## 8 Referências Bibliográficas

**CRU - The Independent Authority.** [Online] [Citado em: 20 de 11 de 2011.] http://www.crugroup.com/market-analysis/.

**D'Abreu, J. C. 2007.** *Notas de Aula de Siderurgia.* s.l. : Departamento de Engenharia de Materiais, 2007.

**D'Abreu, J. C., et al. 2006.** A digital microscopy technique to quantify metallic iron in self-reducing agglomerates. Osaka, Japão : The 4th International congress on the science and technology of ironmaking, 2006.

**D'Abreu, J. C. et al. 2006.** *Digital Microscopy applied to metallic iron quantification in self-reducing briquettes.* Cleveland, Ohio - USA : Iron & Steel Technology Conference Proceedings - AISTech 2006, 2006.

**D'Abreu, J.C. 2006.** *Development of the brazilian self reducing ironmaking technology.* Osaka - Japão : The 4th International congress on the science and technology of ironmaking, 2006.

**DNPM - Departamento Nacional de Produção.** *Economia Mineral do Brasil em 2009 - Minério de Ferro e Aço.* [Online] [Citado em: 22 de 10 de 2011.] http://www.dnpm.gov.br/conteudo.asp?IDSecao=68.

Gomes, O. 2007. Microscopia co-localizada. Rio de Janeiro : s.n., 2007.

**Gomes, O. 2001.** *Processamento e análise de imagens aplicados à caracterização automática de materiais.* Rio de Janeiro : s.n., 2001.

IaBR - Instituto Aço Brasil. [Online] [Citado em: 10 de 10 de 2011.] http://www.acobrasil.org.br/site/portugues/numeros/estatisticas.asp.

Jaroslav, SRB. e Ruzicková, Zdenka. 1998. Pelletization of fines. 1998.

Keshary, S, e Krishnan, T. 2008. Reduction Kinetics of Iron Ore and Pellets. 2008.

Molecular Express. Optical Microscopy Primer. Introduction to *Microscopy*. [Online] [Citado em: 01 de 06 de 2010.] http://micro.magnet.fsu.edu/primer/anatomy/introduction.html.

Molecular Expressions. Optical Microscopy Primer. *Digital Imaging*. [Online] [Citado em: 25 de 05 de 2010.] http://micro.magnet.fsu.edu/primer/digitalimaging/index.html.

**Noldin Junior, J. H. 2002.** *Contribuição ao Estudo da Cinética de Redução de Briquetes Auto-redutores.* Rio de Janeiro : s.n., 2002.

Noldin Junior, J. H., D'Abeu, J. C. e Contrucci, M. 2005. Tecnored Process - High Potential in Using Different Kinds of Solid Fuels. 2005. Vol. 8.

Noldin Junior, J. H., D'Abeu, J. C. e DE ARAÚJO, D. R. Tecnologias Emergentes da Siderurgia Primária. Novas Oportunidades?

Noldin Junior, J. H., et al. 2003. *Cinética de Redução de Briquetes Autoredutores*. Rio de Janeiro : s.n., Julho de 2003.

**Paciornik, S. e Mauricio, M.H.P. 2004.** Digital Imaging. [A. do livro] G.F. Vandervoort. *ASM Handbook, Vol. 9: Metallography and Microstructures*. 2004.

Paciornik, S. 2010. Notas de aula do professor Sidnei Paciornik: Microscopia Quantitativa. Rio de Janeiro : Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio, 2010.

Paciornik, S. 2010. Notas de aula do professor Sidnei Paciornik: Processamento Digital de Imagens. Rio de Janeiro : Departamento de Engenharia de Materiais - PUC-Rio, 2010.

**Pourghahramani, P. e Forssberg, E. 2006.** *Effects of Mechanical Activation on the Reduction Behavior.* 2006.

Singh, A. K. 2009. Preparation and Characterization of Sponge Iron. 2009.

Smith, D. 1996. Characterization of Lactose by Helium Pycnometer. *The Microreport: News and Ideas for Decion Makers.* 7, 1996, Vol. 2.

