

NOVA TÉCNICA DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA SISTEMAS DE MINERALOGIA AUTOMATIZADA

Marina Di Giolo Bernardes Guimarães

Aluna de Graduação Eng. de Materiais 11º período, UFRJ

Período PIBIC/CETEM : agosto de 2011 a julho de 2012

mari_dgiolo@poli.ufrj.br

Otávio da Fonseca Martins Gomes

Orientador, Eng. Químico, D.Sc.

ogomes@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O sistema *Mineral Liberation Analyser* (MLA), baseado em microscopia eletrônica de varredura (MEV), tornou-se padrão na indústria mineral para a medição de liberação. Ele disponibiliza ferramentas avançadas de análise de imagens, podendo identificar e quantificar fases minerais dentro de cada partícula de minério, através do uso de imagens de elétrons retro-espalhados e dados de espectrometria de dispersão de energia de raios X (EDS) (Fandrich et al., 2007).

Para cada nível de cinza identificado em uma partícula, é gerado um espectro de EDS que, comparado a uma biblioteca de padrões, permite identificar os minerais de forma automatizada. Em seguida, o sistema mede os teores em área dos minerais em cada partícula. Assim, a partir de medições realizadas em seções polidas representando diferentes frações granulométricas, o sistema calcula o espectro de liberação de amostra de minério (Ying, 2003).

Uma análise representativa e acurada demanda uma preparação de amostras correta. De fato, a preparação de amostras é a etapa crítica na caracterização microestrutural. A superfície da seção polida deve apresentar uma dispersão de partículas que seja aleatória em relação à morfologia, composição e densidade das partículas. Na prática, o principal problema é segregação densitária e, para mitigá-lo, têm sido estudados novos métodos de preparação de seções polidas (Kwitko-Ribeiro, 2011).

2. OBJETIVOS

Desenvolvimento de um método de preparação de seções polidas de minérios em que seja minimizada a segregação densitária na etapa de embutimento.

O método desenvolvido foi testado em comparação com o método convencional através da análise por MLA de dois conjuntos de seis seções (frações granulométricas) de uma amostra sintética composta com cerca de 50% v/v de galena e quartzo.

3. METODOLOGIA

Os minerais selecionados para a composição da amostra de teste foram quartzo e galena, devido à grande diferença de densidade. Fragmentos de quartzo e galena, medindo alguns centímetros cada, foram britados, moídos e classificados em série de peneiras. Cada fração granulométrica de quartzo e galena teve sua densidade determinada por picnometria a He (Tabela 1).

A determinação da densidade foi feita com objetivo de calcular a proporção em massa de quartzo e galena que garantisse amostras com cerca de 50% v/v em cada fração granulométrica. Desta forma, cada seção foi preparada com 2,00 g de quartzo e 5,50 g de galena, devidamente misturados e homogeneizados.

Tabela 1. Densidade determinada por picnometria a He.

| Fração (μm) | Densidade (g/cm^3) | |
|--------------------------|--------------------------------------|--------|
| | Quartzo | Galena |
| 298x212 | 2,6550 | 7,3125 |
| 212x150 | 2,6537 | 7,3003 |
| 150x106 | 2,6548 | 7,3102 |
| 106x75 | 2,6595 | 7,3170 |
| 75x53 | 2,6567 | 7,2931 |
| 53x38 | 2,6688 | 7,2944 |

Dois conjuntos de seis seções, cada, foram embutidos respectivamente através do método convencional e do novo método, denominado embutimento a vácuo, e em seguida analisados no MLA para medição das frações de fase.

O método convencional consiste em preparar a resina epóxi em um copo, adicionando-se concomitantemente seu catalisador e a amostra de minério, e misturando-se suavemente, a fim de homogeneizar a mistura. Por fim, derrama-se a mistura em um molde e aguarda-se o tempo de cura.

