

DETERMINAÇÃO, POR MICROSCOPIA DIGITAL, DA DISTRIBUIÇÃO DE FERRO METÁLICO EM BRIQUETES AUTORREDUTORES DE MINÉRIO DE FERRO¹

Debora Turon Wagner²
Sidnei Paciornik³
José Carlos D'Abreu⁴

Resumo

A determinação do ferro metálico após redução é imprescindível para avaliação de desempenho da carga no processo a ser simulado. Os briquetes autorredutores de minério de ferro são matérias-primas para novas tecnologias de autorredução. O conhecimento deste material se faz necessário, uma vez que existem poucos estudos acerca da caracterização e dinâmica de redução. Para tal, o trabalho objetivou desenvolver uma rotina automática de aquisição de imagens por microscopia ótica e avaliação de ferro metálico por análise de imagens. Como resultado, tem-se um mapa de distribuição de ferro metálico em uma determinada seção do briquete, cujo objetivo é indicar a densidade espacial de ferro metálico ao longo da seção. Esta análise qualitativa pode ser correlacionada com resultados quantitativos de análise química via úmida. O procedimento foi aplicado para diferentes tempos de ensaio com o objetivo de identificar como ocorre a dinâmica de redução. A metodologia apresentou-se viável e demonstrou robustez em uma avaliação qualitativa de ferro metálico em briquetes autorredutores, informação não disponível por meio da tradicional análise química.

Palavras-chave: Autorredução; Microscopia ótica; Ferro metálico; Análise qualitativa.

DETERMINATION OF METALLIC IRON DISTRIBUTION IN SELF-REDUCING BRIQUETTES BY DIGITAL OPTICAL MICROSCOPY

Abstract

The determination of metallic iron after reduction is the main tool to evaluate the burden performance in simulated reactors. The evaluation of self-reducing briquettes is fundamental to some self-reducing technologies. Research applied to this material is necessary, due to the lack of knowledge and characterization in these systems. The main goal of this study was to develop an alternative methodology to extract qualitative information from self-reducing briquettes. An automatic image acquisition routine based on optical microscopy was developed to allow an automatic evaluation of metallic iron in a cross-section by image analysis. As a result a distribution map is automatically created revealing the local density of metallic iron in any given cross-section of the self-reducing briquette. Furthermore, this qualitative analysis can be correlated to quantitative chemical analysis. The developed procedure was applied for different reduction times to try to identify the changes in reduction dynamics. This methodology proved to be viable and can provide a robust qualitative analysis of metallic iron in self-reducing briquettes, information that cannot be feasibly extracted from traditional chemical analysis.

Key words: Self-reducing; Optical microscopy; Metallic iron; 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 de materiais, Mestra, Vale, Centro de Tecnologia de Ferrosos, MG, Brasil.

³ Engenheiro eletrônico e Físico, Pós-Doutor, PUC-Rio, RJ, Brasil.

⁴ Engenheiro metalúrgico, Doutor, PUC-Rio, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A determinação do ferro metálico após redução é imprescindível para avaliação de desempenho da carga no processo a ser simulado. Mais especificamente para tecnologias de autorredução, um dos aglomerados utilizados é o briquete autorredutor de minério de ferro. Este precisa ser estudado tanto do ponto de vista quantitativo quanto qualitativo, com o objetivo de entender as dinâmicas de redução e obter uma caracterização mais completa do produto final. A busca pelo conhecimento relativo aos materiais utilizados em processos de autorredução se faz necessária devido aos poucos estudos existentes relacionados ao tema. Grupos, como o de D'Abreu, Kohler e Noldin,⁽¹⁾ desenvolveram modelos matemáticos de tecnologias que fazem uso da autorredução. O conhecimento mais profundo do desempenho do material utilizado nos processos de autorredução poderiam ajudar a aprimorar estes trabalhos.

