

# CARACTERIZAÇÃO QUANTITATIVA DE SÍNTER

Julio Cesar Alvarez Iglesias<sup>1</sup>  
 Otávio da Fonseca Martins Gomes<sup>2</sup>  
 Gustavo Schinazi<sup>3</sup>  
 Sidnei Paciornik<sup>4</sup>  
 Maria Beatriz Vieira<sup>5</sup>

## Resumo

O presente trabalho propõe uma metodologia para a caracterização microestrutural quantitativa de sinter de minério de ferro. Amostras de sinter com cerca de 3 cm foram embutidas em resina, lixadas e polidas. Para cada seção polida, foram adquiridas imagens em mosaico cobrindo toda a área da seção (lente objetiva de 5×). Uma rotina automática analisou as imagens, medindo as frações de área de cada fase, inclusive poros. Além disso, para comparação, foram também adquiridas e analisadas mais de 1.500 imagens de campos em mais alta resolução (objetiva de 20×). Os resultados obtidos em diferentes resoluções são bem semelhantes para as fases hematita, magnetita e ferritos. Contudo, há uma grande discrepância - cerca de 40% de erro relativo - nas medidas dos silicatos. Da mesma forma, os resultados independentemente obtidos por difratometria de raios X são consistentes com as medidas por análise de imagens, com exceção dos silicatos.

**Palavras-chave:** Sinter; Minério de ferro; Microscopia digital; Análise de imagem.

## IRON ORE SINTER QUANTITATIVE CHARACTERIZATION

### Abstract

A methodology for quantitative microstructural characterization of iron ore sinters is proposed. Sinter samples with ≈3 cm diameter were mounted in resin, ground and polished. For each sample, mosaic images covering the entire sample were acquired (5× objective lens). An automatic image analysis routine was employed to measure the area fraction of each phase, including pores. In addition, more than 1.500 images were also acquired and analyzed in higher resolution (20× objective). The results obtained from different resolutions are very similar for hematite, magnetite and ferrites. However, there is a wide variation - about 40% - in silicates fractions. Likewise, X-ray diffraction results are consistent with the measurements carried out by image analysis, except for silicates.

**Key words:** Sinter; Iron ore; Digital microscopy; Image analysis.

## I INTRODUÇÃO

O uso crescente do minério de ferro e seus derivados na fabricação de bens de consumo mostra a importância desse segmento para a economia nacional e mundial. Contudo, devido à menor disponibilidade de minérios de alto teor, é crescente a tendência de produção de concentrados por beneficiamento mineral. Desta forma, as empresas precisam investir cada vez mais no aprimora-

mento dos seus produtos. Neste contexto, a análise quantitativa dos finos de minérios de ferro e seus aglomerados torna-se foco de grande atenção para suportar a avaliação do seu desempenho nos processos siderúrgicos. O aprofundamento do conhecimento da qualidade do produto requer a avaliação de características específicas, como constituição mineral, microestrutura, porosidade etc.

<sup>1</sup>Físico, M.Sc., Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio, Rua Marquês de São Vicente, 225, Cep 22453-900, CP 38008, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: julioc.alvarez@gmail.com

<sup>2</sup>Eng. Químico, D.Sc., Centro de Tecnologia Mineral – CETEM, Av. Pedro Calmon, 900, Cep 21941-908, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: ogomes@gmail.com

<sup>3</sup>Estudante de graduação, Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio, Rua Marquês de São Vicente, 225, Cep 22453-900, CP 38008, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: gustavoschinazi@gmail.com

<sup>4</sup>Eng. Eletrônico e Físico, D.Sc., Departamento de Engenharia de Materiais – DEMa, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio, Rua Marquês de São Vicente, 225, Cep 22453-900, CP 38008, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. E-mail: sidnei@puc-rio.br

<sup>5</sup>Geóloga, Centro de Tecnologia em Ferrosos (CTF), Vale, Av. Ligação, 3580, Cep 34000-000, Nova Lima, MG, Brasil. E-mail: maria.beatriz.vieira@vale.com

O Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio) e o Centro de Tecnologia em Ferrosos (CTF) da Vale vêm trabalhando no desenvolvimento e implantação de técnicas de microscopia digital<sup>(1)</sup> e análise de imagens, com o intuito de estabelecer rotinas de caracterização quantitativa de aglomerados de minério de ferro.<sup>(2-4)</sup> O que se busca são rotinas rápidas, de baixo custo e com maior reprodutibilidade.