No embutimento a vácuo, a resina e o catalisador são misturados em um copo sem a adição da amostra. O fundo do molde é substituído por um papel de filtro e adaptado a um sistema de vácuo. Coloca-se a amostra dentro do molde e, em seguida, adiciona-se a mistura de resina e catalisador, sem, contudo, mexer na amostra. A resina escoar pela amostra puxada pela gravidade e pelo vácuo até molhar por completo a superfície das partículas. Ao começar a escoar pelo filtro, interrompe-se o processo e aguarda-se o tempo de cura. Para granulometrias mais grossas, a gravidade pode ser o suficiente, dependendo do minério.

Após a cura dos blocos, eles são desbastados e polidos em uma politriz automática. Por fim, as seções são recobertas com carbono para serem analisadas no MLA.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 a Figura 1 apresentam os resultados obtidos por MLA para as frações de quartzo, assim como as frações volumétricas calculadas a partir da fração mássica utilizada na preparação das seções e das densidades medidas por picnometria a He.

Os resultados mostram a segregação densitária ocorrida no processo de embutimento pelo método convencional. Este problema foi particularmente relevante nas três frações mais grossas, acima de 106 μm . Para a fração 298x212 μm , a fração de quartzo medida pelo MLA foi de apenas 26,0% para a seção preparada pelo embutimento convencional e de 47,6% para a preparada pelo método a vácuo.

Os resultados obtidos para as seções preparadas pelo método a vácuo foram consistentes com as frações volumétricas calculadas, com exceção da fração 150x106 μm , para a qual a fração medida foi de 40,1. Este desvio deve ter ocorrido devido a algum erro aleatório, provavelmente na homogeneização da amostra, e será objeto de estudo adicional.

Tabela 2. Frações de quartzo (%).

| Fração (μm) | Calculado | Embutimento convencional | Embutimento a vácuo |
|--------------------------|-----------|--------------------------|---------------------|
| 298x212 | 50,0 | 26,0 | 47,6 |
| 212x150 | 50,0 | 33,6 | 46,2 |
| 150x106 | 50,0 | 37,7 | 40,1 |
| 106x75 | 50,0 | 46,2 | 44,8 |
| 75x53 | 50,0 | 48,9 | 46,2 |
| 53x38 | 49,8 | 48,6 | 46,2 |

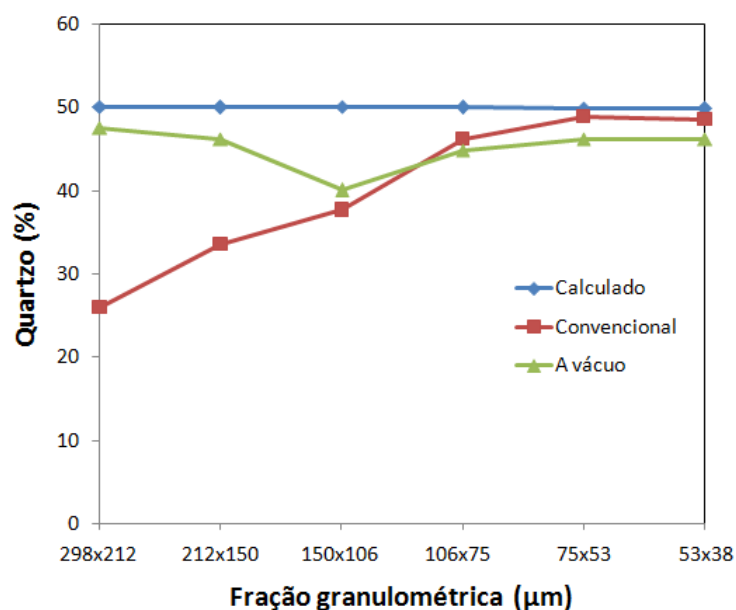


Figura 1. Frações de quartzo (%).

A Figura 2 mostra imagens de cortes transversais das seções polidas da fração 298x212 μm preparadas pelo método convencional (Figura 2a) e pelo método a vácuo (Figura 2b). Nestas imagens, a superfície polida pode ser vista na parte de baixo, próximo à barra de escala, e as partículas escuras são quartzo.

Na imagem da Figura 2a, há claramente duas camadas distintas, uma em cima, composta majoritariamente por partículas de quartzo, e uma em baixo, junto à superfície polida, em que predominam as partículas de galena. Já na imagem da Figura 2b, os minerais estão misturados. Analisando estas imagens, fica evidente a ocorrência da segregação da galena em relação ao quartzo no embutimento pelo método convencional.

