# MICROSCOPIA MULTIMODAL PARA A CARACTERIZAÇÃO DE MINÉRIO DE FERRO: AUTOMATIZANDO O REGISTRO DE IMAGENS ÓTICAS E DE MEV<sup>1</sup>

Otávio da Fonseca Martins Gomes<sup>2</sup> Marcos Paulo Galdino de Lima<sup>3</sup> Guilherme Lucio Abelha Mota<sup>4</sup>

#### Resumo

A combinação de microscopia ótica e MEV em um procedimento de microscopia multimodal permite ao mesmo tempo a discriminação de fases que não são distinguíveis em imagens de microscopia ótica (resina epóxi e quartzo) ou de MEV (hematita e magnetita), possibilitando sua subsequente quantificação por análise de imagens. No entanto, o registro de imagens óticas e de MEV é complexo, requer ajustes de translação, rotação e transformações não-lineares. O método de Gomes que utiliza uma amostra padrão para calibração é eficaz, mas não é prático. O presente trabalho apresenta um novo método de registro automático. O método foi testado com um conjunto de 81 pares de imagens de uma amostra de minério de ferro itabirítico. Os resultados obtidos indicam que o método desenvolvido, além de mais prático, é capaz de propiciar um registro ligeiramente melhor entre as imagens. **Palavras-chave:** Caracterização; Minério de ferro; Microscopia multimodal; Análise de imagens.

#### MULTIMODAL MICROSCOPY FOR IRON ORE CHARACTERIZATION: AUTOMATING THE REGISTRATION OF OPTICAL AND SEM IMAGES

#### Abstract

The combination of optical microscopy and SEM in a multimodal microscopy procedure allows the discrimination of phases that are indistinguishable in images from optical microscopy (epoxy resin and quartz) or SEM (hematite and magnetite), allowing their subsequent quantification by image analysis. However, the registration of optical and SEM images consists of a complex task, it requires corrections of translation, rotation and non-linear transformations. The method of Gomes that employs a standard sample for calibration is effective but is not practical. This work presents a new method for automatic registration. It was tested with a set of 81 pairs of images of a sample of itabiritic iron ore. The results indicate that the developed method, besides more practical, is capable of providing a slightly better registration between images.

Keywords: Characterization; Iron ore; Multimodal microscopy; Image analysis.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 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.

 <sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Engenheiro Químico, D.Sc., Centro de Tecnologia Mineral (Cetem) e Universidade de Liège

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Licenciado em Matemática, Programa de Pós-graduação em Ciências Computacionais, UERJ

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Eng. de Computação, D.Sc., Programa de Pós-graduação em Ciências Computacionais, UERJ

# 1 INTRODUÇÃO

A microscopia óptica de luz refletida é tipicamente usada para a caracterização de minérios de ferro. Os minerais carreadores de ferro mais comuns (hematita, magnetita e goethita), assim como o principal mineral de ganga (quartzo), presentes nos minérios de ferro brasileiros, podem ser visualmente identificados ao microscópio ótico por suas refletâncias especulares características.<sup>(1)</sup>

Na indústria mineral, a caracterização microestrutural de minérios de ferro e seus aglomerados é tradicionalmente realizada através da observação de amostras ao microscópio ótico, para identificar as fases presentes e estimar suas frações. Esse é um procedimento subjetivo, sujeito a erros aleatórios e sistemáticos diversos. Além disso, é um trabalho rotineiro, realizado por técnicos algumas vezes por dia, e consequentemente suscetível a falhas decorrentes da fadiga humana.

Deste modo, tem havido um interesse crescente no desenvolvimento de sistemas automáticos de análise quantitativa que possam conferir maior reprodutibilidade, confiabilidade e velocidade à caracterização de minérios de ferro. Nos últimos anos, alguns métodos para análise de imagens óticas de minérios de ferro e seus aglomerados foram desenvolvidos.<sup>(2-8)</sup>

Em geral, estes métodos são capazes de identificar e quantificar os principais minerais de ferro e, em certas condições, reconhecer e quantificar fases texturais, como diferentes tipos de hematita e goethita. No entanto, eles estão limitados pela discriminação entre os minerais transparentes e a resina, um problema clássico da microscopia de minérios. Por exemplo, quartzo e resina epóxi apresentam praticamente a mesma refletância especular ao longo de todo o espectro de luz visível, impedindo na prática sua distinção através de análise de imagens óticas típicas.<sup>(9)</sup>