O sinter é um material bastante heterogêneo, composto por uma diversidade de fases, tanto finas como grossas, além de porosidade e textura variadas.<sup>(5)</sup> Uma análise microestrutural representativa requer um grande número de campos ou uma imagem mosaico<sup>(6)</sup> cobrindo uma grande área de seção polida de sinter. Assim, é necessário combinar e otimizar métodos de caracterização em diferentes aumentos e coberturas espaciais de modo a propiciar velocidade à rotina.

O presente trabalho apresenta uma metodologia, baseada em microscopia óptica digital e análise de imagens, desenvolvida para automatizar ou auxiliar a quantificação de fases em sinteres de minério de ferro produzidos nas plantas piloto do Centro de Tecnologia de Ferrosos da Vale. Essa atividade visa suportar o desenvolvimento de novos produtos e trabalhos de assistência técnica aos seus clientes. A exatidão da quantificação das fases é avaliada em diferentes aumentos e a metodologia validada pela comparação com resultados obtidos por análise quantitativa de fases minerais por difratometria de raios X (método de Rietveld<sup>(7)</sup>).

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Preparação de Amostras

Amostras de sinteres foram cortadas e embutidas a frio em resina epóxi. Em seguida, os blocos assim montados foram lixados e polidos em politriz automática. Desse modo, foram obtidas seções polidas de sinter com cerca de  $30 \times 30 \text{ mm}^2$ . Essas amostras, denominadas Sinter Fragmento, foram analisadas por microscopia óptica e análise de imagens em diferentes resoluções.

Para se fazer a comparação entre técnicas analíticas, um bolo de um sinter foi britado e homogeneizado, e tomadas amostras para difratometria de raios X (DRX), microscopia óptica e análise de imagens. Essas amostras foram chamadas Sinter Britado.

A amostra Sinter Britado para microscopia foi embutida a frio em resina epóxi, lixada e polida, conforme a preparação tradicional. Já a amostra para DRX foi moída em moinho planetário e em moinho vibratório de barras até uma granulometria abaixo de  $10 \mu\text{m}$ . A essa amostra foram adicionados 20% de fluorita para servirem como padrão interno no método de Rietveld.

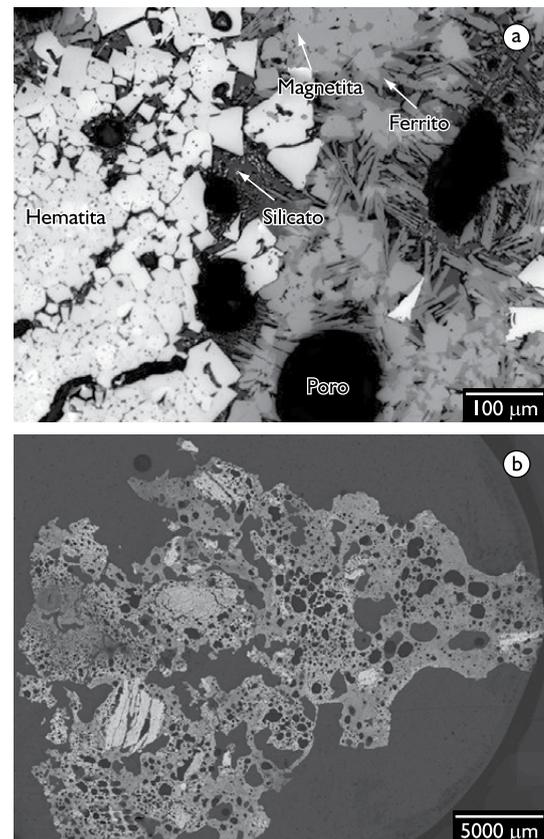
### 2.2 Aquisição de Imagens

A aquisição de imagens foi realizada pelo software AxioVision (V4.7, Carl Zeiss Vision) em um microscópio óptico motorizado e controlado por computador Zeiss Axioplan 2 ie com uma câmera digital Zeiss AxioCam HR ( $1.300 \times 1.030$  pixels).