O ferro metálico, após redução, usualmente é quantificado por análise química via úmida. O resultado é fundamental para a avaliação do comportamento do briquete autorredutor, mas não responde aos questionamentos sobre a dinâmica de redução no aglomerado. Para prover um maior conhecimento no âmbito qualitativo, foi proposto o desenvolvimento de uma metodologia avaliação qualitativa de ferro metálico. Desta forma, uma rotina automática de aquisição e processamento de imagens de microscopia ótica foi desenvolvida visando o mapeamento da densidade de ferro metálico por meio de um mapa de distribuição com intensidade local. A vantagem da utilização desta nova metodologia, como suporte à análise química tradicional, é a avaliação visual dos locais onde ocorreram preferencialmente a autorredução para diferentes materiais, em diferentes condições.

Trabalhos acerca do desenvolvimento de metodologias de avaliação qualitativa e quantitativa por microscopia digital foram desenvolvidos por Gomes,^(2,3) Wagner et al.,⁽⁴⁾ Wagner^(5,6) e Alvarez,^(7,8) baseadas em processamento digital de imagens de microestruturas, descritas por Paciornik e Mauricio.⁽⁹⁾ Anteriormente, Martins⁽¹⁰⁾ realizou análises qualitativas de morfologia em briquetes autorredutores de minério de ferro para diferentes temperaturas de redução. Não foram encontradas referências de metodologias de análise de ferro metálico por microscopia digital em aglomerados autorredutores de minério de ferro.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O processo de desenvolvimento da metodologia para a análise de ferro metálico em briquetes autorredutores de minério de ferro seguiu o seguinte roteiro:

- preparação dos briquetes;
- redução dos briquetes;
- preparação das seções polidas;
- visualização e captura de imagens no microscópio óptico de luz refletida;
- processamento digital de imagens; e
- análises químicas.

2.1 Preparação de Briquetes

Os insumos para fabricação dos briquetes autorredutores de minério de ferro foram preparados de modo a ajustar granulometria, umidade e composição. Um misturador foi utilizado para garantir a homogeneidade da mistura que, em seguida, foi vertida

para a realização da briquetagem em prensa de rolos com matriz característica para briquetes. Os briquetes produzidos foram secos e encaminhados para o processo de redução.

2.2 Redução de Briquetes

Os briquetes foram reduzidos em um forno elétrico, aquecido por resistência e com perfil térmico conhecido, controle de atmosfera e pressão, à 1250°C, por tempos de 20 minutos (t1) e 40 minutos (t2). A atmosfera do forno era de 100% de Nitrogênio (N₂), com vazão de 2,5NL/min.

Foi realizado um ciclo de aquecimento de 5 minutos à 200°C, 5 minutos à 700°C e t1 e t2 à 1250°C. O ciclo de resfriamento consistiu em 5 minutos à 700°C, 5 minutos à 200°C e, em seguida, temperatura ambiente. Os briquetes eram deslocados longitudinalmente no forno até a zona de temperatura desejada para cada estágio do ciclo.

2.3 Preparação das Seções Polidas

Os briquetes já reduzidos foram encaminhados para a preparação das seções polidas. Foi utilizada uma máquina de corte para realização do corte lento a seco das seções. Devido à baixa resistência dos briquetes, foi utilizada uma fita adesiva envolvendo o aglomerado, de modo a preservar a integridade de sua estrutura. Os briquetes foram cortados em duas partes. Uma metade foi enviada para a realização posterior de análise química, e a outra metade seguiu para a etapa de preparação da seção polida.

Os cortes foram impregnados de resina poliéster com catalisador e acelerador azul de cobalto e expostos ao vácuo, com o objetivo de preencher os poros abertos e prover uma melhor fixação da estrutura. Em seguida, os cortes foram embutidos também em resina de poliéster com catalisador e acelerador azul de cobalto, e uma etiqueta de identificação foi aplicada.