Por outro lado, em imagens de elétrons retro-espalhados, geradas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), quartzo e resina epóxi apresentam intensidades bem distintas, devido a seus diferentes números atômicos médios, 7,90 e 10,80, respectivamente. Goethita tem número atômico médio de 19,23 e, assim, também é distinguível por seu nível de cinza nesse tipo imagem. Todavia, hematita e magnetita têm números atômicos médios similares (20,59 e 21,02, respectivamente) e consequentemente apresentam níveis de cinza bem próximos, o que dificulta sua discriminação em imagens de elétrons retro-espalhados.

A discriminação de hematita e magnetita em imagens de elétrons retro-espalhados é possível, mas requer a imposição de um contraste extremo na imagem. Contudo, esta condição de contraste impossibilita a segmentação de outras fases. Assim, não se consegue até o momento discriminar todas as fases ao mesmo tempo com este tipo de microscopia. Na prática, nem mesmo sistemas automatizados de MEV com microanálise por dispersão de energia de raios X (EDS) são capazes de diferenciar hematita e magnetita.<sup>(10)</sup>

Uma alternativa é o uso conjunto de imagens de microscopia ótica (MO) e de MEV para combinar as vantagens de cada técnica. Gomes<sup>(11)</sup> propôs uma técnica de microscopia multimodal capaz de ampliar a capacidade analítica do MEV agregando informação de cor (refletância especular) a partir de imagens adquiridas ao microscópio óptico de luz refletida. Esta técnica, batizada de microscopia co-localizada MO-MEV, foi objeto de alguns trabalhos nos quais foi demonstrada sua aplicação à análise de minérios de ferro e de minérios de sulfetos metálicos.<sup>(10-13)</sup>

A utilização da microscopia co-localizada MO-MEV para análise de minérios de ferro permite ao mesmo tempo a identificação das fases que não são distinguíveis por microscopia ótica (resina epóxi e quartzo) ou por MEV (hematita e magnetita), possibilitando sua subsequente quantificação por análise de imagens. No entanto, o método de registro então desenvolvido para a fusão das imagens óticas e de MEV é um procedimento trabalhoso que envolve a calibração do sistema com uma amostra padrão a cada rotina de aquisição de imagens.<sup>(14)</sup> Deste modo, a técnica apesar de eficaz, não é prática.

De fato, o registro de imagens, isto é, a superposição de imagens de um mesmo campo obtidas por diferentes sensores ou em diferentes condições, é a etapa crítica de qualquer método de análise de imagens que empregue imagens de diferentes origens. No caso da fusão das imagens obtidas por microscopia ótica e por MEV, o registro é complexo, pois requer ajustes de translação, rotação e transformações não-lineares.<sup>(14)</sup>

O presente trabalho apresenta um novo método de registro capaz de automatizar o processo de fusão das imagens óticas e de MEV sem a necessidade da etapa de calibração. Um conjunto de 81 pares de imagens de uma amostra de minério de ferro itabirítico foi utilizado para o desenvolvimento e teste do método.

# 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Uma amostra de minério de ferro itabirítico classificada entre -149+105  $\mu$ m e concentrada em líquido denso (densidade > 3,2) foi embutida em resina epóxi e em seguida desbastada e polida em politriz automática.

Os procedimentos para aquisição das imagens no microscópio ótico e no MEV, assim como o método original de registro com a amostra padrão, são descritos em detalhe nos trabalhos de Gomes<sup>(11)</sup> e de Gomes e Paciornik.<sup>(14)</sup> Todavia, estes procedimentos são resumidos no presente texto para auxiliar sua leitura.

## 2.1 Aquisição de Imagens

Um microscópio ótico motorizado e controlado por computador Zeiss Axioplan 2 ie com uma câmera digital Zeiss AxioCam HR foi utilizado para a aquisição de imagens de 81 campos regularmente espaçados na superfície da seção polida, através da varredura da amostra e focalização automáticas. Todas as imagens foram obtidas com a lente objetiva de 10X (NA 0,20), com quantização RGB de 24 bit, tamanho de 1300x1030 pixels e resolução de 1,05  $\mu$ m/pixel. A posição de cada campo observado foi armazenada em uma base de dados para a subsequente aquisição de imagens no MEV.

