

CARACTERIZAÇÃO TRIDIMENSIONAL DE AGLOMERADOS DE MINÉRIO DE FERRO¹

Karen Soares Augusto²
Sidnei Paciornik³

Resumo

Agglomerados de minério de ferro – sinter e pelotas – são as principais matérias-primas na produção do aço. Devido à grande variedade de características microestruturais apresentadas por estes materiais, a caracterização microscópica constitui uma importante etapa de controle de qualidade. Variáveis como as frações das fases predominantes, a distribuição e a morfologia de poros e a conectividade entre as fases são fundamentais para o entendimento do comportamento do sinter e da pelota no processo. Como os aglomerados de minério de ferro apresentam propriedades altamente heterogêneas, a análise tradicional por meio de microscopia tradicional, tipicamente limitada ao espaço 2D, pode trazer informações pouco representativas. No presente trabalho amostras de pelota e sinter foram analisadas por microtomografia de raios-X visando obter informação tridimensional. Uma rotina de processamento e análise de imagens foi desenvolvida, permitindo discriminar fases da pelota (fase sólida e poros) e do sinter (hematita primária, magnetita, silicatos e poros). Estas fases foram medidas e modelos 3D foram criados, gerando uma avaliação qualitativa e quantitativa dos materiais.

Palavras-chave: Pelota de minério de ferro; Sinter de minério de ferro; Microtomografia de raios-X; Análise de imagens.

THREE-DIMENSIONAL CHARACTERIZATION OF IRON ORE AGGLOMERATES

Abstract

Iron ore agglomerates - sinter and pellets - are the main raw materials in steel production. Due to the wide variety of microstructural features presented by these materials, microscopic characterization is an important step in quality control. Variables such as the fractions of the predominant phases, pore size and shape distribution, and connectivity between phases are fundamental for understanding the behavior of sinter and pellets in the process. As the properties of iron ore agglomerates are very heterogeneous, the characterization by traditional microscopy, which is typically limited to 2D space, has limited relevance. In this work sinter and pellet samples were analyzed by X-ray microtomography to obtain 3D information. An image processing and analysis procedure was developed, allowing the discrimination of the pellet phases (solid phase and pores) and the sinter phases (primary hematite, magnetite, silicates and pores). These phases were measured and 3D models were rendered, leading to qualitative and quantitative evaluation of these materials.

Keywords: Iron ore pellet; Iron ore sinter; X-ray microtomography; Image analysis.

¹ *Contribuição técnica ao 43º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas, 14º Simpósio Brasileiro de Minério de Ferro e 1º Simpósio Brasileiro de Aglomeração de Minério de Ferro, 1 a 4 de setembro de 2014, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheira Química, Mestre em Engenharia de Materiais, Doutoranda, DEMa PUC-Rio*

³ *Doutor em Física, Professor Associado, DEMa PUC-Rio*

1 INTRODUÇÃO

Os aglomerados de minério de ferro – sinter e pelotas – são produzidos a partir de finos de minério de ferro por processos de aglomeração – sinterização e pelletização, respectivamente – a fim de obterem granulometria adequada para alimentarem os fornos de redução.

Após os processos de sinterização e pelletização, os produtos apresentam uma grande heterogeneidade química e microestrutural, devido à fusão de alguns constituintes minerais da carga durante os tratamentos térmicos a que são submetidos. O sinter é composto predominantemente por hematita, magnetita, ferritos, silicatos e poros. Na pelota, em geral, as fases predominantes são hematita, silicatos, ferritos e poros.

Tendo em vista que as propriedades físicas macroscópicas de um dado material são decorrentes de sua microestrutura, as características microestruturais do sinter e da pelota permitem avaliar fatores que influenciam o comportamento de cada um deles nos processos de redução. A porosidade dos aglomerados de minério de ferro, por exemplo, deve ser suficiente para permitir o fluxo dos gases, aumentando a eficiência do processo, sem deixar haver perda de resistência mecânica, necessária para o seu transporte e manuseio. Por isso, as distribuições de tamanho e forma dos poros são aspectos importantes nas propriedades do sinter e da pelota. Além disso, a fração volumétrica e a morfologia de cada uma das fases presentes, assim como a conectividade entre elas, também são características relevantes para qualificar os aglomerados.

Assim, a caracterização microestrutural constitui-se em uma importante etapa de controle de qualidade do processo. Atualmente, a avaliação qualitativa e quantitativa da microestrutura de sinter e pelotas é realizada por meio de análise de imagens obtidas em microscópio ótico ou eletrônico. No entanto, dadas as propriedades altamente não uniformes desses materiais, a análise bidimensional oferecida pela microscopia pode gerar resultados pouco representativos.

O avanço tecnológico na tomografia computadorizada de raios-X (micro-CT) possibilita a análise tridimensional dos poros e das fases existentes no sinter e na pelota em microescala. A micro-CT é uma técnica não destrutiva que identifica as fases através das diferenças de densidade do material. Os raios-X atravessam o material e os sinais são atenuados por espalhamento e absorção. Por meio de um algoritmo matemático de reconstrução um conjunto de projeções bidimensionais, que representam camadas do objeto é calculado e utilizado para a reconstrução da estrutura tridimensional do material.