Após cura a frio, o material foi encaminhado para as etapas de lixamento e polimento. Devido à fragilidade das amostras, realizou-se a sequência de lixamento manual, em lixas d'água de carbeto de silício. O polimento das seções foi realizado na politriz semi-automática, com o auxílio de uma solução com micropartículas de diamante.

2.4 Visualização e Captura de Imagens no Microscópio Óptico de Luz Refletida

Foi utilizado um microscópio motorizado com câmera digital, estágio motorizado, sistema de polarização e o programa para controlar o microscópio e adquirir as imagens.

Para aquisição das imagens foi preciso assegurar as condições de captura e executar rotinas padrão. A iluminação do microscópio foi mantida sempre constante pelo controle digital da tensão da lâmpada, fixada em 10 Volts. Utilizou-se um padrão de reflexão para correção da iluminação e de possíveis sujeiras na lente ou caminho ótico do microscópio. 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. Foram capturadas imagens em mosaico no modo de campo claro para analisar qualitativamente as variações espaciais de ferro metálico e poros na seção polida.

As imagens mosaico que cobriram toda a superfície da seção do briquete foram compostas a partir de várias imagens de campos parcialmente sobrepostos, obtidas com a lente objetiva de 5X (abertura numérica 0.13), com uma resolução de 2,11 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

2.5 Processamento Digital de Imagens

As imagens mosaico capturadas foram processadas, de modo a extrair atributos como mapa de ferro metálico. Para isso, as imagens seguiram uma rotina estabelecida em um script, que continha uma sequência de funções a serem realizadas. Funções não existentes no programa utilizado foram programadas, em forma de macros, na linguagem Visual Basic for Applications (VBA) e inseridas no script.

Segue resumidamente o processo utilizado para obtenção do mapa de ferro metálico:

- Os canais de cores vermelho, verde e azul foram separados da imagem inicial (Figura 1);

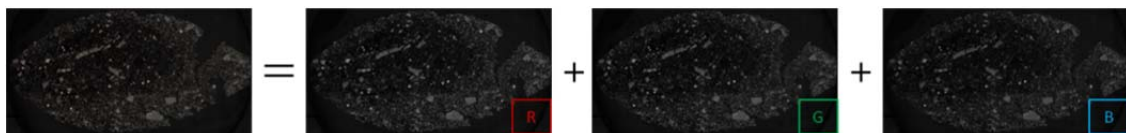


Figura 1. Separação dos canais de cores RGB (Vermelho, Verde e Azul).

- Apenas o canal vermelho foi utilizado para realização do delineamento, metodologia descrita por Paciornik e Mauricio,⁽⁹⁾ com o objetivo de realçar as bordas e diminuir o efeito de halo (Figura 2);