Em seguida, após a aquisição das imagens óticas, a seção polida foi coberta com carbono evaporado de modo a torná-la condutora e adequada à análise ao MEV. Assim, utilizando-se um MEV LEO S440, uma imagem de elétrons retro-espalhados (8 bit, com 1024x768 pixels) foi adquirida, com a mesma resolução, em cada campo observado ao microscópio ótico. Neste procedimento, a amostra foi posicionada na platina do MEV de maneira similar à que foi fixada na platina do microscópio ótico. É desnecessário e na prática impossível colocar a amostra exatamente do mesmo modo. Contudo, um arranjo similar pode facilitar e acelerar o registro das imagens.<sup>(10)</sup> O fundamental, nesta etapa, é que os campos de menor tamanho adquiridos no MEV estejam contidos nos campos capturados no microscópio ótico. A

Figura 1 mostra um par de imagens adquiridas respectivamente por microscopia ótica e MEV.



Figura 1. Imagens adquiridas por: (a) microscopia ótica; e (b) MEV.

#### 2.2 Registro de Imagens com Amostra Padrão

O método original de registro de imagens óticas e de MEV foi desenvolvido a partir da investigação da origem das distorções entre os dois tipos de imagens. Desta forma, estas distorções foram tratadas separadamente e o método de registro foi elaborado em etapas. Neste método, as imagens óticas, convertidas para níveis de intensidade, foram consideradas como de referência e as imagens de MEV como as imagens a serem registradas. A primeira etapa compreende as distorções causadas pela diferença dos instrumentos, oriundas principalmente do MEV, tais como astigmatismo e distorções não-lineares. A segunda etapa corrige a rotação devida ao diferente posicionamento da amostra nas platinas dos microscópios. E a terceira etapa ajusta a translação e corta as imagens para que elas representem exatamente o mesmo campo.

A primeira etapa é justamente a mais trabalhosa, que demanda a calibração com a amostra padrão. Como as distorções aqui tratadas são devidas aos microscópios e não dependem da amostra, imagens de um mesmo campo de uma grade micrométrica de 200# (amostra padrão) são adquiridas no microscópio ótico e no MEV, nas mesmas condições operacionais utilizadas para a análise da amostra mineral. A partir destas imagens, vários pontos de controle são automaticamente detectados e uma transformação espacial é calculada utilizando o método *Local Weighted Mean* (LWM) de Goshtasby.<sup>(15)</sup> Esta transformação é aplicada às imagens de MEV da amostra mineral, que então seguem para a segunda etapa do registro.

A segunda etapa determina e corrige a rotação entre as imagens. Esta rotação é causada pelo diferente posicionamento da amostra nos microscópios, assim ela é constante em todos os campos da amostra para um dado experimento de aquisição de imagens. Um algoritmo iterativo é usado para determinar o ângulo de rotação que maximiza a correlação cruzada entre um par de imagens.

Na terceira etapa, as imagens de MEV, transformadas (etapa 1) e rodadas (etapa 2), e as imagens óticas são registradas através da maximização da correlação cruzada<sup>(16)</sup> e cortadas a fim de representarem exatamente o mesmo campo.

## 2.3 Registro Automático de Imagens

O registro automático das imagens compreende duas etapas. Primeiramente, cada par de imagens MO-MEV é alinhado, a partir da maximização da correlação cruzada, e as imagens são cortadas de modo a representarem aproximadamente o mesmo campo. Em seguida, é realizado o registro de cada par de imagens através de uma transformação determinada com o método LWM. Esta decomposição em etapas pode ser compreendida como a realização de um ajuste grosseiro, seguido de um ajuste fino.

Uma vez obtidos os pares de imagens alinhadas, é preciso determinar os pontos de controle para o cálculo da transformação da segunda etapa. É preciso destacar que a qualidade da transformação calculada por LWM depende da exatidão, quantidade e distribuição dos pontos de controle. De posse de um conjunto satisfatório de pontos de controle, pode-se realizar a estimação dos parâmetros da transformação. Entretanto, na prática, em muitos pares de imagens, não se consegue extrair um conjunto adequado de pontos de controle.

Todavia, como em um mesmo experimento as distorções oriundas das diferenças entre os microscópios e a rotação da amostra não variam, uma única transformação pode ser empregada para corrigir estas distorções e a rotação em todos os pares de imagens. Assim, todos os pares de imagens são utilizados para obtenção dos pontos de controle que definem uma única transformação.

