

CARACTERIZAÇÃO QUANTITATIVA DE MINÉRIO DE FERRO POR MICROSCOPIA CO-LOCALIZADA

Otávio da Fonseca Martins Gomes ¹
Sidnei Paciornik ²

Resumo

Apesar do progresso nos sistemas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), estes instrumentos não são capazes de identificar e discriminar os principais minerais de minérios de ferro (hematita e magnetita). Já a microscopia óptica de luz refletida (MO) pode facilmente distinguir estes óxidos de ferro por suas refletâncias, mas não consegue discriminar quartzo e resina epóxi. Deste modo, a caracterização microestrutural quantitativa dos minérios de ferro ainda é um desafio. No presente trabalho, uma metodologia de microscopia co-localizada que combina imagens adquiridas em MO e em MEV é aplicada na caracterização quantitativa de um minério de ferro itabirítico. A chamada microscopia co-localizada MO-MEV é capaz de discriminar as fases que não são distinguíveis por MO (resina epóxi e quartzo) e por MEV (hematita e magnetita) por meio desta abordagem multimodal, possibilitando a subsequente quantificação mineralógica. A metodologia utilizada emprega uma rotina automática baseada em técnicas de Análise de Imagens e Reconhecimento de Padrões. A quantificação mineralógica realizada por análise de imagens é consistente com os resultados independentemente obtidos pela técnica de Rietveld.

Palavras-chave: Minério de ferro; Caracterização; Microscopia; Análise de imagem.

IRON ORE QUANTITATIVE CHARACTERIZATION BY CO-SITE MICROSCOPY

Abstract

Despite progress in Scanning Electron Microscopy (SEM) automatic instruments, these systems are not capable of performing the identification and discrimination of major iron ore minerals (hematite and magnetite). On the other hand, Reflected Light Microscopy (RLM) can easily distinguish these iron oxides by their reflectancies, but it cannot discriminate quartz and epoxy resin, which presents similar color on images. Therefore, iron ore quantitative microstructural characterization is still a challenge. In the present work, a Co-Site Microscopy methodology that combines images obtained by RLM and SEM is applied to perform a quantitative characterization of an itabiritic iron ore. The so-called RLM-SEM Co-site Microscopy can discriminate phases that are not distinguishable with either RLM (epoxy resin and quartz) or SEM (hematite and magnetite) through this multimodal approach, allowing the subsequent mineralogical quantification. The applied methodology employs an automatic routine based on Image Analysis and Pattern Recognition techniques. The mineralogical quantification computed by image analysis was consistent with independently obtained results based on the Rietveld technique.

Key words: Iron ore; Characterization; Microscopy; Image analysis.

I INTRODUÇÃO

A comercialização de minérios de ferro é feita a partir da especificação de sua composição química e distribuição granulométrica. Entretanto, nos últimos anos, tem havido um crescente interesse por estudos de caracterização de minérios de ferro que levem em conta outras características, como a composição mineralógica e a microestrutura (textura). Esse tipo de estudo contribui para propiciar melhorias na eficiência dos processos siderúrgicos e de beneficiamento mineral.⁽¹⁻³⁾

A microscopia óptica de luz refletida é tipicamente usada para a caracterização qualitativa de minérios de ferro, pois as fases minerais mais comumente presentes (hematita, magnetita, goethita e quartzo) podem ser visualmente identificadas ao microscópio óptico.⁽⁴⁾ De fato, as refletâncias desses minerais são bem distintas.⁽⁵⁾

Sistemas automáticos de Análise Digital de Imagens são capazes identificar e discriminar hematita, magnetita e goethita por meio de suas cores em imagens ópticas. No entanto, quartzo

¹Eng. Químico, D.Sc., Centro de Tecnologia Mineral, Ministério da Ciência e Tecnologia – CETEM/MCT. Av. Pedro Calmon, 900, Cep 21941-908, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: ogomes@gmail.com

²Eng. Eletrônico e Físico, D.Sc., Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC/Rio, R. Marquês de São Vicente, 225, Cep 22453-900, CP 38008, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: sidnei@puc-rio.br.

e resina epóxi apresentam praticamente a mesma refletância ao longo de todo o espectro de luz visível⁽⁶⁾ e, deste modo, não podem ser distinguidas somente por suas refletâncias. Na verdade, este é um problema clássico da microscopia de minérios que impossibilita este tipo de caracterização microestrutural pelas técnicas de microscopia óptica de luz refletida e de análise de imagens.