**UNCTAD - United Nations Conference on trade and development.** *Pesquisas Econômicas de Minério de Ferro*. [Online] [Citado em: 26 de 06 de 2010.] http://www.unctad.org/Templates/StartPage.asp?intItemID=2068.

Wagner, D.T. 2008. *Caracterização automática de aglomerados de minério de ferro*. Rio de Janeiro : Anais-XVI Seminário de iniciação científica da PUC-Rio no campus da Universidade, 2008.

Wagner, D.T. 2010. *Caracterização automática de aglomerados de minério de ferro*. Rio de Janeiro : Monografia de conclusão de curso da PUC-Rio, 2010.

Wagner, D.T. 2009. *Caracterização automática de aglomerados de minério de ferro*. Rio de Janeiro : Anais-XVII Seminário de iniciação científica da PUC-Rio no campus da Universidade, 2009.

Wagner, D.T., et al. 2009. Caracterização de pelotas de minério de ferro por microscopia digital e análise de imagens. São Paulo : s.n., 2009.

Zeiss. *Microscopy form the very beginning*. [Online] [Citado em: 15 de 05 de 2010.] http://www.zeiss.de/c1256b5e0047ff3f/Contents-Frame/19f3e708aa71288ec1256c3e0036605b.

## 9 Apêndice I

Neste apêndice será apresentada a rotina automática para quantificação de ferro metálico e desenvolvimento dos mapas de porosidade de ferro metálico. Ao final, serão apresentadas quatro imagens-mosaico, mapas de porosidade e mapas de ferro metálico, para cada tipo de redutor – finos de carvão mineral e CVP, referentes aos briquetes com 20 mm e 25 mm de espessura e 20 min e 40 min de redução.

Para quantificação do ferro metálico, desenvolvimento dos mapas de porosidade e ferro metálico, foi confeccionado um script no programa AxioVision, que segue os seguintes passos:

1) Open Image:

*Output* = Original



Figura 56 - Original como resultado do comando Open Image



Figura 57 – Original como Input do comando Split RGB Extractions

*Output* 1 = Red Channel



Figura 58 - Red Channel como output 1 do comando Split RGB Extractions

*Output* 2 = Green Channel



Figura 59 – Green Channel como output 2 do comando Split RGB Extractions

*Output* 3 = Blue Channel



Figura 60 – Blue Channel como output 3 do comando Split RGB Extractions

## 3) Delineate:



Figura 61 - Red Channel como input do comando Delineate

*Output* = Delineated Image



Figura 62 – Delineated Image como output do comando Delineate



Figura 63 – Delineated Image como input do comando Thresholds Interactive

Level Low= 0 Level High = 29

*Output* = Fases Sólidas



Figura 64 – Fases Sólidas como output do comando Thresholds Interactive



Figura 65 – Fases Sóldas como input do comando Thresholds Interactive

Level Low = 0 Level High = 1



Figura 66 - Fundo como output do comando Thresholds Interactive



Figura 67 - Fases Sólidas como input do comando Thresholds Interactive

Level Low = 111 Level High = 255

*Output* = Ferro Metálico



Figura 68 - Ferro Metálico como output do comando Thresholds Interactive

## 7) Lowpass:



Figura 69 - Ferro Metálico como input do comando Lowpass

Kernel Size X = 51Kernel Size Y = 51Kernel Size Z = 1Count = 1

Output = Ferro Metálico Borrada



Figura 70 - Ferro Metálico Borrada como output do comando Lowpass

## 8) Lowpass:



Figura 71 - Fases Sólidas como input do comando Lowpass

Kernel Size X = 51 KernelSize Y = 51 Count = 1

*Output* = Briquete Borrada



Figura 72 - Briquete Borrada como output do comando Lowpass

### 9) Threshold Interactive:



Figura 73 - Briquete Borrada como input do comando Thresholds Interactive

Level Low = 2 Level High = 255

Output = Binária Briquete Borrada



Figura 74 - Binária Briquete Borrada como output do comando Thresholds Interactive