Antes da aquisição das imagens das amostras, foi utilizado um padrão de refletância de carboneto de silício para gerar imagens de fundo, uma para cada lente objetiva empregada. Essas imagens de fundo foram subsequentemente usadas em um procedimento automático de correção de fundo a fim de corrigir todas as imagens adquiridas.

A iluminação do microscópio foi mantida sempre constante pelo controle digital direto da tensão da lâmpada. Os parâmetros da câmera, como sensibilidade, tempo de exposição e ajuste de branco, foram ajustados inicialmente para um campo representativo e depois mantidos constantes.

Nos experimentos realizados, descritos nas três seções a seguir, foram adquiridas imagens de campos individuais e imagens tipo mosaico. Utilizando-se as lentes de  $5\times$ ,  $10\times$  e  $20\times$ , obtiveram-se, respectivamente, resoluções de  $2,11$ ;  $1,05$ ; e  $0,53 \mu\text{m}/\text{pixel}$ . A Figura 1a mostra a imagem de um campo da amostra Sinter Fragmento adquirida com a lente objetiva de  $20\times$ .



**Figura 1.** Imagens típicas de sinter: a) um campo em alto aumento (objetiva de  $20\times$ ); e b) mosaico ( $12 \times 12$  campos) da amostra Sinter Fragmento (objetiva de  $5\times$ ).

As imagens tipo mosaico que cobrem toda a superfície da seção polida foram compostas a partir de várias imagens de campos parcialmente sobrepostos, obtidas com a lente objetiva de 5×. Na Figura 1b, pode ser observada uma imagem tipo mosaico da amostra Sínter Fragmento composta por  $12 \times 12 = 144$  imagens.

As fases presentes (hematita, magnetita, ferrito, silicato e poros) apresentam diferentes refletâncias<sup>(6)</sup> e, conseqüentemente, tons de cinza distintos nas imagens, como pode ser observado na Figura 1a. Deste modo, todas as imagens utilizadas neste trabalho foram adquiridas em tons de cinza, com quantização de 8 bits. Isto permitiu a redução dos requisitos de memória por um fator de três.

### 2.3 Avaliação do Efeito da Resolução

Para avaliar o efeito da resolução na exatidão da quantificação das fases em diferentes magnificações foram realizados dois experimentos. No primeiro, foi escolhida uma região aleatória de teste na seção da amostra Sínter Fragmento, e um único campo adquirido com a lente de 5× foi comparado com mosaicos compostos de  $2 \times 2$  campos e  $4 \times 4$  campos da mesma região, obtidos com as lentes objetivas de 10× e 20×, respectivamente.

O segundo experimento, mais extenso, foi realizado para verificar a confiabilidade dos resultados do primeiro. Três fragmentos, com cerca de  $30 \times 30 \text{ mm}^2$ , de sínteres distintos foram completamente analisados a partir de imagens adquiridas com as lentes objetivas de 5× e 20× para avaliação do efeito da resolução. Neste trabalho só é apresentado o resultado de um deles; os resultados completos podem ser vistos em Alvarez<sup>(3)</sup>.

Como um mosaico a 20× da amostra Sínter Fragmento seria uma imagem enorme, com mais de 2 GB, impossível de processar com os recursos computacionais disponíveis no laboratório, capturaram-se mais de 1.500 imagens de campos individuais e contíguos, de forma a cobrir toda a superfície da amostra. Essas imagens foram analisadas individualmente e os resultados obtidos foram comparados com as frações de fase medidas em um mosaico composto por imagens adquiridas com a objetiva de 5×, cobrindo também toda a superfície da amostra.

Em ambos os experimentos, as imagens adquiridas passaram pela seguinte seqüência de processamento e análise:

- delineação, para redução do efeito halo;
- segmentação das fases e dos poros, considerados como uma fase para efeito de análise, pela limiarização<sup>(9)</sup> interativa do histograma de intensidades;
- medição da fração de área de cada fase presente.

