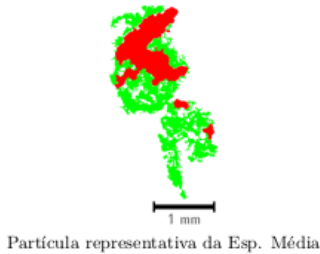


Tabela 3: Análise dos Núcleos das Quasipartículas

	Fração de Área (%)
Hematita	8,09
Sínter	46,78
Goethita	36,16
Magnetita	2,28
Outros	6,70

Observações
Campo disponível para observações

† A: Área - Ca: Camada Aderente - Qp: Quasipartícula - IM: Intensidade Média. (1) Espessura estimada pela razão entre a área total de camadas aderentes e a área total de quasipartículas; (2) Espessura estimada pelo mapa de distância euclidiana - Média ponderada pela área de quasipartícula; (3) Espessura estimada pelo mapa de distância euclidiana - Média aritmética.

Figura 62- Primeira página do relatório.



VALE

Centro de Tecnologia de Ferrosos
Laboratório de Caracterização de Materiais

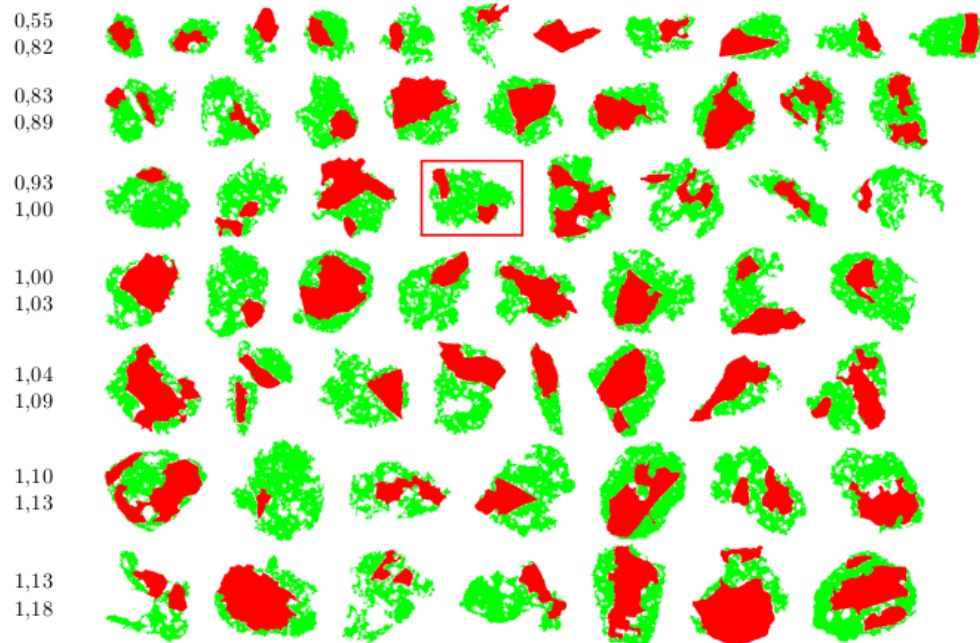
Sequência Ascendente de Diâmetro das Micropelotas

Mín / Máx Feret
(mm)



Sequência Ascendente de Diâmetro das Quasipartículas

Mín / Máx Feret
(mm)



1 mm

Figura 63- Segunda página do relatório.

A Figura 1 do relatório exibe a classificação em cores das partículas em quasipartículas (camada aderente + núcleo), micropelotas e partículas não aglomeradas.

A Tabela 1 do relatório exibe a fração de área correspondente a cada tipo de partícula, a circularidade média de cada classe e seu desvio padrão. Ao seu lado aparece uma imagem da partícula que mais se aproxima da circularidade média calculada.

A Tabela 2 do relatório exibe a análise da espessura da camada aderente por 2 métodos diferentes:

a. Uma simples razão entre a área total de camada aderente e a área total de quasipartículas, sendo adimensional por definição;

b. Uma medida de espessura obtida do mapa de distâncias euclidianas da camada aderente. Este método fornece um valor de espessura média para cada camada aderente de cada quasipartícula. Para obter uma média entre todas as camadas aderentes são utilizadas duas alternativas:

i. Uma média ponderada pela área das quasipartículas;

ii. Uma média aritmética simples. Ao lado da Tabela 2 do relatório aparece a imagem das quasipartículas cuja espessura média mais se aproxima daquela calculada pelo método 2.

A Tabela 3 do relatório exibe o resultado da classificação de fases dos núcleos das quasipartículas em: hematita, sínter, goethita, magnetita e outros; bem como um espaço para qualquer observação que tenha sido acrescentada durante a análise.

A segunda página do relatório exibe uma sequência ascendente de diâmetro das micropelotas, e em seguida das quasipartículas, sendo as partículas destacadas as escolhidas na página anterior como as mais representativas.

Caso seja escolhido fazer um relatório de médias, será gerado um relatório mais simples de apenas uma página, que contém as mesmas tabelas do caso anterior com os resultados obtidos pela média ponderada pela massa do sínter de cada amostra (Figura 64).