A literatura apresenta ainda poucos trabalhos de caracterização 3D de aglomerados de minério de ferro. Bhuiyan et al.⁽¹⁾ propuseram uma metodologia de análise quantitativa de poros de pelotas de minério de ferro cruas, na qual foi feita uma comparação da distribuição de tamanho de poros obtida pela análise de imagens de micro-CT com a obtida por MEV em um trabalho anterior.⁽²⁾ Não foram identificados trabalhos aplicando micro-CT a sinter de minério de ferro.

O presente trabalho apresenta os primeiros resultados da caracterização microestrutural tridimensional de amostras de sinter e pelotas a partir de imagens de micro-CT. Uma rotina de processamento e análise de imagens foi desenvolvida para identificar e quantificar poros e fase sólida, nas pelotas, e as principais fases (silicato, magnetita, hematita primária e poros) no caso do sinter. Modelos 3D foram criados para revelar a estrutura interna destas amostras e a relação espacial entre as fases presentes.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

Foram utilizadas amostras de sinter e pelota de minério de ferro, cedidas pela Vale.

2.2 Equipamentos Utilizados e Condições de Aquisição

Para a aquisição das imagens das pelotas foi utilizado um microtomógrafo de raios-x, marca GE Vtome|x, da Universidade de Aalen, na Alemanha. Este equipamento oferece até 240 keV de energia e potência máxima de até 300 W. Desta forma é possível atravessar uma pelota inteira, com cerca de 12 mm de diâmetro.

Nas condições utilizadas no presente trabalho, a relação de distâncias fonte-amostra-detector e o modo de aglomeração de pixels (binning) no sensor CCD foram ajustados para obter uma resolução espacial de 10 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. Foram obtidas cerca de 1500 camadas, cada uma com 1500 x 1500 pixels.

Para a aquisição das imagens do sinter foi utilizado um microtomógrafo marca XRadia Versa 520 XRM do Laboratório de Meios Porosos e Termodinâmica da UFSC. Este equipamento oferece até 160 keV de energia e potência máxima de até 10 W. A menor potência (menor corrente) implica em menor fluxo de raios-x, causando uma degradação da relação sinal-ruído, exigindo maior tempo de aquisição. Ainda assim, as condições utilizadas permitiram atingir uma maior sensibilidade a variações de densidade do material, implicando em maior contraste entre fases.

Nas condições utilizadas no presente trabalho, a relação de distâncias fonte-amostra-detector e o modo de aglomeração de pixels no sensor CCD foram ajustados para obter uma resolução espacial de 26 $\mu\text{m}/\text{voxel}$. Foram obtidas 1024 camadas, cada uma com 1024 x 1024 pixels.

2.3 Processamento e Análise de Imagens

Para o processamento e análise das imagens e a visualização do modelo 3D de ambos os materiais, utilizou-se o software FIJI,⁽³⁾ de domínio público. O software CTVol⁽⁴⁾ foi utilizado na geração de um dos modelos 3D.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Análise das Pelotas

O processamento e análise das imagens de pelota seguiu a seguinte sequência:

- *Segmentação da fase sólida:* como não houve contraste suficiente para a separação das fases constituintes da pelota, discriminaram-se as imagens apenas em fase sólida e poros. Para gerar uma imagem binária, na qual os pixels brancos correspondem à fase sólida e os pretos aos poros, utilizou-se método de Otsu⁽⁵⁾ para segmentação bimodal automática. Assim o limiar de decisão para que o pixel fosse considerado da fase sólida ou dos poros foi automaticamente calculado para cada camada 2D da amostra. A Figura 1 apresenta o resultado da segmentação para uma imagem típica da sequência de camadas.