As condições cuidadosamente estabelecidas para a aquisição das imagens garantiram que a intensidade da luz refletida por cada fase fosse reprodutível e que, portanto, o valor digital dos pixels correspondentes fosse estável. Assim, foi possível a utilização de limiares de intensidade fixos, efetivamente automatizando a operação de segmentação.

### 2.4 Comparação entre Análise de Imagens e Difractometria de Raios X

Foi realizada uma comparação entre resultados obtidos por técnicas experimentais distintas e independentes, visando validar a metodologia desenvolvida. Assim, a amostra Sínter Britado foi quantificada por análise de imagens e por DRX pelo método de Rietveld.

O método de Rietveld é um método matemático que se baseia nos mínimos quadrados para aproximar o difratograma experimental de padrões calculados a partir dos parâmetros cristalográficos das fases presentes<sup>(7)</sup>.

Foram adquiridas 1.000 imagens de campos individuais em maior aumento (objetiva de 20×), cobrindo toda a área da seção transversal da amostra Sínter Britado. Então, usando a mesma rotina de análise de imagens empregada nos experimentos anteriormente descritos (seção 2.3), foram medidas as frações das fases do sínter (hematita, magnetita, ferritos e silicatos). A partir desses resultados, foram obtidas as frações volumétricas e as frações mássicas de cada mineral foram calculadas baseadas nas suas massas específicas teóricas.

A composição mineralógica dessa amostra foi também obtida pelo método de Rietveld. O difratograma de raios X, obtido pelo método do pó, foi coletado em um equipamento Bruker-AXS D4 Endeavor, nas seguintes condições de operação: radiação Co K $\alpha$  (40 kV/40 mA); velocidade do goniômetro de 0,02° (2 $\theta$ ) por passo, com tempo de contagem de 1 s por passo, e coletados de 4 a 80° (2 $\theta$ ), com detector sensível à posição LynxEye. O software utilizado para o cálculo da composição foi o Bruker TOPAS R.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