Figura 75 - Binária Briquete Borrada como input do comando Close

Structuring Element = Cross Cont = 16

Output = Close Binária Briquete Borrada



Figura 76 - Close Binária Briquete Borrada como output do comando Close

Input = Close Binária Briquete Borrada

Figura 77 - Close Binária Briquete Borrada como input do comando Clean

MinArea = 1MaxArea = 5000Fill = yes

*Output* = Máscara Briquete

Figura 78 - Máscara Briquete como output do comando Clean

106

## BqtMedeArea.zma

#### 13) Start Measurement:

*Dens Image* = Red Channel



Figura 79 - Red Channel como DensImage do comando Start Measurement



Figura 80 – Máscara Briquete como Mask Image do comando Start Measurement

Table: Máscara Briquete

## %aMáscaraBriquete = $530447275.49 \ \mu m$

*Dens Image* = Red Channel

#### 14) Start Measurement:



Figura 81 - Red Channel como Dens Image do comando Start Measurement

Mask Image = Ferro Metálico



Figura 82 - Ferro Metálico como Mask Image do comando Start Measurement

### Table: Ferro Metálico

% aFerroMetálico = 34691530.58  $\mu m$ 

15) Calculate table columns:

Input table 1 = Ferro Metálico

Área de Ferro Metálico =  $34691530.58 \ \mu m$ 

*Input table* 2 = Máscara Briquete

Área de Máscara Briquete = 530447275.49 μm

*Output table* = Fração Ferro Metálico a partir de Máscara Briquete Poros Fechados

%aFerroMetálicoPorosFechados = 8.02 %



Figura 83 – Fundo como input do comando Not

*Output* = Máscara Briquete Poros Abertos



Figura 84 - Máscara Briquete Poros Abertos como output do comando Not



Figura 85 - Red Channel como Dens Image do comando Start Measurement

Mask Image = Máscara Briquete Poros Abertos



Figura 86 – Máscara Briquete Poros Abertos como Mask Image do comando Start Measurement

Table: Máscara Briquete Poros Abertos

Área Máscara Briquete Poros Abertos =  $102033913.49 \,\mu m$ 

*Input table* 1 = Ferro Metálico

Área de Ferro Metálico = 34691530.58 μm

*Input table* 2 = Máscara Briquete Poros Abertos

Área Máscara Briquete Poros Abertos =  $102033913.49 \ \mu m$ 

*Output table* = Fração de Ferro Metálico a partir de Máscara Briquete Poros Abertos

% a Ferro Metálico Poros Abertos = 34.00



Figura 87 - Máscara Briquete Poros Abertos como input do comando Close

Structuring Element: Cross Count: 5

Figura 88 – Close Máscara Briquete Poros Abertos como output do comando Close

*Output* = Close Máscara Briquete Poros Abertos



*Input* = Close Máscara Briquete Poros Abertos

Figura 89 - Close Máscara Briquete Poros Abertos como input do comando Not



Figura 90 - Poros + Resina como output do comando Not



Figura 91 - Poros + Resina como input 1 do comando And

Input 2 = Máscara Briquete



Figura 92 - Máscara Briquete como input 2 do comando And



Figura 93 - Poros como output do comando And

## 22) Multiply Constant:

*Input* = Ferro Metálico Borrada



Figura 94 – Ferro Metálico Borrada como input do comando Multiply Constant

Factor = 0.78





Figura 95 – Ferro Metálico Borrada Intensidade Ajustada como output do comando Multiply Constant



Image = Ferro Metálico Borrada Intensidade Ajustada

Figura 96 – Ferro Metálico Borrada Intensidade Ajustada como Image do comando Load Look-up Table

*Output* = Rainbow.col



Figura 97 - Mapa de Ferro Metálico como output do comando Load Look-up Table



Figura 98 – Poros como input do comando Lowpass

Kernel Size X = 101 Kernel Size Y = 101 Count = 2





Figura 99 - Poros Borrada como output do comando Lowpass



Figura 100 - Poros Borrada como input do comando Multiply Constant

Factor = 0.78

*Output* = Poros Borrada Intensidade Ajustada



Figura 101 – Poros Borrada Intensidade Ajustada como output do comando Multiply Constant