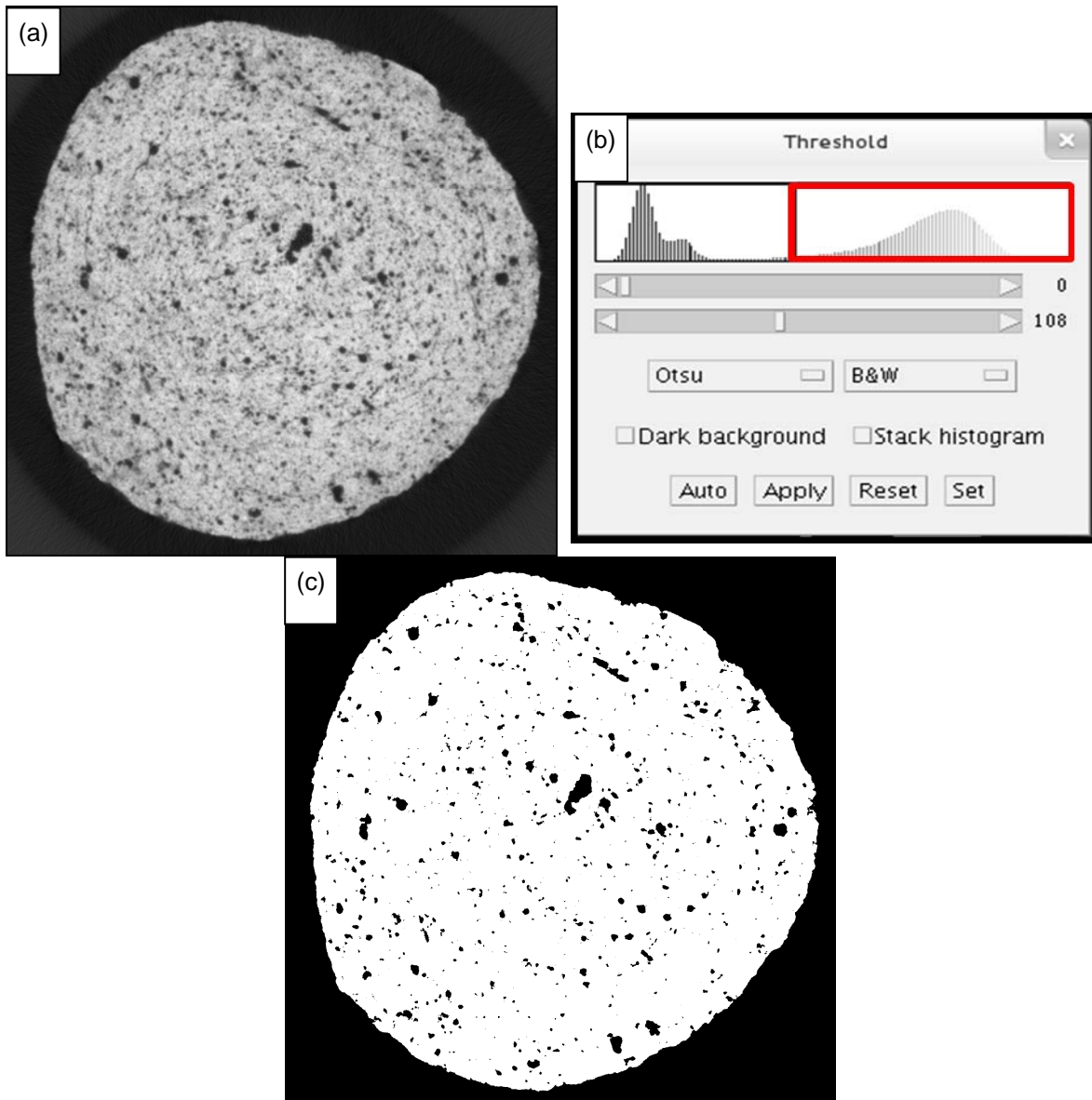


Figura 1. (a) Imagem original 2D; (b) Histograma com o limiar calculado pelo método de *Otsu* para esta camada; (c) Imagem binária resultado da segmentação.

- *Segmentação dos Poros:* Em princípio, a segmentação dos poros seria apenas o inverso da segmentação das fases sólidas. Porém, ao selecionar os picos pertencentes aos poros, selecionam-se também os pixels pertencentes ao fundo da imagem, que têm tonalidade similar (Figura 2a). Para eliminar os pixels do fundo, realizou-se a seguinte sequência de processamento:
 - a função de preenchimento de buracos (Fill Holes) foi aplicada à imagem da pelota sólida com poros (Figura 1c), resultando na Figura 2b;
 - em seguida realizou-se a intersecção (operação lógica AND) entre as Figuras 2a e 2b. Apenas pixels que eram simultaneamente brancos em ambas as imagens foram preservados no resultado que corresponde apenas aos poros, sem os pixels do fundo (Figura 2c).