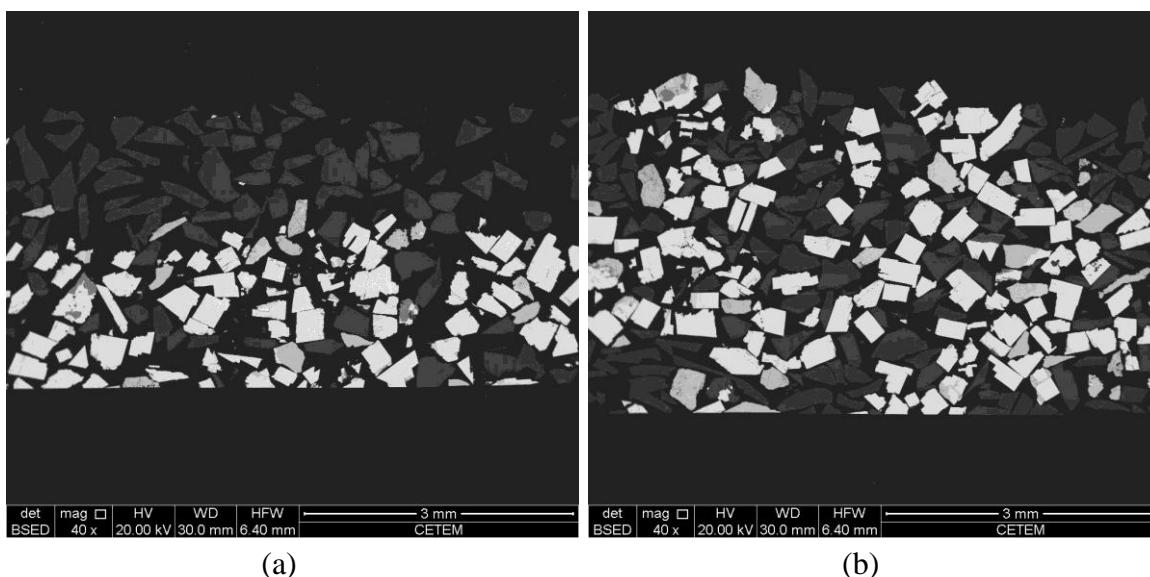


Figura 2. Imagens de cortes transversais das seções polidas da fração 298x212 μm : (a) embutimento convencional; (b) embutimento a vácuo.

A ocorrência da segregação densitária pode ser explicada principalmente pela mistura da amostra com a resina líquida a fim de homogeneizá-la. Esse processo de mistura provoca a suspensão das partículas minerais na resina, que posteriormente, durante o processo de cura, tendem à segregação, devido às suas diferentes densidades. Já no método a vácuo não ocorre tal segregação, pois a forma como a resina é puxada pelo vácuo com a presença do filtro garante que todas as partículas sejam molhadas sem a suspensão das mesmas.

5. CONCLUSÃO

O método de embutimento convencional provoca segregação densitária dos minerais, particularmente para frações mais grossas.

O método de embutimento a vácuo mostrou-se mais adequado, pois evita a segregação densitária, além de não haver perda de amostra, pois toda alíquota é colocada diretamente no molde.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa concedida, ao CETEM pela oportunidade, ao técnico Josimar Firmino de Lima pela idéia original do método a vácuo e pela ajuda na preparação das amostras e ao Otávio Gomes pela orientação no desenvolvimento do projeto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

FANDRICH, R.; YING, G.; BURROWS, D.; MOELLER, K. Modern SEM-based mineral liberation analysis. **International Journal of Mineral Processing**, v. 84, p. 310-320, 2007.

KWITKO-RIBEIRO, R. New sample preparation developments to minimize mineral segregation in process mineralogy. In: 10th INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLIED MINERALOGY, 2011, Trondheim, Norway. **Proceedings of...** p. 411-417.

YING, G. Automated Scanning Electron Microscope Based Mineral Liberation Analysis. **Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering**, v. 2, n. 1, p. 33-41, 2003.