Figura 102 – Poros Borrada Intensidade Ajustada como input para o comando Load Look-up Table

*Output* = Rainbow.col



Figura 103 – Mapa de Porosidade como output do comando Load Look-up Table



Figura 104 – Poros como input R do comando Combine RGB Extractions

Input G = Ferro Metálico



Figura 105 – Ferro Metálico como input G do comando Combine RGB Extractions





Figura 106 – Máscara Briquete como input B do comando Combine RGB Extractions

*Output* = Combined Channels Image



Figura 107 – Combined Channels Image como output do comando Combine RGB Extractions

Seguem, para cada tipo de redutor, as quatro imagens-mosaico, quatro mapas de porosidade e quatro mapas de ferro metálico resultantes do script desenvolvido.

- 1) Redutor CM:
- a) 20 mm de espessura e 20 min de redução



Figura 108 – Imagem-mosaico para as condições: CM, 20 mm e 20 min



Figura 109 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CM, 20 mm e 20 min



Figura 110 – Mapa de ferro metálico para as condições: CM, 20 mm e 20 min



Figura 111 – Mapa de porosidade para as condições: CM, 20 mm e 20 min

b) 20 mm de espessura e 40 min de redução



Figura 112 - Condições: CM, 20 mm e 40 min



Figura 113 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CM, 20 mm e 40 min



Figura 114 - Mapa de ferro metálico para as condições: CM, 20 mm e 40 min



Figura 115 - Mapa de porosidade para as condições: CM, 20 mm e 40 min

c) 25 mm de espessura e 20 min de redução



Figura 116 - Condições: CM, 25 mm e 20 min



Figura 117 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CM, 25 mm e 20 min



Figura 118 - Mapa de ferro metálico para as condições: CM, 25 mm e 20 min



Figura 119 – Mapa de porosidade para as condições: CM, 25 mm e 20 min

d) 25 mm de espessura e 40 min de redução



Figura 120 - Condições: CM, 25 mm e 40 min



Figura 121 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CM, 25 mm e 40 min

130



Figura 122 - Mapa de ferro metálico para as condições: CM, 25 mm e 40 min



Figura 123 – Mapa de porosidade para as condições: CM, 25 mm e 40 min

### 2) Redutor CVP:

a) 20 mm de espessura e 20 min de redução



Figura 124 - Condições: CVP, 20 mm e 20 min



Figura 125 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CVP, 20 mm e 20 min



Figura 126 – Mapa de ferro metálico para as condições: CVP, 20 mm e 20 min





b) 20 mm de espessura e 40 min de redução



Figura 128 - Condições: CVP, 20 mm e 40 min



Figura 129 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CVP, 20 mm e 40 min



Figura 130 - Mapa de ferro metálico para as condições: CVP, 20 mm e 40 min



Figura 131 – Mapa de porosidade para as condições: CVP, 20 mm e 40 min

c) 25 mm de espessura e 20 min de redução



Figura 132 - Condições: CVP, 25 mm e 20 min



Figura 133 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CVP, 25 mm e 20 min



Figura 134 – Mapa de ferro metálico para as condições: CVP, 25 mm e 20 min



Figura 135 – Mapa de porosidade para as condições: CVP, 25 mm e 20 min



Figura 136 - Condições: CVP, 25 mm e 40 min



Figura 137 – Segmentação das fases ferro metálico, poros e outras fases para as condições: CVP, 25 mm e 40 min



Figura 138 – Mapa de ferro metálico para as condições: CVP, 25 mm e 40 min



Figura 139 - Mapa de porosidade para as condições: CVP, 25 mm e 40 min

# 10 Apêndice II

Este apêndice tem por objetivo descrever o procedimento utilizado para realização da análise química do ferro total e ferro metálico.