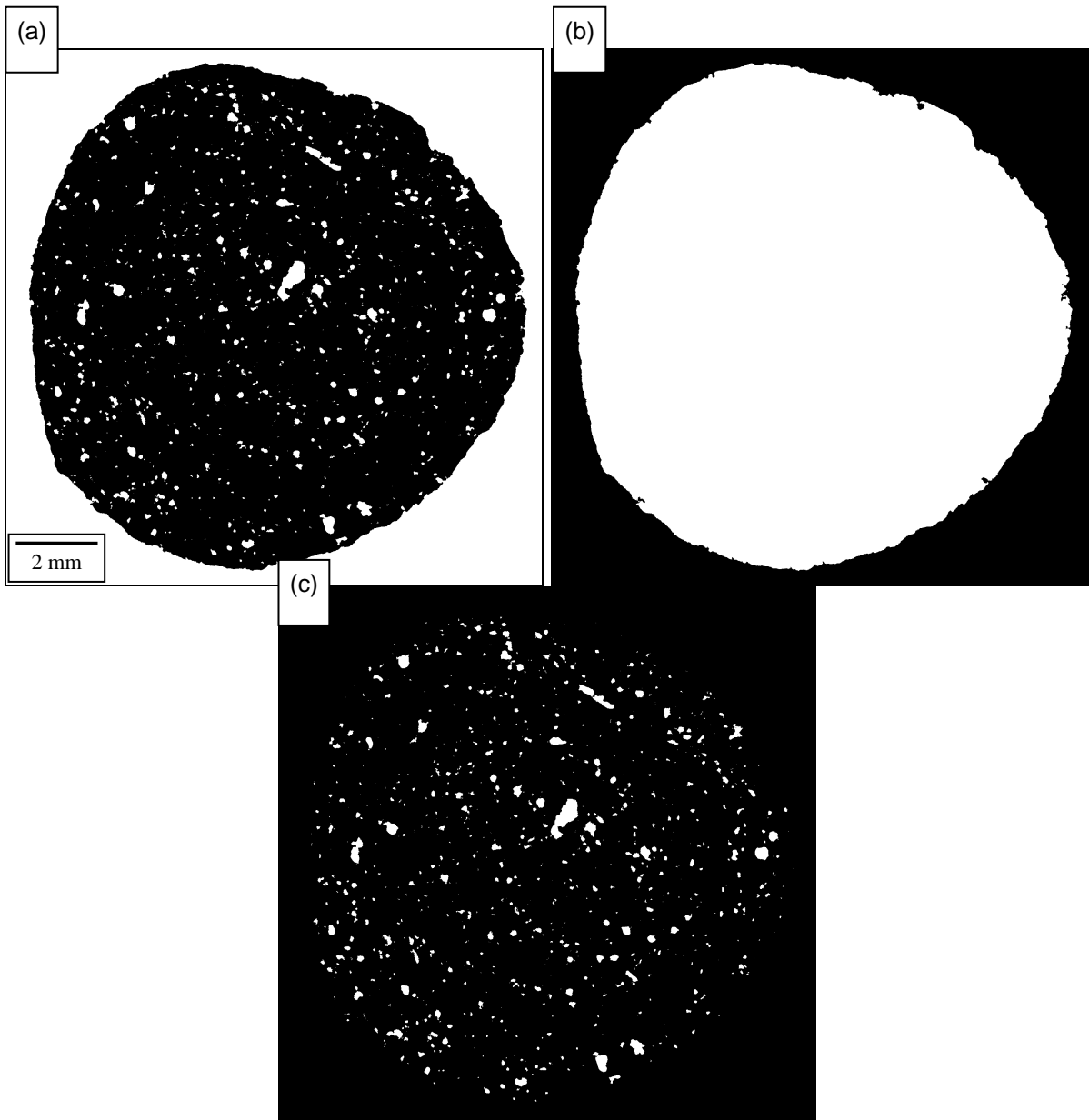


Figura 2. (a) Segmentação dos poros e fundo; (b) Resultado do preenchimento de buracos da imagem da Figura 1c; (c) Imagem de poros, resultante da intersecção entre as imagens (a) e (b).

- *Visualização das Estruturas Tridimensionais das Fases:* Após o processamento das imagens construiu-se as estruturas tridimensionais de cada fase segmentada. Na Figura 3 pode-se visualizar as imagens 3D da fase sólida (Figura 3a) e dos poros (Figura 3b).

A estrutura tridimensional da Figura 4 apresenta simultaneamente a fase sólida e os poros, a fim de proporcionar uma melhor compreensão da estrutura interna da pelota. Para facilitar a análise visual, optou-se por mostrar apenas metade da fase sólida, com transparência. Além disso, a população de poros foi filtrada para mostrar apenas os poros maiores e mais alongados. Esta análise será refinada em trabalhos posteriores, visando correlacionar tamanho, forma e posição dos poros em diferentes tipos de pelota.

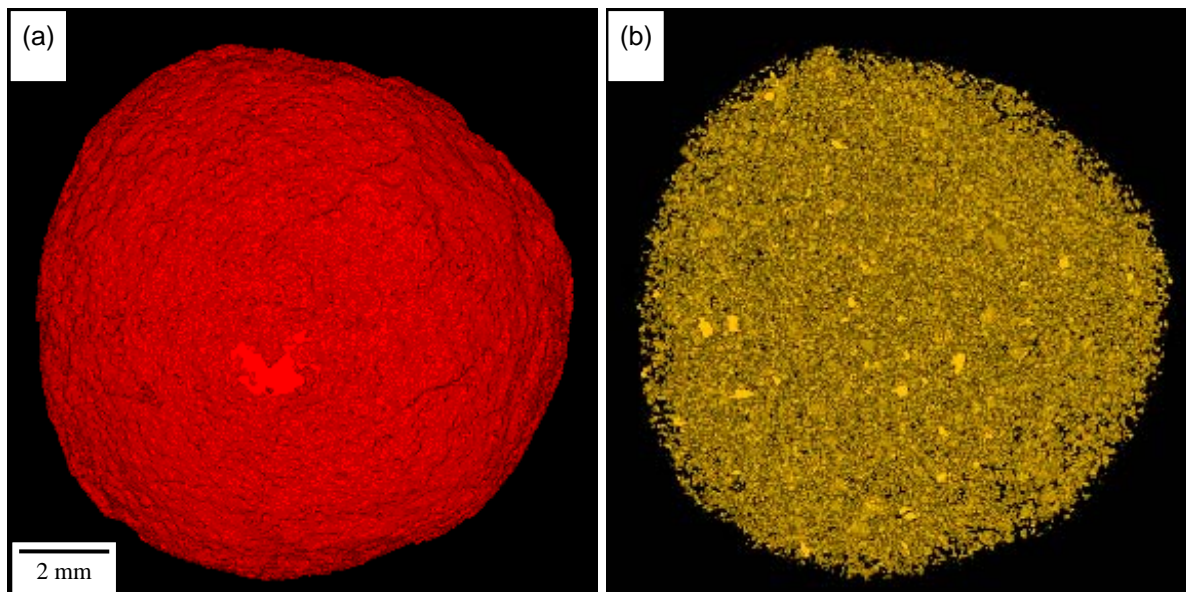


Figura 3. Estrutura tridimensional da pelota: (a) fase sólida; (b) poros.