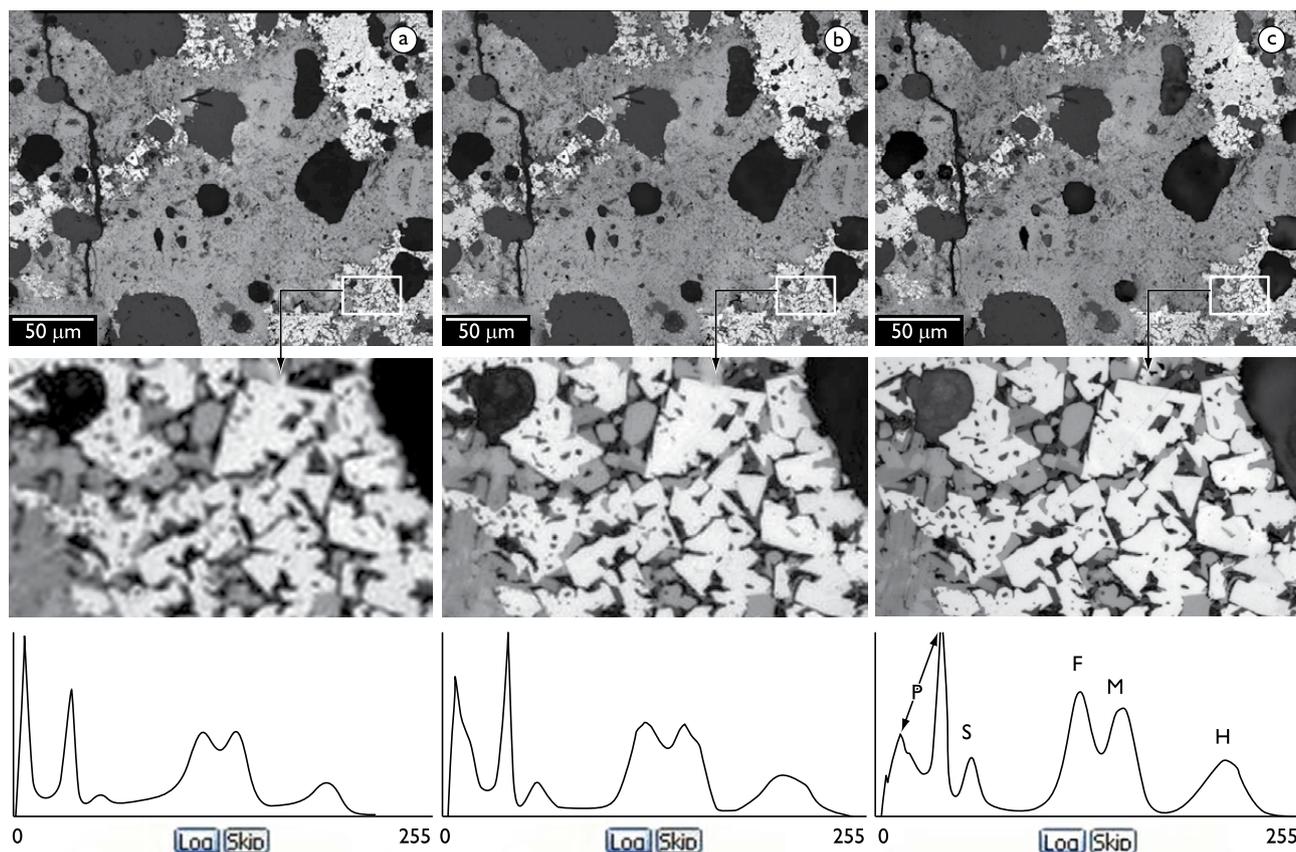
### 3.1 Efeito da Resolução

A Tabela I apresenta os resultados obtidos no primeiro experimento sobre o Sínter Fragmento. As frações de fase de hematita, magnetita e ferrito são similares nos três aumentos testados. Todavia, os resultados para silicato e poros variam significativamente (respectivamente, 28,5% e 8,18% de variação, em termos relativos). Em menor magnificação, os poros são sobreestimados às custas do silicato.

A Figura 2 mostra as imagens desse experimento, junto com os seus respectivos histogramas de intensidade e visões ampliadas das regiões demarcadas em branco. A aparência dos picos no histograma, correspondentes às distintas fases, evidencia como a discriminação das fases melhora com o aumento da magnificação. As fases são identificadas no último histograma com o seguinte código: P = Poros, S = Silicato, F = Ferrito, M = Magnetita, H = Hematita.

**Tabela 1.** Frações de fase (%) medidas por análise de imagens de uma mesma região do sínter em resoluções diferentes

	Hematita	Magnetita	Ferrito	Silicato	Poros
1 × 1 campos @5×	15,1	21,3	24,7	3,8	34,7
2 × 2 campos @10×	15,6	21,5	25,1	4,3	33,3
4 × 4 campos @20×	15,8	21,6	25,2	5,4	31,9
Variação (%)	4,61	1,43	2,18	28,5	8,18



**Figura 2.** Imagens de uma mesma região de sínter em resoluções diferentes: a) 5× – campo único; e b) 10× – mosaico 2 × 2; e c) 20× – mosaico 4 × 4 Também são mostrados os histogramas de intensidade e uma visão ampliada de uma pequena região (retângulos brancos).

A Tabela 2 mostra as frações de fase medidas no mosaico completo a 5× e nas imagens a 20× da amostra Sínter Fragmento, assim como o erro relativo calculado tomando-se os resultados em maior aumento como referência. Esses resultados indicam que as frações de fase de hematita, magnetita e ferrito podem ser medidas em um mosaico a 5× com erro relativo menor que 10%.