Por outro lado, um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com um detector de elétrons retro-espalhados pode gerar imagens em que a intensidade de cada pixel é proporcional ao número atômico médio na posição correspondente.⁽⁷⁾ Neste tipo de imagem, quartzo e resina epóxi apresentam intensidades bem distintas, devido a seus diferentes números atômicos médios. Goethita também exibe um nível de cinza diferente, mas hematita e magnetita têm números atômicos médios similares (20,59 e 21,02, respectivamente) e, conseqüentemente, apresentam níveis de cinza bem próximos, o que na prática impede sua discriminação.

A discriminação de hematita e magnetita em imagens de elétrons retro-espalhados requer um contraste extremo na imagem. Contudo, essa condição de contraste impossibilita a segmentação de outras fases. Assim, a discriminação completa desses minerais não é possível com esse tipo de microscopia. Além disso, na prática, nem mesmo sistemas automatizados de MEV com microanálise por dispersão de energia de raios X (EDS) conseguem diferenciar hematita e magnetita.

Deste modo, a caracterização microestrutural quantitativa de minérios de ferro permanece um desafio.

No presente trabalho, foi aplicada uma metodologia de microscopia co-localizada⁽⁸⁾ que combina imagens obtidas por microscópio óptico e MEV na caracterização quantitativa de um minério de ferro itabirítico, composto principalmente por hematita, magnetita, goethita e quartzo. A chamada microscopia co-localizada MO-MEV^(8,9) amplia a capacidade analítica do MEV agregando informação de cor (refletância), advinda do microscópio óptico, de modo a permitir a discriminação de hematita e magnetita. Essa metodologia emprega uma rotina automática, baseada em técnicas de Análise Digital de Imagens e Reconhecimento de Padrões, para realizar a quantificação mineralógica.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Seleção e Preparação de Amostra

Um minério de ferro itabirítico do Quadrilátero Ferrífero foi selecionado como estudo de caso. O minério foi classificado e segregado em líquido denso. Foi empregada a amostra -I49+I05 μm com densidade maior que 3,2.

A amostra foi embutida em resina epóxi e subsequentemente desbastada e polida, conforme a preparação tradicional de seção polida para observação ao microscópio óptico. Após a aquisição de imagens ao microscópio óptico, a seção polida foi coberta com carbono evaporado de modo a torná-la condutora e adequada à análise ao MEV.

2.2 Aquisição de Imagens ao Microscópio Óptico

Foi utilizado um microscópio óptico motorizado e controlado por computador Zeiss Axioplan 2 ie com uma câmera digital Zeiss AxioCam HR (1.300 x 1.030 pixels) acoplada. Uma função especialmente desenvolvida, implementada como rotina de macro no software KS400 (Carl Zeiss Vision), foi empregada para o controle do microscópio e da câmera e para a aquisição das imagens. Esta função integra e automatiza diversos procedimentos como varredura da amostra, focalização automática (autofoco), correção de fundo e aquisição de imagens.

A iluminação do microscópio foi mantida sempre constante através do controle digital da tensão da lâmpada. Os parâmetros de ajuste da câmera, como sua sensibilidade, o tempo de exposição e o ajuste de branco, foram otimizados inicialmente para um campo representativo da amostra e então mantidos constantes também. Foi utilizada a lente objetiva de 10X (NA 0,20), dando às imagens resolução de 1,05 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

Um padrão de refletância de carboneto de silício foi utilizado para gerar uma imagem de fundo. Esta imagem foi subsequentemente empregada em um procedimento automático de correção de fundo⁽¹⁰⁾ de modo a corrigir todas as imagens adquiridas.

Assim, foram adquiridas imagens coloridas (RGB, 24 bits) de 81 campos regularmente espaçados na seção polida, através da varredura da amostra e focalização automáticas. A posição de cada campo foi armazenada em uma base de dados para a subsequente aquisição de imagens no MEV.

2.3 Aquisição de Imagens ao MEV

Um MEV LEO S440 foi usado para adquirir uma imagem de elétrons retro-espalhados de cada campo observado ao microscópio óptico. Neste procedimento, a amostra deve ser posicionada na platina do MEV de maneira similar à que foi fixada na platina do microscópio óptico. É desnecessário e na prática impossível pôr a amostra exatamente do mesmo modo. Contudo, um arranjo similar pode facilitar e acelerar o registro das imagens.