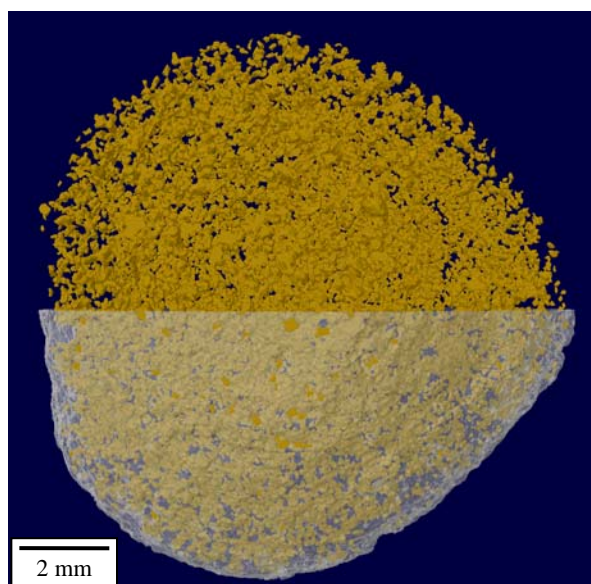


Figura 4. Visualização conjunta de pelota e poros. Apenas poros grandes e alongados são mostrados.

3.2 Análise do Sínter

- *Segmentação das Fases Sólidas:* Como no sínter foi possível discriminar algumas fases sólidas, foi realizada a segmentação de cada uma delas por meio de diferentes limiares tonais escolhidos manualmente. Os valores dos limiares foram escolhidos a partir de uma imagem representativa e mantidos constantes para todas as camadas da amostra.

A Figura 5a apresenta uma imagem 2D de uma camada do sínter. Pode-se visualizar as diferentes tonalidades exibidas pelas fases. A fase mais clara corresponde à hematita primária, a fase cinza claro corresponde à magnetita e a fase cinza escuro corresponde aos silicatos. O histograma da imagem com as faixas selecionadas para cada fase é mostrado na Figura 5b e as fases segmentadas são mostradas na Figura 5c: hematita primária em vermelho, magnetita em azul e silicato em verde.

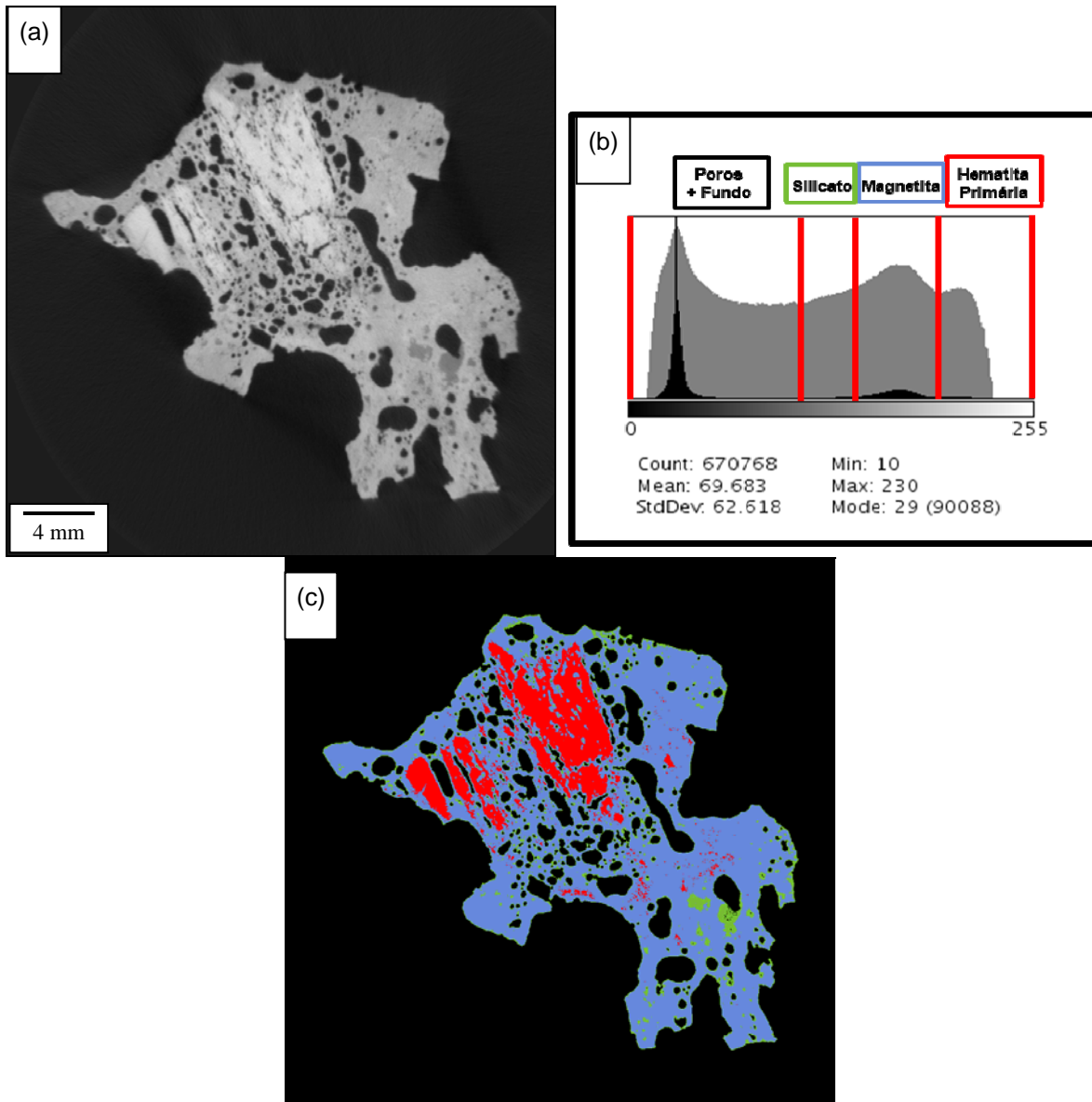


Figura 5. (a) Camada do sinter; (b) Histograma com diferentes limiares selecionados manualmente; (c) Imagem 2D, mostrando cada fase sólida: hematita primária (vermelho), magnetita (azul); silicatos (verde).