Centro de Tecnologia de Ferrosos
Laboratório de Caracterização de Materiais

Amostra: Nome da amostra

Projeto: Nome do Projeto

Relatório Média

Tabela 1: Distribuição Granulométrica

Faixa	Massa Retida (%)
4,76	25,00
2,83	20,00
1,00	10,00
-1,00	45,00

Tabela 2: Análise das Partículas

	Fração de Área (%)	Circularidade (mm)
Quasipartículas	52,20	0,36
Micropelotas	2,38	0,41
Não aglomeradas	0,42	—

Tabela 3: Análise da Espessura da Camada Aderente [†]

	Espessura
(1) $\sum A_{Ca} / \sum A_{Qp}$	0,329
(2) $\sum (A_{Qp} \times IM_{Ca}) / \sum A_{Qp}$	0,114 mm
(3) $\sum IM_{Ca} / n$	0,110 mm

Tabela 4: Análise dos Núcleos das Quasipartículas

	Fração de Área (%)
Hematita	5,75
Sínter	28,91
Goethita	10,98
Magnetita	0,23
Outros	9,14

[†] A: Área - Ca: Camada Aderente - Qp: Quasipartícula - IM: Intensidade Média. (1) Espessura estimada pela razão entre a área total de camadas aderentes e a área total de quasipartículas; (2) Espessura estimada pelo mapa de distância euclidiana - Média ponderada pela área de quasipartícula; (3) Espessura estimada pelo mapa de distância euclidiana - Média aritmética.

Figura 64- Relatório de média para 3 amostras de granulometrias diferentes de um mesmo caso

6

Conclusões e Trabalhos Futuros

O presente trabalho propôs-se a criar uma rotina automática no programa Fiji capaz de: identificar e classificar as partículas em 3 classes diferentes (quasipartículas, micropelotas e partículas não aglomeradas), classificar os núcleos das quasipartículas quanto a suas fases, quantificar e extrair parâmetros de forma das partículas e gerar um relatório automático contendo essas e outras informações. Tendo em vista essa proposta, o projeto foi bem sucedido e a rotina foi instalada na Vale para posterior uso dos seus técnicos.

Utilizando a técnica de segmentação por tons foi possível analisar as partículas da amostra excluindo-se a resina, o uso da filtragem por tamanho de objetos possibilitou a separação entre as partículas de maior e menor granulometria (núcleos/partículas não aglomeradas e micropelotas/camada aderente). Devido à complexidade da imagem e a inerente porosidade dos objetos, fez-se necessário o uso de operações morfológicas para o preenchimento e união de fragmentos (*fill holes* e *CLOSE*, por exemplo). Ademais, é imprescindível ressaltar a importância da função de reconstrução morfológica para classificar partículas de mesma granulometria quanto a tocarem outro objeto ou não (separando núcleos/camada aderente de partículas não aglomeradas/micropelotas). Outrossim, vale destacar a função de *local thickness*, que usa o clássico mapa de distâncias euclidianas para o cálculo da espessura média da camada aderente.

O uso de uma programação avançada em Latex permitiu a geração automática de um documento ao final da rotina que reúne todos os dados relevantes levantados pela mesma. O relatório pode ser gerado individualmente para cada amostra, ou pode realizar uma média ponderada pela massa dos resultados para amostras das 3 granulometrias de um mesmo caso. O relatório apresenta uma imagem da classificação de partículas (Figura 44), uma tabela com a fração de área de cada classe de partículas, uma tabela apresentando os parâmetros de forma mais importantes, uma tabela para a apresentação espessura média da camada aderente e

uma tabela com o percentual das fases encontradas nos núcleos das quasipartículas. O relatório também conta com a seleção e exibição das quasipartículas da amostra que mais se aproximam dos valores médios de circularidade e espessura da camada aderente, bem como uma ordenação de todas as micropelotas e quasipartículas por ordem de tamanho.

Os resultados obtidos pelo MEV complementam o conhecimento teórico sobre a composição das partículas da amostra, sendo possível identificar fases como o coque, calcário e quartzo que se confundem com a resina em MO. Entretanto, não é possível utilizar as imagens de MEV para a rotina automática. Além disso, adaptar a rotina para analisar imagens de MEV é contraproducente, pois o custo do MEV torna proibitivo o seu uso para a captura corriqueira de imagens acompanhantes das imagens de MO.

Enxergam-se como limitações e possíveis trabalhos futuros: um escurecimento da resina da amostra para melhor segmentação das partículas, um refino suave dos parâmetros estabelecidos durante o processamento de imagens, uma validação dos resultados obtidos pela rotina comparados àqueles realizados por operadores, estabelecimento de uma correlação dos atributos extraídos pela rotina com o comportamento posterior do sínter, uma tentativa de dispersão das partículas para evitar que haja partículas contíguas sendo analisadas como uma só.

Por fim, vale novamente ressaltar a importância deste trabalho para a área de análise de imagens da sinterização. Não há praticamente nenhuma referência acerca de análise de imagens do microaglomerado, o que torna esta pesquisa pioneira no ramo.