A magnificação no MEV foi ajustada para se obter a mesma resolução óptica. Outros parâmetros operacionais do MEV foram inicialmente ajustados e mantidos constantes para todas as imagens. Então, a base de dados com as posições dos campos foi carregada em uma função desen-

volvida para o software de controle do MEV. Esta função converte as coordenadas da platina do microscópio óptico em coordenadas do MEV e, em seguida, movimenta a platina para cada campo e faz a aquisição automática das imagens. Assim, foram adquiridas imagens de elétrons retro-espalhados dos 81 campos observados ao microscópio óptico.

2.4 Registro de Imagens

Registro espacial de imagens, ou simplesmente registro, é a operação de superposição de duas ou mais imagens de uma mesma área (ou volume) obtidas por diferentes sensores ou em diferentes condições. O registro é a etapa crítica em qualquer procedimento de análise de imagens em que haja um ganho pela combinação de informações de diversas origens. Tipicamente, o registro de imagens é requerido em aplicações de Sensoriamento Remoto e Medicina por Imagem para combinar e comparar imagens.⁽¹¹⁾

No presente trabalho, foi empregado um procedimento automático de registro para as imagens de microscopia óptica e MEV, desenvolvido e implementado no sistema Matlab (MathWorks) por Gomes.⁽⁸⁾ Este procedimento automaticamente alinha, pixel a pixel, o par de imagens de cada campo. Ao final do processo, as imagens alinhadas são cortadas de modo a representar exatamente o mesmo campo. A Figura 1 mostra um par de imagens de um campo obtido por microscopia óptica e MEV, após o registro.

O procedimento de registro realiza um acurado alinhamento dos dois tipos de imagem obtidos para cada campo. Assim, de fato, o registro constrói um imagem composta MO-MEV com quatro componentes (R, G, B e intensidade de elétrons retro-espalhados). Essa imagem pode ser então analisada por uma rotina baseada em técnicas de Análise Digital de Imagens e Reconhecimento de Padrões, a fim de se reconhecer as diferentes fases, como mostrado na seção a seguir.

2.5 Análise de Imagens

O procedimento de análise de imagens foi realizado por uma rotina automática implementada no ambiente Matlab. Esta rotina executa a seguinte sequência de processamento e análise:

- delimitação de todas as imagens para redução do chamado efeito halo, tornando-as mais adequadas a subsequente etapa de segmentação;
- segmentação automática da resina, quartzo, goethita e uma fase composta hematita-magnetita nas imagens de MEV, por meio de classificação supervisionada⁽¹²⁾ de pixels;
- segmentação automática de hematita e magnetita, por meio de segmentação por classificação supervisionada de pixels das imagens compostas MO-MEV;
- pós-processamento lógico e morfológico⁽¹³⁾ para eliminar pequenos objetos espúrios que ocorrem principalmente nas bordas entre fases; e
- medição da fração de área de cada fase presente.

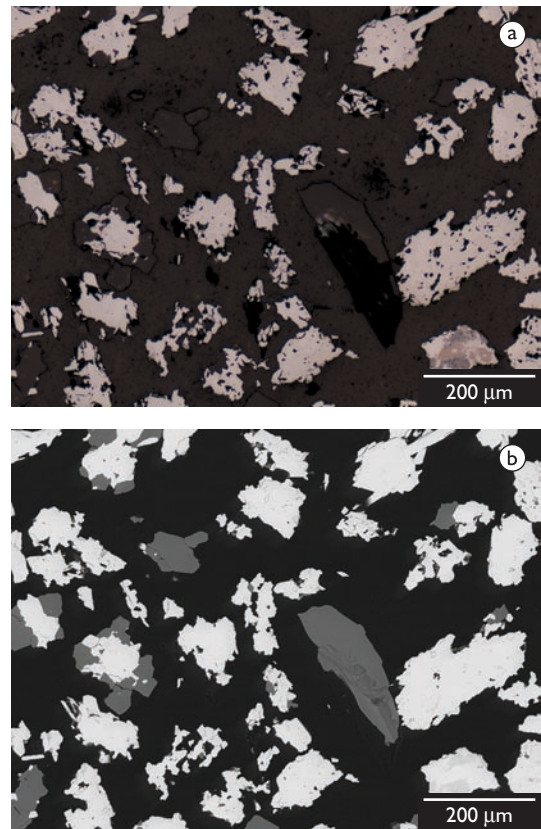


Figura 1. Imagens de um campo obtidas por microscopia óptica (a) e MEV (b), depois do registro.