1) Determinação do Ferro total

• Reagentes Necessários:

a) Ácido Clorídrico p.a (HCl);

b) Cloreto estanoso a 10% – pesar 2,5 g e dissolver em 30 mL de ácido clorídrico. Após dissolução adicionar mais de 20 mL de água deionizada;

c) Cloreto de mercúrio a 5% (HgCl<sub>2</sub>) – pesar 5 g e dissolver em 100 mL de água deionizada;

d) Solução sulfo-fosfórica – 300 mL de água deionizada, 300 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
e 300 mL de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>. Adicionar o H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> lentamente na água, esperar esfriar e adicionar o H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>;

 e) Solução indicadora – pesar 0,1 g de difenilamino sulfonato de sódio em 100 mL de água;

f) Solução de  $K_2Cr_2O_7 0,1N$  – secar o bicromato de potássio a 140-150°C por 1 hora. Pesar exatamente 4,904 g e dissolver com água em balão volumétrico de 1 litro.

Procedimentos de análise:

a) Pesar 0,25 g de amostra e transferir para Erlenmeyer de 500 mL contendo um pouco de água (5-10 mL);

b) Adicionar 20 mL de HCl e 3 gotas de solução de cloreto estanoso 10%;

c) Aquecer em chapa branda (80-90°C) até a decomposição total da amostra;

 d) Retirar da chapa e adicionar, sob agitação, gota a gota, solução de cloreto estanoso até o desaparecimento da coloração amarelada. Adicionar uma gota em excesso;

e) Lavar as paredes do Erlenmeyer com água fria até  $\pm$  50 mL;

f) Resfriar em água corrente até temperatura ambiente e então adicionar 10
mL de solução de cloreto mercúrico 5%, agitar brandamente e deixar em repouso
por 5 min;

g) Diluir com água fria até  $\pm$  200 mL;

h) Adicionar 15 mL de solução sulfo-fosfórica;

i) Adicionar 3 gotas de solução indicadora;

j) Titular com solução de  $K_2Cr_2O_7$  0,1N até viragem do indicador de verde para violeta.

• Cálculo da porcentagem de ferro total:

$$\%Fe(total) = \frac{V \times (0.1 \times 0.055845 \times 100)}{m}$$

Onde:

- V volume gasto de solução de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> (0,1N)
- m massa de amostra tomada para análise
- 2) Determinação do Ferro metálico
- Reagentes Necessários:
  - a) Solução de sulfato de Cu a 4%;
  - b) Ácido sulfúrico p.a (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>);
  - c) Zinco metálico p.a (em pó);

• Procedimentos de análise:

a) Pesar 0,5 g de amostra e transferir para o copo de Becker de 300 mL;

b) Adicionar 50 mL de solução de sulfato de cobre a 4%;

c) Aquecer e manter em ebulição branda por 60 min. Manter o volume com adições de água quente durante aquecimento;

 d) Diluir com 30 mL de água fria e filtrar para separar o resíduo, recebendo o filtrado em copo de Becker de 600 mL (usar papel de filtro de média porosidade);

e) Lavar o resíduo várias vezes com água, até um volume de ± 500 mL;

f) Eliminar resíduo;

g) Ao filtrado, adicionar 10 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e zinco metálico e cobrir o Becker com vidro de relógio;  h) Deixar em repouso por no mínimo 5 horas até que a reação cesse e desapareça todo e qualquer vestígio de coloração azulada (cor azul indica presença de cobre não reduzido. Caso persista a cor azulada, adicionar mais zinco e aguardar novamente);

i) Filtrar em papel de baixa porosidade e lavar o resíduo com água quente (± 600-700 mL);

j) Esfriar;

k) Adicionar 20 mL de solução sulfo-fosfórica;

1) Adicionar 3 gotas de solução indicadora;

m) Titular com K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> até virar a cor de verde para violeta.

• Cálculo da porcentagem de ferro metálico:

$$\%Fe(metálico) = \frac{V \times (0,1 \times 0,055845 \times 100)}{m}$$

Onde :

V – volume gasto de solução de  $K_2Cr_2O_7$  (0,1N)

m - massa de amostra tomada para análise