- 1 LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. **Introdução ao Tratamento de Minérios**. Comunicação Técnica elaborada para a 4ª Edição do Livro de Tratamento de Minérios, 2004.
- 2 LUZ, A. B.; et al. **Tratamento de Minérios**. CETEM. Rio de Janeiro – RJ, 2002
- 3 VIEIRA C. B., **Avaliação técnica de minérios de ferro para sinterização nas siderúrgicas e minerações brasileiras: uma análise crítica**, 2003.
- 4 ISHIKAWA Y., **Latest development of sintering technology**, chapter 28, p 503-525, 1967.
- 5 DAWSON P. R., **Recent developments in iron ore sintering**, 1993.
- 6 MACHADO, M. L. P.; SOBRINHO, V. P. F. M.; ARRIVABENE, L. F. **Siderurgia para Não Siderurgistas**. Vitória – ES, 2003.
- 7 GONZALEZ R. C., WOODS R. E., **Digital Image Processing**, 2ª edição, 1992.
- 8 AUGUSTO S. K. **Identificação Automática do Grau de Maturação de Pelotas de Minério de Ferro**, 2012.
- 9 PACIORNIK, S. **Notas de Aula**. Disciplina de Processamento Digital de Imagens. Departamento de Engenharia dos Materiais – PUC-Rio. 2010. Disponível em: <www.deqm.puc-rio.br/cursos/ipdi>. Acesso em: 15 jan. 2018.
- 10 LEGLAND, D.; ARGANDA-CARRERAS, I. & ANDREY, P. (2016), **MorphoLibJ: integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ**, *Bioinformatics* (Oxford Univ Press) 32(22): 3532-3534, PMID 27412086, doi:10.1093/bioinformatics/btw413 (on Google Scholar).
- 11 Disponível em: <https://homepages.inf.ed.ac.uk/rbf/HIPR2/dilate.htm>. Acessado em 08/01/2018.
- 12 ALVAREZ, J. C.; WAGNER, D. B.; SCHINAZI, G. **Qualitative and quantitative evaluation of iron ore sinters through digital microscopy**, Ninth International Congress for Applied Mineralogy. Brisbane Australia, 2008
- 13 MAGALHÃES, M.S.; BRANDÃO, P.R.G., **Microstructures of industrial sinters from Quadrilatero Ferrifero's iron ores, Minas Gerais State, Brazil**. *Journal of Mining Engineering- Elsevier*, 2003
- 14 Disponível em: <http://fiji.sc/>. Acessado em 25/08/2017.
- 15 SCHINDELIN, J.; ARGANDA-CARRERAS, I. & FRISE, E. ET AL. (2012), **"Fiji: an open-source platform for biological-image analysis"**, *Nature*

methods 9(7): 676-682, PMID 22743772, doi:10.1038/nmeth.2019 (on Google Scholar).

- 16 Disponível em: <<https://imagej.net/MorphoLibJ>>Acessado em 08/01/2018.
- 17 SAITO, T.; TORIWAKI, J. **New algorithms for Euclidean distance transformation on an n-dimensional digitized picture with applications.** Pattern Recognition p. 1551-1565, 1994.
- 18 HILDEBRAND,T; RÜESGSEGGER, P. **A new method for the model-independent assessment of thickness in three-dimensional images**”, Journal. of Microscopy, 185 (1996) 67-75.
- 19 MANNHEIMER,W,A. **Microscopia dos Materiais- Uma Introdução.** RJ- Rio de Janeiro, 2002.
- 20 PACIORNIK, S. **Notas de Aula.** Disciplina de Microscopia Quantitativa. Departamento de Engenharia dos Materiais – PUC-Rio. 2010. Disponível em <www.deqm.puc-rio.br/cursos/micquant>. Acesso em: 15 jan. 2018.
- 21 DEDAVID, A.B.; GOMES, C.I; MACHADO, G.**Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras.** Porto Alegre- Rio Grande do Sul, 2007
- 22 SÁNCHEZ SORZANO, C.Ó.; THÉVENAZ, P.; UNSER, M. **Elastic Registration of Biological Images Using Vector-Spline Regularization,** IEEE Transactions on Biomedical Engineering, vol. 52, no. 4, pp. 652-663, April 2005.
- 23 ARGANDA-CARRERAS, I.; SORZANO ,C. O. S.; MARABINI , R.; CARAZO, J.-M.; SOLORZANO, C.O; KYBIC, J. **Consistent and Elastic Registration of Histological Sections using Vector-Spline Regularization,**] Lecture Notes in Computer Science, Springer Berlin / Heidelberg, volume 4241/2006, CVAMIA: Computer Vision Approaches to Medical Image Analysis, pages 85-95, 2006.
- 24 Disponível em: <<https://imagej.net/BUnwarpJ>>. Acessado em 21/08/2017.
- 25 GOMES, O. F. M. **Microscopia Co-Localizada: Novas Possibilidades na Caracterização de Minérios.** Tese de Doutorado – Departamento de Ciência de Materiais e Metalurgia, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.