Para a obtenção dos pontos de controle, as imagens são subdivididas em grade, simulando o processo da primeira etapa do método com a amostra padrão. Cada recorte de imagem e seu respectivo homólogo na outra imagem são analisados e, considerando-se limiares de entropia<sup>(17)</sup> e contraste,<sup>(17)</sup> eliminam-se pares de recortes que não tenham informação suficiente para determinação de pontos

homólogos, como por exemplo regiões da amostra contendo apenas resina. Os pares de recortes aprovados são submetidos a um algoritmo de busca automática de pontos homólogos baseado no método SIFT.<sup>(18)</sup> A partir destes pontos homólogos, são calculados os momentos de translação do recorte, estabelecendo-se um par de pontos de controle relativo ao centro do respectivo recorte.

Após a análise de todos os pares de imagens, os pontos de controle obtidos em todos os recortes são utilizados no cálculo dos parâmetros da transformação LWM. Ao final, a transformação é aplicada a todas as imagens de MEV, efetivamente registrando-as.

## 2.4 Avaliação do Registro

Para avaliação da qualidade do registro das imagens, a métrica utilizada foi o coeficiente de correlação<sup>(19)</sup> entre as imagens.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 exibe o resultado do registro das imagens mostradas na Figura 1 pelo método automático.

A Figura 3 apresenta os resultados da avaliação da qualidade do registro. Nela podem ser vistos, para cada um dos 81 pares de imagens, o coeficiente de correlação cruzada das imagens adquiridas, das imagens registradas com o método com amostra padrão e das imagens registradas com o método automático.

O coeficiente de correlação é uma medida clássica da similaridade entre imagens. Caso duas imagens sejam idênticas, seu coeficiente de correlação é igual a 1. Desta forma, é esperado que o coeficiente de correlação entre imagens do mesmo campo adquiridas por sensores diferentes, no caso microscópio ótico e MEV, seja menor do que 1. Todavia, o coeficiente de correlação pode ser utilizado como uma medida relativa da qualidade do registro de imagens de modalidades distintas.

O coeficiente de correlação é invariante em relação à translação. Deste modo, as imagens originais e as imagens alinhadas a partir da maximização da correlação cruzada (etapa 1 do método automático) apresentam o mesmo coeficiente de correlação. Ao se comparar o coeficiente de correlação das imagens originais com os resultados obtidos após os procedimentos de registro, fica evidente a necessidade de transformações mais complexas do que um simples alinhamento por translação para registrar imagens de microscopia ótica e de MEV.



Figura 2. Imagens registradas pelo método automático: (a) microscopia ótica; e (b) MEV.



Figura 3. Coeficiente de correlação cruzada das imagens adquiridas, das imagens registradas com o método com amostra padrão e das imagens registradas com o método automático.

Os resultados obtidos com os métodos de registro foram similares. Houve, contudo, uma ligeira superioridade do método automático. As diferenças mínima, média e máxima entre os resultados obtidos para os dois métodos foram respectivamente de 0,003; 0,007 e 0,013.

# 4 CONCLUSÃO

O presente trabalho apresentou um novo método automático para o registro de imagens de microscopia ótica e de MEV. O método proposto foi testado com um conjunto de 81 pares de imagens de uma amostra de minério de ferro itabirítico.

O método automático foi comparado ao método anterior que utiliza uma amostra padrão para calibrar o registro das imagens. Os resultados obtidos apontam que o método automático, além de mais prático, pode ser capaz de propiciar um registro ligeiramente melhor entre as imagens.

Os resultados do presente trabalho indicam a potencialidade do método proposto para o registro automático de imagens de microscopia ótica e de MEV. Todavia, são resultados preliminares e foram obtidos com apenas um conjunto de imagens. Cabe ressaltar que este experimento está sendo repetido com outros conjuntos de imagens, variando-se o tipo de minério e a magnificação/lente objetiva utilizada. Oportunamente, outros resultados serão publicados pelos autores.

## Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq, da Capes e da Faperj. O.D.M. Gomes agradece ao programa Ciência sem Fronteiras do CNPq pelo apoio financeiro para o atual estágio de pós-doutorado na Universidade de Liège.