A etapa de treinamento dos procedimentos de classificação envolveu a amostragem de pixels das cinco classes (resina, quartzo, goethita, magnetita e hematita). Na prática, 1.000 pixels de cada fase foram selecionados interativamente com o mouse a partir de uma imagem composta MO-MEV para formar o conjunto de treinamento.

Outros 1.000 pixels de cada fase foram selecionados do mesmo modo para compor o conjunto de validação. O erro obtido na validação do sistema de classificação foi de 0,36%.

As imagens de MEV foram segmentadas por meio da classificação de seus pixels em resina, quartzo, goethita ou uma fase composta hematita-magnetita. A intensidade dessas imagens foi utilizada como característica e um classificador de Bayes⁽¹²⁾ foi empregado para reconhecer a fase de cada pixel.

As imagens compostas MO-MEV foram segmentadas por meio da classificação de seus pixels em uma das cinco classes pré-definidas. As quatro componentes (R, G, B e intensidade de elétrons retroespalhados) dessas imagens foram usadas como características e um classificador de Bayes foi utilizado como função discriminante.

Essas imagens segmentadas foram empregadas apenas para discriminar hematita e magnetita nas imagens de MEV segmentadas. Em seguida, operações lógicas e morfológicas foram usadas em uma sub-rotina de pós-processamento para eliminar pequenos objetos espúrios.

A fração de área das fases foi medida em cada imagem final resultante. Além disso, a partir desses resultados, foram obtidas as frações volumétricas e as frações mássicas de cada mineral foram calculadas baseadas nas suas massas específicas teóricas.

2.6 Difração de Raios X

A composição mineralógica também foi quantificada por difração de raios X através do método de Rietveld.⁽¹⁴⁾ Os dados de difração de raios X foram coletados em um equipamento Bruker-AXS D4 Endeavour, com tubo de cobalto a 40 kV e 40 mA, e com um detector linear LynxEye. A quantificação mineralógica foi realizada pelo software Bruker TOPAS R.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O resultado fornecido pela rotina de análise de imagens é uma imagem em níveis de cinza por campo. Nesta imagem, cada fase é representada por um nível de cinza. Assim, pixels reconhecidos como resina têm intensidade 1, pixels reconhecidos como quartzo têm intensidade 2, e assim por diante. A Figura 2 apresenta a imagem resultante da análise das imagens mostradas na Figura 1. De modo a facilitar a visualização, foi aplicada uma tabela de cores a esta imagem.

A amostra do presente estudo de caso já foi utilizada em um artigo anterior de Gomes e Paciornik⁽¹⁵⁾, no qual um método híbrido semi-automático foi empregado para analisar as imagens, obtendo-se resultados semelhantes.

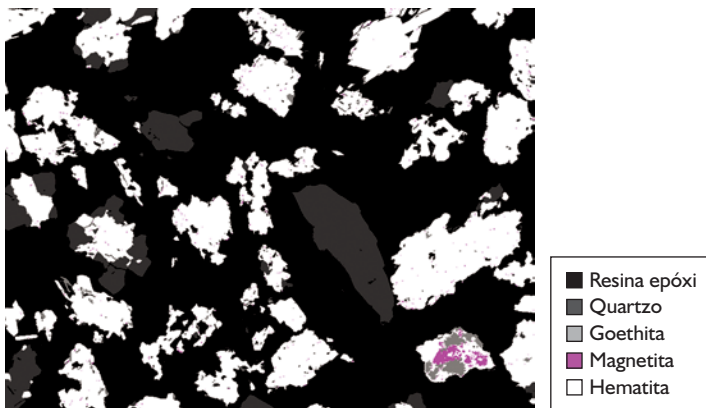


Figura 2. Imagem resultante da análise das imagens mostradas na Figura 1 e, ao lado, a tabela de cores de visualização.

REFERÊNCIAS

- 1 PIRARD, E.; LEBICHOT, S. Image analysis of iron oxides under the optical microscope. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 8., 2004, Águas de Lindóia. *Anais...* São Paulo: ICAM-BR, 2004. p. 153-6.

A Tabela 1 mostra as frações de fase, em peso por peso (% p/p), medidas pela rotina automática de análise de imagens e pelo método de Rietveld, assim como o erro entre estas medidas. Como pode ser observado na referida tabela, os resultados obtidos por análise de imagens foram bastante similares aos obtidos pelo método de Rietveld.