A Figura 6 apresenta as imagens binárias de cada fase segmentada da imagem 2D apresentada na Figura 5.

- *Pós-processamento das Fases Sólidas:* Como pode ser mais bem observado na Figura 6d, o resultado da segmentação das fases não é satisfatório, pois a imagem binária apresenta defeitos tais como pixels de borda que foram incluídos na fase errada. Para corrigir este problema, realizou-se uma operação morfológica de abertura (Open), que consiste em uma sequência de n ciclos de erosão seguidos de n ciclos de dilatação. Assim, pôde-se eliminar objetos espúrios que prejudicavam a visualização correta das fases.

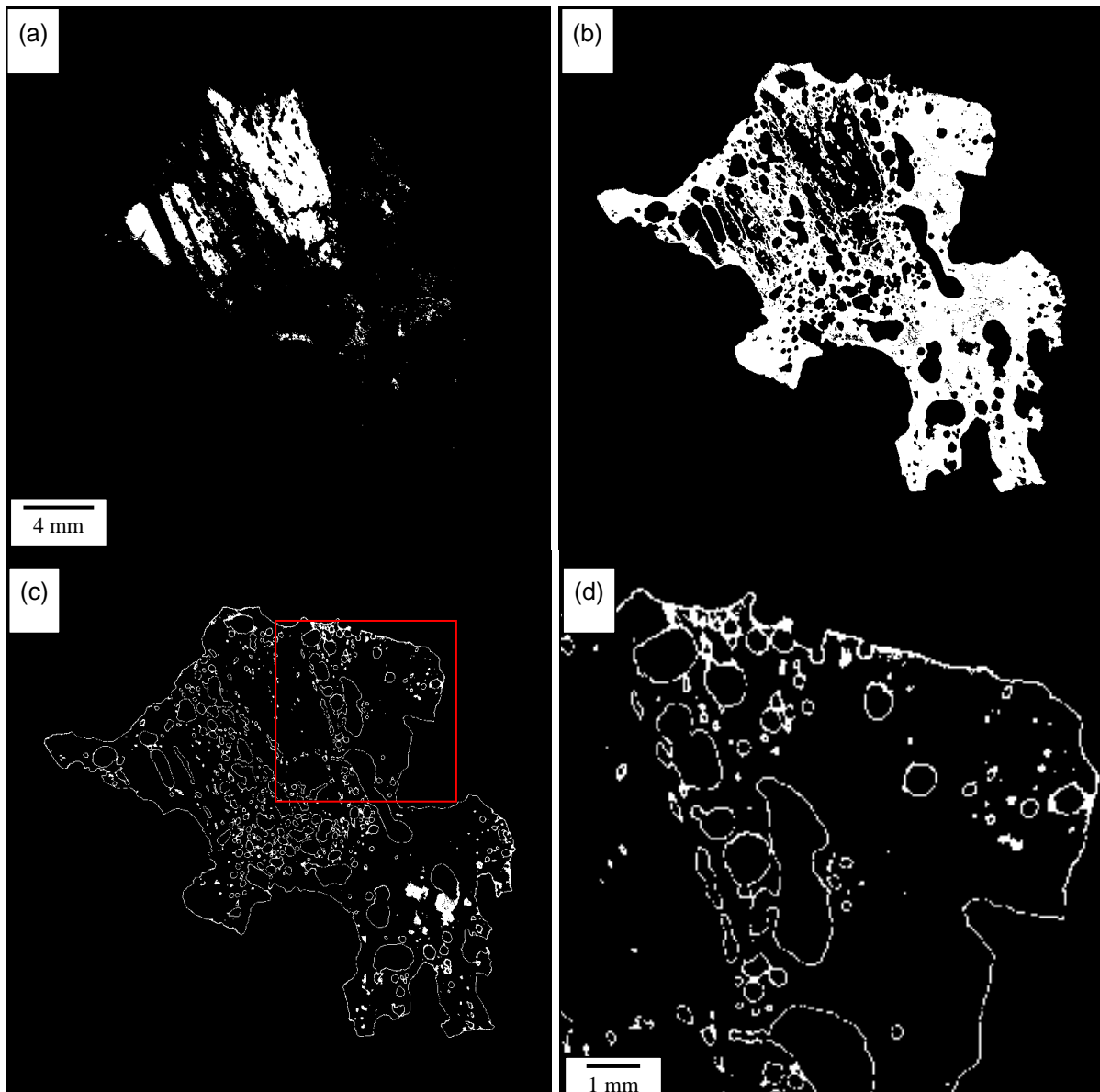


Figura 6. Imagens binárias: (a) hematita primária; (b) magnetita; (c) silicato. (d) Ampliação da imagem (c) (quadrado vermelho), mostrando defeitos de borda.

- *Segmentação dos Poros:* Seguiu-se o mesmo procedimento utilizado para as pelotas, primeiramente gerando uma imagem binária contendo todas as fases sólidas do sinter. A sequência está apresentada na Figura 7.