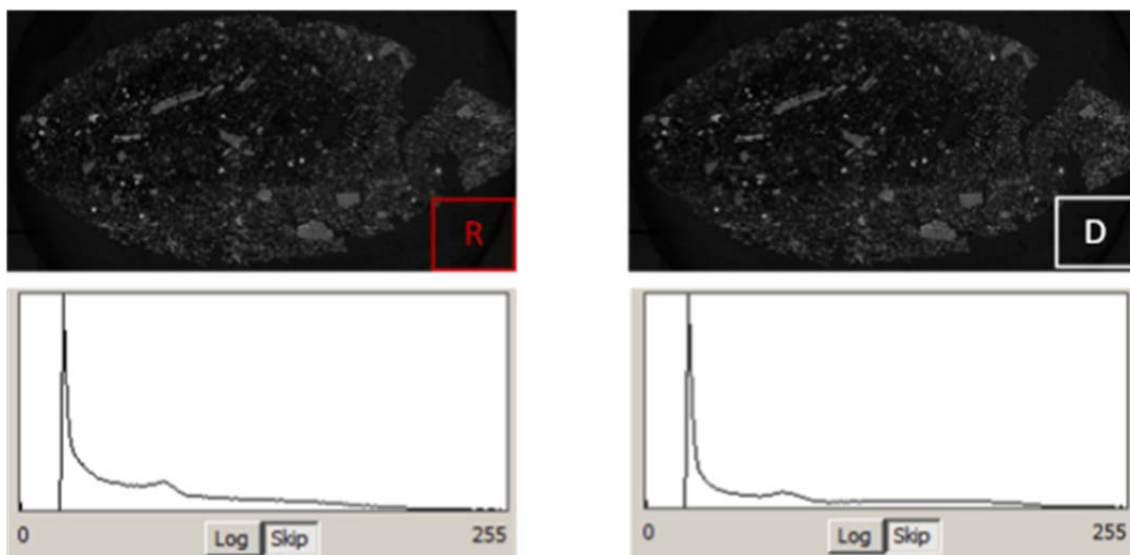


Figura 2. Imagem, e respectivo histograma, antes e depois do processo de delineamento.

- A imagem delineada foi segmentada para discriminar as fases sólidas presentes no briquete (Figura 3);

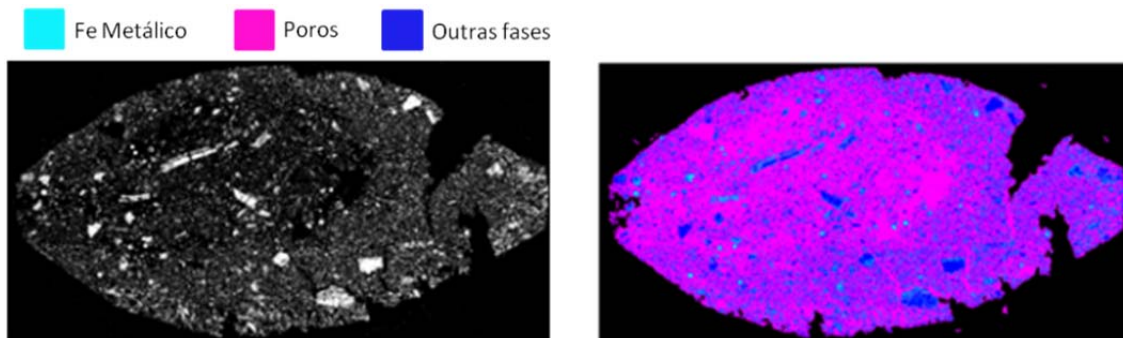


Figura 3. Segmentação das fases sólidas presentes no briquete, e discriminação das fases presentes.

- O Ferro metálico foi segmentado a partir da imagem das fases sólidas, identificado por cor e separado das demais fases (Figura 4);

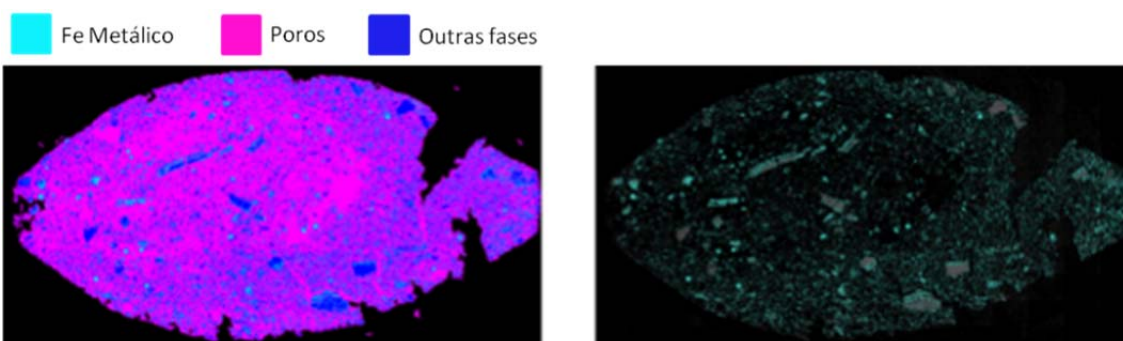


Figura 4. Segmentação do ferro metálico a partir da imagem das fases sólidas presentes no briquete.

