

# 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 ( $\mu\text{m}$ )	Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	
	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  $\mu\text{m}$ . Para a fração 298x212  $\mu\text{m}$ , 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  $\mu\text{m}$ , 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 ( $\mu\text{m}$ )	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

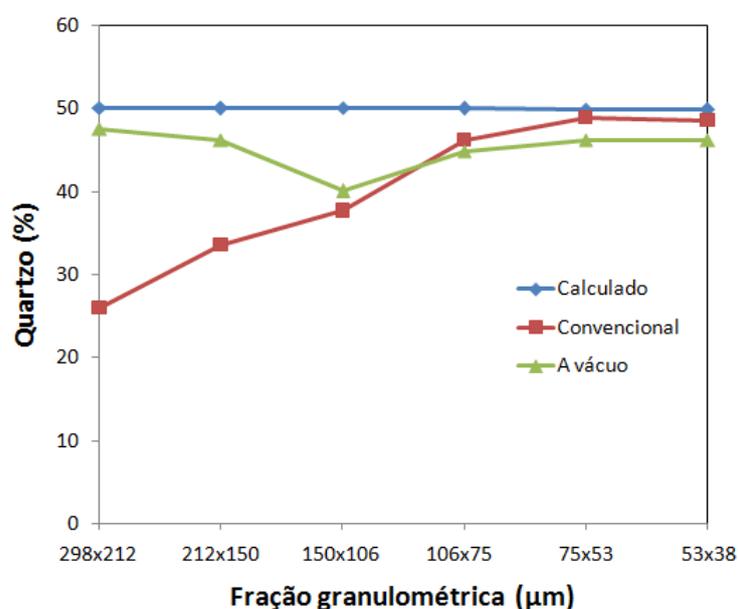


Figura 1. Frações de quartzo (%).

A Figura 2 mostra imagens de cortes transversais das seções polidas da fração 298x212  $\mu\text{m}$  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.

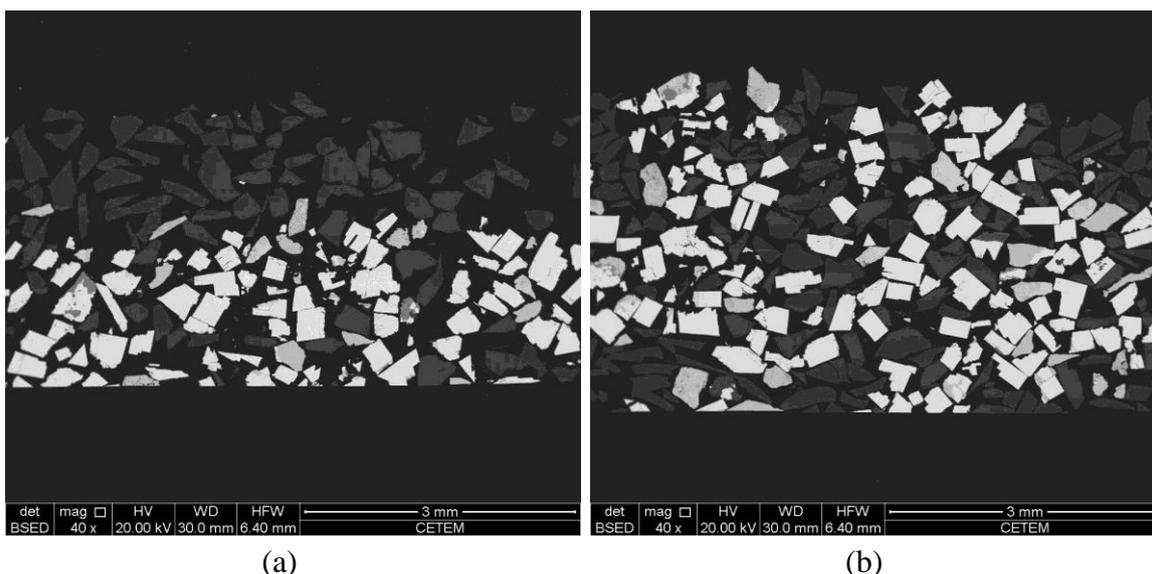


Figura 2. Imagens de cortes transversais das seções polidas da fração 298x212  $\mu\text{m}$ : (a) embutimento convencional; (b) embutimento a vácuo.

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.