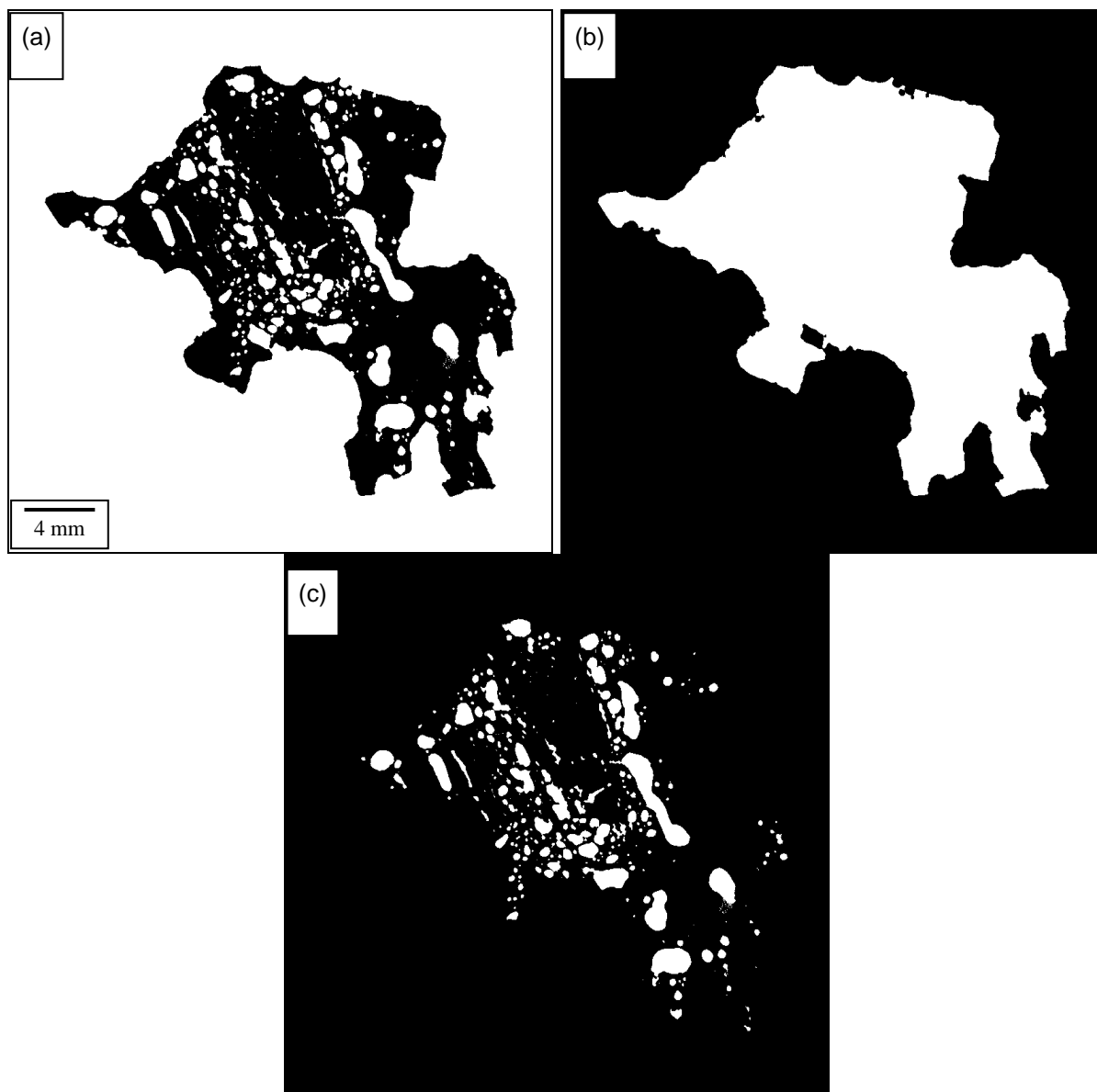


Figura 7. (a) Imagem binária da segmentação dos poros e fundo no sínter; (b) Preenchimento de buracos da imagem binária das fases sólidas segmentadas; (c) Imagem de poros, resultante da intersecção entre as imagens (a) e (b).

3.3 Visualização das Estruturas Tridimensionais das Fases

Com todas as fases segmentadas e devidamente pós-processadas, construíram-se os modelos tridimensionais.

As Figuras 8a, 8b e 8c apresentam, respectivamente, os modelos 3D da hematita primária, da magnetita e dos silicatos. As Figuras 8d e 8e mostram imagens 3D das fases em conjunto, permitindo uma avaliação visual da conectividade entre as fases. A Figura 8d contém as fases hematita primária e silicatos e a Figura 8e contém todas as fases do sínter. Como a hematita primária aparece em pequena fração e na parte mais interna da amostra, não é possível visualizá-la nesta projeção, na qual está encoberta por magnetita e silicatos. A Figura 8f apresenta a estrutura 3D de poros no sínter. Pode-se observar que o sínter é um material bastante poroso em toda a sua extensão, com grande variação de tamanho e forma dos poros.