**Tabela 2.** Frações das fases (%) medidas em um mosaico completo a 5X e em um grande conjunto de imagens de campos individuais a 20X, ambos cobrindo toda a superfície da amostra Sínter Fragmento

	Hematita	Magnetita	Ferrito	Silicato	Poros
Mosaico@5×	10,47	25,26	13,12	6,01	45,15
Campos@20×	11,49	24,40	13,41	10,63	40,07
Erro Relativo (%)	8,86	3,50	2,17	43,53	12,69

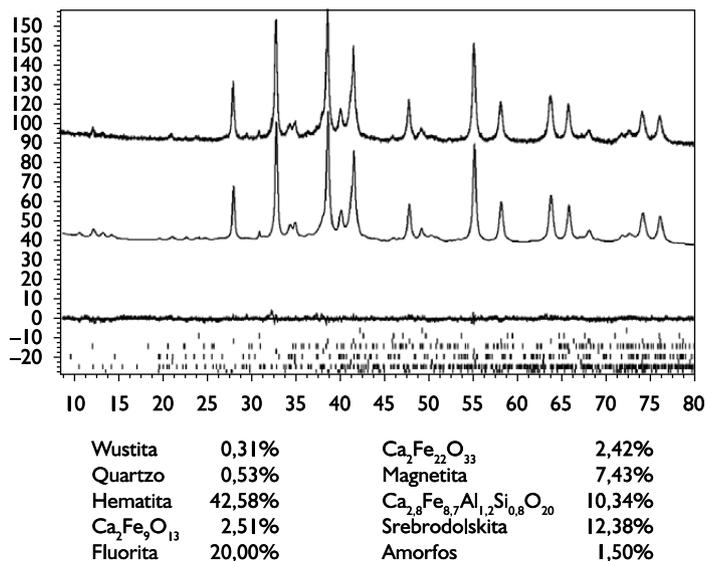
Já os resultados para silicato e poros apresentam erros relativos maiores. Conforme observado no experimento anterior, os poros são sobreestimados às custas do silicato em menor magnificação, pois silicato e poros apresentam tons de cinza similares e não são discriminados facilmente. De fato, a fração de fase combinada (poros + silicato) tem maior exatidão, pois foi medida como 51,15%, em 5×, contra 50,70% em 20×, resultando em um erro relativo de apenas 0,89%.

As imagens a 20× têm a vantagem de oferecer uma melhor resolução, sendo, portanto, mais adequadas à quantificação das fases. No entanto, devido à heterogeneidade do sínter, é necessário um grande número de campos para

garantir representatividade ao resultado. Por outro lado, a análise de um mosaico a 5×, que cobre toda a amostra, embora seja representativa, é pouco confiável para quantificação de poros e silicato.

### 3.3 Comparação entre Análise de Imagens e Difratomia de Raios X

A Figura 3 exibe a tela do software de quantificação por Rietveld da amostra Sínter Britado. Nela são mostrados: os difratogramas de raios X medido (traço superior) e calculado (traço intermediário), a diferença entre os difratogramas (traço inferior) e a quantificação das fases encontradas.



**Figura 3.** Quantificação por Rietveld da amostra Sínter Britado: difratogramas de raios X medido (superior) e calculado (intermediário); e resultado da quantificação. O traço inferior denota a diferença entre os difratogramas.

Para comparar os resultados obtidos pelo método de Rietveld com a análise de imagens, são feitas as seguintes considerações: a) quartzo, silicatos e amorfos foram agrupados na fase silicato; b) magnetita e wustita foram unidas na fase magnetita; e c) os diferentes ferritos foram agrupados na fase ferrito. Segundo a literatura, não existe uma notável diferença nas propriedades ópticas da wustita e da magnetita.<sup>(10)</sup> O mesmo pode ser afirmado no caso do quartzo e dos silicatos e no dos ferritos.

A Tabela 3 mostra as frações de fase, em peso por peso (% p/p), medidas pela análise de imagens de campos a 20× e pelo método de Rietveld, assim como o erro relativo entre essas medidas. Como pode ser observado na referida tabela, os resultados obtidos por análise de imagens para hematita, magnetita e ferrito foram similares aos obtidos pelo método de Rietveld. Contudo, o erro para a fração de fase silicato é muito grande, mostrando mais uma vez a limitação da técnica de análise de imagens ópticas na discriminação dos silicatos.