- Foi aplicado um filtro passa-baixa na imagem do ferro metálico segmentada, como apresentado na Figura 5. Este filtro borra a imagem de ferro metálico gerando uma intensidade em cada ponto que corresponde ao valor médio local de ferro. A área de cálculo desta média é definida pelo tamanho do “kernel” do filtro utilizado.

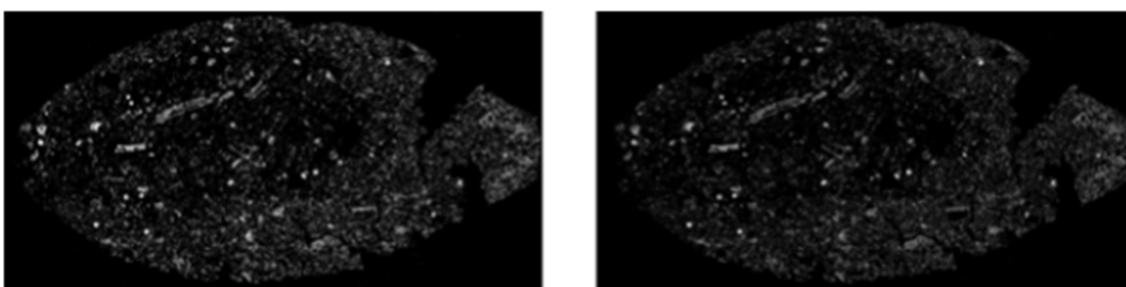


Figura 5. Imagens antes e depois do procedimento de borramento.

Foi realizada uma conversão da escala de tons de cinza para uma escala de pseudo-cores chamada Look-up Table (LUT), de forma a associar frações locais de ferro a cores distintas em uma escala (Figura 6). A escala de cores utilizada nos mapas de ferro metálico varia de 0 a 100%, de modo que a cor preta representa a ausência de ferro metálico e a cor branca indica que a região é composta, em sua totalidade, de ferro metálico.

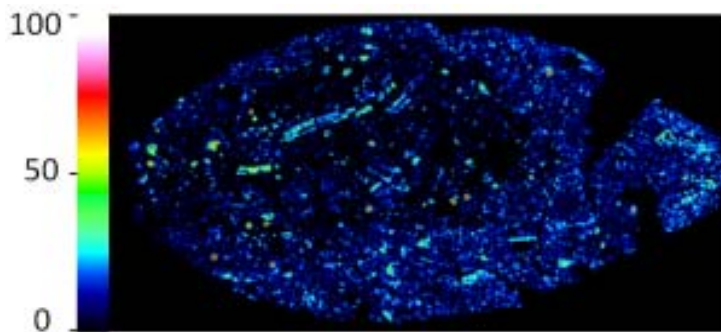


Figura 6. Mapa de ferro metálico.

2.6 Análise Química

Análise química via úmida é uma técnica de caracterização bastante versátil e precisa, havendo procedimentos específicos para cada tipo de material. Para minério de ferro, essa técnica é útil para determinar, após a redução do aglomerado, a fração total de ferro – óxidos de ferro e ferro metálico – presente no minério de ferro, a fração de ferro metálico e fração de outros constituintes. No entanto, têm-se como resultado apenas valores globais representativos da amostra.

2.7 Validação da Metodologia Proposta

Para avaliação da metodologia proposta, foram realizados dois estudos de caso, de modo que foram ensaiadas duas formulações com redutores distintos – carvão moído (CM) e coque verde de petróleo (CVP). Para cada formulação, foram realizados testes com tempo de redução de 20 minutos e 40 minutos.

Os mapas de ferro metálico gerados para cada condição foram correlacionados com os resultados obtidos via análise química. A análise visual foi fundamental para avaliação da dinâmica de redução, e aliada aos resultados de análise química, complementaram as informações quantitativas.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os estudos de caso para validação da metodologia proposta geraram os mapas de ferro metálico apresentados nas Figuras 7 e 8.