Tabela 1. Frações de fase (% p/p) medidas por análise de imagens e pelo método de Rietveld.

Mineral	Análise de imagens (% p/p)	Rietveld (% p/p)	Erro absoluto (% p/p)
Quartzo	8,7	10,1	1,4
Goethita	1,6	1,5	0,1
Magnetita	1,0	1,2	0,2
Hematita	88,7	87,2	1,5

4 CONCLUSÃO

Foi desenvolvida uma metodologia de microscopia co-localizada que combina imagens obtidas por microscopia óptica de luz refletida (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Assim chamada microscopia co-localizada MO-MEV foi testada na caracterização de um minério de ferro itabirítico, mostrando sua capacidade analítica com excelentes resultados. A rotina automática de análise de imagens foi capaz de reconhecer todas as fases, distinguindo simultaneamente quartzo de resina epóxi e hematita de magnetita.

A metodologia apresentada no presente trabalho consiste em uma melhoria em relação à mostrada no trabalho anterior dos autores, pois a rotina de análise de imagens foi totalmente automatizada.

A quantificação mineralógica calculada por meio da análise digital de imagens foi consistente com os resultados independentemente obtidos pelo método de Rietveld. Assim, a microscopia co-localizada MO-MEV consiste em uma técnica efetiva para a caracterização quantitativa de minério de ferro.

- 2 SANTOS, L.D.; BRANDÃO, P.R.G. LM, SEM and EDS study of microstructure of Brazilian iron ores. *Microscopy and Analysis*, v. 19, n. 1, p. 17-9, Jan. 2005.
- 3 WAGNER, D.T.; ROUCO, H.V.; GOMES, O.D.M; PACIORNIK, S.; VIEIRA, M.B. Iron ore pellet characterization through digital microscopy. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON IRON ORE, 2., 2008, São Luís. *Proceedings...* São Paulo: ABM, 2008. p. 231-6.
- 4 ALVAREZ, J.C.; WAGNER, D.T.; SCHINAZI, G.; GOMES, O.D.M.; MAURÍCIO, M.H.P; PACIORNIK, S.; VIEIRA, M.B. Qualitative and quantitative evaluation of iron ore sinters through digital microscopy. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 9., 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: AusIMM, 2008. p. 669-72.
- 5 CRIDDLE, A.J.; STANLEY, C.J. *Quantitative data file for ore minerals*. 3. ed. London: Chapman & Hall, 1993.
- 6 NEUMANN, R.; STANLEY, C.J. Specular reflectance data for quartz and some epoxy resins: implications for digital image analysis based on reflected light optical microscopy. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 9., 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: AusIMM, 2008. p. 703-5.
- 7 GOLDSTEIN, J.I.; NEWBURY, D.E.; ECHLIN, P; JOY, D.C.; ROMIG Jr., A.D.; LYMAN, C.E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists and geologists*. 2. ed. New York: Plenum, 1992.
- 8 GOMES, O.D.M. *Microscopia co-localizada: novas possibilidades na caracterização de minérios*. 2007. 103 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2007.
- 9 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Co-site microscopy: combining reflected light and scanning electron microscopy to perform ore mineralogy. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 9., 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: AusIMM, 2008. p. 695-8.
- 10 PIRARD, E.; LEBRUN, V.; NIVART, J.F. Optimal Acquisition of Video Images in Reflected Light Microscopy. *European Microscopy and Analysis*, v. 60, p. 19-21, July 1999.
- 11 ZITOVA, B.; FLUSSER, J. Image registration methods: a survey. *Image and Vision Computing*, v. 21, n. 11, p. 977-1000, Oct. 2003.
- 12 DUDA, R.O.; HART, P.E.; STORK, D.G. *Pattern classification*. 2 ed. New York: Wiley-Interscience, 2001.
- 13 GONZALEZ, R.C.; WOODS, R.E. *Digital image processing*. 2. ed. Upper Saddle River: Prentice-Hall, 2002.
- 14 RIETVELD, H.M. Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. *Acta Crystallographica*, v. 22, n. 1, p. 151-2, Jan. 1967.
- 15 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Iron ore quantitative characterisation through reflected light-scanning electron co-site microscopy. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 9., 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: AusIMM, 2008. p. 699-702.

Recebido em: 14/04/2009

Aceito em: 2/11/2009