**Tabela 3.** Frações de fase (% p/p) medidas por análise de imagens e pelo método de Rietveld na amostra Sínter Britado

	Hematita	Magnetita	Ferrito	Silicato
Campos@20×	57,53	9,92	24,35	8,20
DRX- Rietveld	53,23	9,95	21,64	15,19
Erro Relativo (%)	7,47	0,30	11,13	85,24

A utilização do método de Rietveld requer alguns cuidados.<sup>(11)</sup> A influência de orientação preferencial, extinção primária e detecção não-linear devem ser reduzidas. Além disso, o resultado é fortemente dependente da correta identificação de todas as fases presentes, o que nem sempre é possível. O resultado final pode sofrer variações significativas se alguma fase for acrescentada, eliminada ou substituída. Assim, parte das discrepâncias pode ter sido causada pela falta de alguma fase não considerada nesta análise.

## 4 CONCLUSÃO

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de uma metodologia para caracterização quantitativa de sínter, em diferentes resoluções, combinando microscopia digital e análise de imagens.

Foi também estabelecida uma rotina de aquisição de imagens tipo mosaico. É possível e prático adquirir e analisar mosaicos em baixa magnificação cobrindo toda a superfície de uma seção polida de alguns centímetros. Esse tipo de mosaico é muito útil para análise qualitativa e também pode ser utilizado para medir as fases predominantes, com boa exatidão. Assim, constitui-se em uma promissora técnica para análise de materiais não uniformes, como o sínter.

No caso do sínter, o mosaico adquirido com a lente objetiva de 5× pode ser empregado para quantificar as fases hematita, magnetita e ferrito com erro relativo menor que 10%. Assim, é possível economizar tempo e espaço de armazenamento, ao não ter que processar um conjunto grande de imagens em maior aumento. Do ponto de vista do controle de qualidade, este resultado tem grande relevância prática.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro da Capes e da Vale.

## REFERÊNCIAS

- 1 PACIORNIK, S.; MAURICIO, M. H. P. Digital imaging. In: VANDERVOORT, G. F. (Ed.). *Metallography and microstructures*. Materials Park: ASM International, 2004. p. 368-402.
- 2 ALVAREZ, J. C. et al. Qualitative and quantitative evaluation of iron ore sinters through digital microscopy. In: ICAM, 9., 2008, Brisbane. Carlton: AusIMM, 2008. p. 669-72.
- 3 ALVAREZ, J. C. *Uma metodologia para caracterização de sinter de minério de ferro: microscopia digital e análise de imagens*. 2008. 77 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.
- 4 WAGNER, D. T. et al. Caracterização de pelotas de minério de ferro por microscopia digital e análise de imagens. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v. 5, n. 4, p. 215-18, 2009.
- 5 DAWSON, P. R. Research studies on sintering and sinter quality. *Ironmaking and Steelmaking*, v. 20, n. 2, p. 137-43, 1993.
- 6 BRADLEY, A.; WILDERMOTH, M.; MILLS, P. Virtual microscopy with extended depth of field. In: DICTA 2005, Cairns, 2005. *Proceedings...* Washington: IEEE Computer Society, 2005. p. 235-42.
- 7 RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, v. 2, n. 2, p. 65-71, June 1969.
- 8 CRIDDLE, A. J.; STANLEY, C. J. *Quantitative data file for ore minerals*. 3. ed. London: Chapman & Hall, 1993.
- 9 GONZALEZ, R. C.; WOODS, R. E. *Digital image processing*. 2. ed. Upper Saddle River: Prentice-Hall, 2002.
- 10 SANBONGI, K. et al. Standard methods for identifying the microstructure of iron ore sinters and pellets. In: ISIJ MEETING, 71., 1966, Tokyo. *Proceedings...* Tokyo: Japan Society for the Promotion of Science, 1966. p. 126-133.
- 11 BISH, D. L.; POST, J. E. Quantitative mineralogical analysis using the Rietveld full-pattern fitting method. *American Mineralogist*, v. 78, n. 9-10, p. 932-40, Sep.-Oct. 1993.

Recebido em: 19/12/2009

Aceito em: 07/12/2010