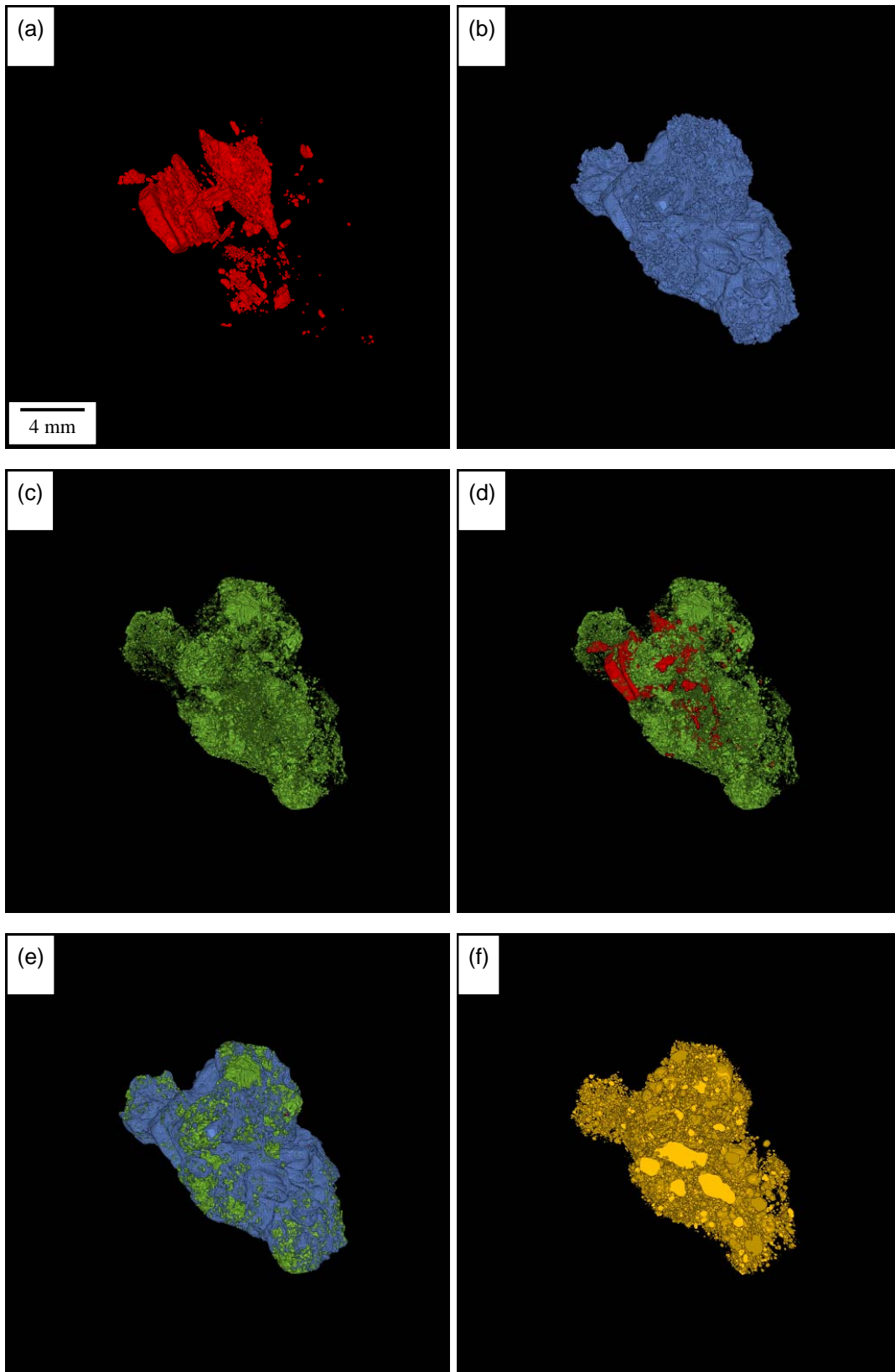


Figura 8. Imagens 3D do sinter: (a) Hematita primária; (b) Magnetita; (c) Silicatos; (d) Hematita primária + silicatos; (e) Hematita primária + magnetita + silicatos; (f) poros.

4 CONCLUSÕES

O uso de microtomografia de raios-x para estudar a microestrutura de pelotas e sinter de minério de ferro foi apresentado. Trata-se de uma técnica não destrutiva que permite obter informação interna das amostras, em 3 dimensões.

A metodologia de processamento e análise de imagens desenvolvida permitiu discriminar poros em imagens de pelotas e de hematita primária, magnetita, silicatos e poros em imagens sinter. Uma vez discriminadas, as fases foram quantificadas e apresentadas em modelos tridimensionais, revelando sua distribuição espacial e relações de contiguidade.

Esta metodologia será refinada para analisar de forma quantitativa características de forma e distribuição espacial das fases discriminadas em amostras diversas, correlacionando com os parâmetros dos processos de pelotização e sinterização.

Agradecimentos

Os autores agradecem à geóloga Maria Beatriz Vieira, do CTF/Vale, pela cessão das amostras. As tomografias de pelotas foram realizadas com o apoio do Dr. Timo Bernthaler, da Universidade de Aalen, Alemanha. As tomografias de sinter foram realizadas por Anderson Moreira do Lab. de Meios Porosos da UFSC, coordenado pelo Prof. Celso Peres Fernandes.

REFERÊNCIAS

- 1 BHUIYAN, I.U. et al. Consideration of X-ray microtomography to quantitatively determine the size distribution of bubble cavities in iron ore pellets. *Powder Technology*. v. 233, p. 312–318, 2013.
- 2 BHUIYAN, I.U. et al. Quantitative image analysis of bubble cavities in iron ore green pellets. *Powder Technology*. v. 214, p. 306–312, 2011.
- 3 <http://fiji.sc>.
- 4 CTVol v. 1.5 – Skyscan.
- 5 OTSU, N. A threshold selection method from Gray-Level Histograms. *IEEE Transactions on Systems, Man and Cybernetics*. V. SMC-9, p. 62-66, 1979.