## REFERÊNCIAS

- 1 CRIDDLE, A.J.; STANLEY, C.J. *Quantitative Data File for Ore Minerals*, 3 ed. London: Chapman & Hall, 1993.
- 2 PIRÁRD, E.; LEBICHOT, S. Image analysis of iron oxides under the optical microscope. In INTERNATIONAL CONGRESS FOR APPLIED MINERALOGY, 8, 2004, Águas de Lindóia. *Proceedings...* São Paulo: ICAM-BR, 2004, p. 153-156.
- 3 PIRARD, E., LEBICHOT, S.; KRIER, W. Particle texture analysis using polarized light imaging and grey level intercepts. *International Journal of Mineral Processing*, v. 84, p. 299-309, 2007.
- 4 DONSKOI, E.; SUTHERS, S.P.; FRADD, S.B.; YOUNG, J.M.; CAMPBELL, J.J.; RAYNLYN, T.D.; CLOUT, J.M.F. Utilization of optical image analysis and automatic texture classification for iron ore particle characterisation. *Minerals Engineering*, v. 20, p. 461-471, 2007.
- 5 WAGNER, D.T.; ROUCO, H.V.; GOMES, O.D.M; PACIORNIK, S.; VIEIRA, M.B. Caracterização de pelotas de minério de ferro por microscopia digital e análise de imagens. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v. 5, n. 4, p. 215-218, 2009.
- 6 ALVAREZ, J.C.; GOMES, O.D.M.; SCHINAZI, G.; PACIORNIK, S.; VIEIRA, M.B. Caracterização Quantitativa de Sínter. *Tecnologia em Metalurgia e Materiais*, v. 7, n. 1-2, p. 12-17, 2010.
- 7 IGLESIAS, J.C.A.; GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Automatic recognition of hematite grains under polarized reflected light microscopy through image analysis. *Minerals Engineering*, v. 24, n. 12, p. 1264-1270, 2011.

- 8 GOMES, O.D.M.; IGLESIAS, J.C.A.; PACIORNIK, S.; VIEIRA, M.B. Classification of Hematite Types in Iron Ores through Circularly Polarized Light Microscopy and Image Analysis. In: PROCESS MINERALOGY, 2012, Cidade do Cabo. *Proceedings...* Falmouth: Minerals Engineering International, 2012.
- 9 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: The Australasian Institute of Mining and Metalurgy, 2008. p. 703-706.
- 10 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Caracterização quantitativa de minério de ferro por microscopia co-localizada. *Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração*, v. 6, p. 91-95, 2009.
- 11 GOMES, O.D.M. Microscopia Co-Localizada: Novas Possibilidades na Caracterização de Minérios. 2007. 103 f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – PUC-Rio, Rio de Janeiro, 2007.
- 12 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Co-Site Microscopy: combining Reflected Light and Scanning Electron Microscopy to perform Ore Mineralogy. In INTERNATIONAL CONGRESS FOR APPLIED MINERALOGY, 9, 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: The Australasian Institute of Mining and Metalurgy, 2008, p. 695-698.
- 13 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Iron ore quantitative characterisation through reflected light-scanning electron co-site microscopy. In INTERNATIONAL CONGRESS FOR APPLIED MINERALOGY, 9, 2008, Brisbane. *Proceedings...* Carlton: The Australasian Institute of Mining and Metalurgy, 2008, p. 699-702.
- 14 GOMES, O.D.M.; PACIORNIK, S. Multimodal Microscopy for Ore Characterization. In: KAZMIRUK, V. (Ed.) Scanning Electron Microscopy. Rijeka: InTech, 2012, cap. 16, p. 313-334.
- 15 GOSHTASBY, A. Image Registration by Local Approximation Methods. *Image and Vision Computing*, v. 6, n. 4, p. 255-261, 1988.
- 16 ZITOVA, B.; FLUSSER, J. Image registration methods: a survey. *Image and Vision Computing*, v. 21, n. 11, p. 977-1000, 2003.
- 17 GONZALEZ, R.C.; WOODS, R.E. *Digital image processing*. 2. ed. Upper Saddle River: Prentice-Hall, 2002.
- 18 LOWE, D.G. Distinctive Image Features from Scale-Invariant Keypoints. *International Journal of Computer Vision*, v. 60, n. 2, p. 91-110, 2004.
- 19 JOHNSON, R.A.; WICHERN, D. W. Applied Multivariate Statistical Analysis, 6 ed. New Jersey: Pearson Education, 2007.