É possível perceber que, no mapa de ferro metálico, os testes com 40 minutos de redução tendem a conter tons mais claros das cores azul e verde, se comparados com os testes com 20 minutos de redução, indicando uma maior concentração de ferro metálico. Esta análise qualitativa confirma a constatação de que quanto maior o tempo de redução, para uma mesma temperatura, maior a conversão dos óxidos de ferro em ferro metálico. Nota-se também, que o ferro metálico se localiza, preferencialmente, nas bordas da seção transversal.

Os resultados de análise química foram condizentes com o observado no mapa de ferro metálico por análise de imagens.

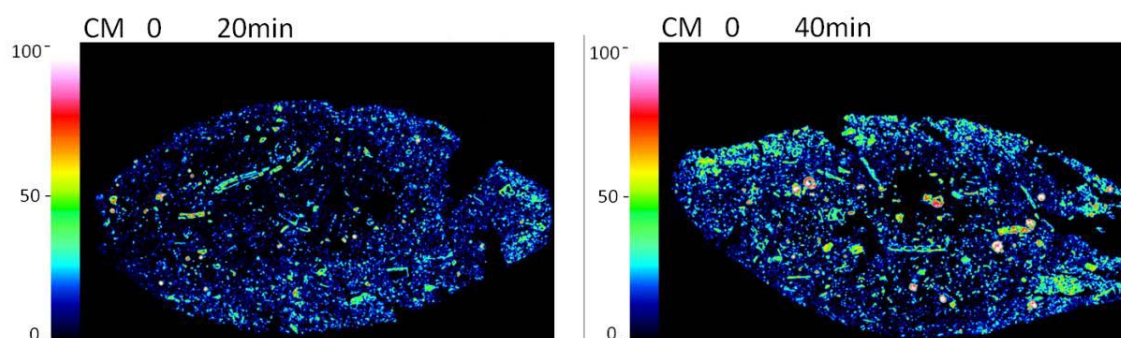


Figura 7. Mapa de ferro metálico do briquete com redutor CM, para tempos de 20 e 40 min.

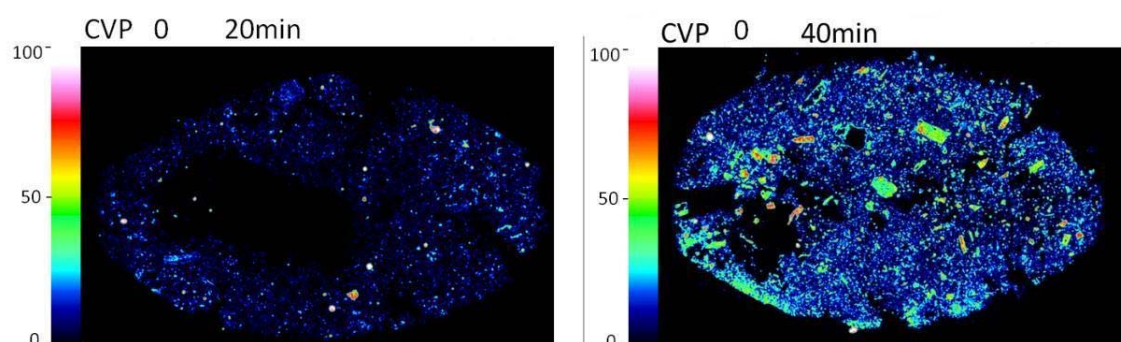


Figura 8. Mapa de ferro metálico do briquete com redutor CVP, para tempos de 20 e 40 min.

Na Tabela 1, nota-se o aumento do grau de metalização, de acordo com o aumento do tempo de redução. Os briquetes com redutor CM apresentam um grau de metalização maior do que com redutor CVP para o tempo de redução de 20 min, tanto nos resultados de análise química quanto visualmente no mapa de ferro metálico. Para o tempo de 40 min, observa-se que o briquete com redutor CM também apresenta um grau de metalização maior do que com CVP pela análise química. Visualmente, o mapa de ferro metálico apresenta intensidades locais de ferro metálico similares para ambos os redutores. No entanto, a massa total de fases sólidas na seção do briquete com redutor CM é ligeiramente menor do que do CVP, confirmando o maior grau de redução encontrado para CVP por análise química.

Tabela 1. Fração mássica resultante da análise química via úmida

Briquete	Tempo (min)	Grau de Metalização (%)
CM	20	47,91
	40	54,03
CVP	20	37,94
	40	49,89

Como esta nova metodologia permite avaliar a intensidade local de ferro metálico no briquete, é possível obter uma indicação de como ocorre a dinâmica de redução. Para os tempos de 20 minutos de redução nota-se que a metalização ocorre de forma homogênea ao longo da seção transversal do briquete. Já para o tempo de 40 minutos de redução, torna-se perceptível a redução preferencial topoquímica. A metodologia se mostrou robusta para diferentes redutores, podendo ser aplicada para composições de briquetes autorredutores com características semelhantes aos estudados.

4 CONCLUSÕES

Uma metodologia de avaliação visual do mapa de ferro metálico proveniente de uma seção do briquete autorredutor de minério de ferro foi desenvolvida por análise de imagens capturadas em microscópio ótico de luz refletida.

Esta metodologia, se aliada com os resultados de análise química, é uma ferramenta importante para avaliar a dinâmica de redução dos briquetes autorredutores de minério de ferro, uma vez que permite a análise qualitativa visual da localização espacial e intensidade local do ferro metálico.

Como estudos de caso para validação da metodologia proposta, diferentes tempos de redução, para dois tipos de redutor, foram avaliados por análise de imagens e análise química, e demonstraram que existe uma correlação entre os resultados encontrados. Apesar dos redutores apresentarem características distintas e, conseqüentemente, dinâmicas diferentes, a metodologia se aplicou às diferentes formulações.

A metodologia proposta se mostrou robusta quando testados os estudos de caso, indicando a viabilidade de sua aplicação em materiais semelhantes.

REFERÊNCIAS

- 1 D'ABREU, J.C, KOHLER, H. M., NOLDIN JR, J. H. Mathematical model for descending selfreducing agglomerates in lumpy zone of Tecomred furnace. *Ironmaking and Steelmaking*, v. 35, n. 7, p.484-490, Out. 2008.
- 2 GOMES, O. Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais. 141f. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2001.
- 3 GOMES, O. Microscopia co-localizada. 105f. Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.
- 4 WAGNER, D.T., et al. Caracterização de pelotas de minério de ferro por microscopia digital e análise de imagens. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, São Paulo, v.5, n.2, p.215-218, abr./jun. 2009.
- 5 WAGNER, D.T. Caracterização automática de aglomerados de minério de ferro. Rio de Janeiro : XVII Seminário de iniciação científica da PUC-Rio no campus da Universidade, Anais... Rio de Janeiro, 2009.
- 6 WAGNER, D. T. Quantificação automática, por microscopia digital, do ferro metálico em briquetes autorredutores de minério de ferro. 143f. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.
- 7 ALVAREZ, J. C. Uma metodologia para caracterização de Sínter de Minério de Ferro: Microscopia Digital e Análise de Imagens. 77f. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.
- 8 ALVAREZ, J. C. Desenvolvimento de um sistema de microscopia digital para classificação automática de tipos de hematita em minério de ferro. Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2012.
- 9 PACIORNIK, S. AND MAURICIO, M.H.P. Digital Imaging in ASM Handbook – Metallography and Microstructures. Ed. G.f. Vandervoort. ASM International Materials Park, Vol. 9, p.368-402, 2004.
- 10 MARTINS, KARLA DE MELO. Morfologia do ferro metálico em briquetes auto-redutores. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2002.