

1 Introdução

A microscopia é uma ferramenta fundamental na caracterização tecnológica de minérios e conseqüentemente na indústria mineral. Desde a prospecção até o descomissionamento, incluindo o projeto e otimização da lavra e da usina de beneficiamento, a microscopia, em suas diversas formas, constitui-se em uma das principais técnicas analíticas empregadas. A identificação e quantificação das espécies minerais presentes, a determinação de suas associações e a medição do espectro de liberação estão entre as principais características obtidas a partir da observação ao microscópio.

As microscopias ópticas de luz transmitida, para minerais transparentes, e de luz refletida, para minerais opacos, são provavelmente os métodos mais tradicionais de identificação mineralógica (Neumann et al., 2004). Durante os dois últimos séculos, foram desenvolvidas e aprimoradas técnicas baseadas em diversas propriedades dos minerais. Atendo-se apenas à microscopia óptica de luz refletida, pode-se citar cor, refletância, pleocroísmo de reflexão (bi-refletância), reflexões internas, dureza, polimento preferencial, reatividade química, hábito cristalino, textura, entre outras propriedades (Galopin & Henry, 1972; Ineson, 1989; Craig & Vaughan, 1994; Criddle, 1998).

Entretanto, estas técnicas demandam um mineralogista experiente e apenas algumas delas podem ser usadas em sistemas automatizados para identificação e quantificação de minerais. Assim, na caracterização tecnológica de minérios, a microscopia óptica foi sendo deixada de lado em favor da microscopia eletrônica de varredura.

De fato, nas últimas décadas, a pesquisa e desenvolvimento da microscopia na área mineral concentrou-se no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Este microscópio forma imagens a partir da interação de um feixe de elétrons finamente colimado com a superfície de uma amostra. Suas imagens apresentam intensidade proporcional a algum sinal oriundo da interação do feixe de elétrons com a amostra (Reimer, 1998).

Através do detector de elétrons retro-espalhados (BSE), o MEV forma imagens em que a intensidade de cada pixel é proporcional ao número atômico médio da região atingida pelo feixe, sendo, portanto, indiretamente imagens composicionais. Caso tenha acoplado a si um espectrômetro por dispersão de energia de raios X (EDS), o MEV torna-se ainda mais versátil, podendo também realizar análise química elementar com resolução de até aproximadamente 1 μm na superfície (Goldstein et al., 1992). Baseados nestas duas técnicas, foram desenvolvidos sistemas automatizados de identificação e caracterização mineralógica quantitativa (Petruk, 1988; Sutherland & Gottlieb, 1991). Assim, este formidável instrumento tornou-se padrão na área mineral, tanto na academia quanto na indústria.

Contudo, recentemente voltou-se a pesquisar o uso da microscopia óptica na caracterização tecnológica de minérios. Para isto, contribuíram basicamente três fatores: a melhoria na qualidade da óptica dos microscópios, o desenvolvimento de câmeras melhores e o advento da Microscopia Digital.

A partir da década de 1980, começaram a se popularizar os microscópios com focalização para o infinito (*infinity corrected system*) e lentes com menos aberrações esféricas e cromáticas (Davidson & Abramowitz, 1999). Paralelamente, houve um excepcional progresso no desenvolvimento de dispositivos para aquisição de imagens ópticas, notadamente, câmeras coloridas CCD (Pirard, 2004).

Tudo isso possibilitou o surgimento de sistemas de aquisição de imagens coloridas mais adequadas à análise digital de imagens e conseqüentemente à microscopia quantitativa, impulsionando a pesquisa na área. De fato, a cor sempre foi uma das mais importantes propriedades usadas na identificação de minerais ao microscópio óptico (Piller, 1966).

Na década de 1990, a integração do controle por computador do microscópio com a aquisição e análise digital de imagens levou à criação de uma nova área, denominada Microscopia Digital. A Microscopia Digital, além de permitir um certo grau de automação, abriu possibilidades realmente novas para a caracterização microestrutural (ASM International, 2000; Vander-Voort, 2004).

Tanto no microscópio óptico quanto no MEV, rotinas de aquisição automática e procedimentos de auto-ajuste vêm se tornando cada vez mais comuns. Além disso, alguns sistemas totalmente controlados por *software* e com ambiente de programação permitem uma automação completa. Assim, é possível realizar varredura na amostra,

aquisição e armazenamento de imagens, processamento, análise e geração de relatório em uma rotina única automática (Paciornik & Maurício, 2004).

Uma das novas e promissoras possibilidades advindas do surgimento da Microscopia Digital é a microscopia co-localizada. Em linhas gerais, o objetivo da microscopia co-localizada é juntar diversos tipos de informação, gerando uma base de dados multimodal, representada por uma imagem multi-componente.

Paralelamente, o caráter de multimodalidade da microscopia co-localizada aumentou a demanda por análise multimodal. Assim, técnicas de Reconhecimento de Padrões, já empregadas, por exemplo, para a análise multivariada de imagens multi e hiper-espectrais em Sensoriamento Remoto, vêm sendo cada vez mais estudadas e utilizadas na caracterização microestrutural (Bonnet, 2004).

Nos últimos 4 anos, o grupo de pesquisa em Microscopia Digital coordenado pelo Prof. Dr. Sidnei Paciornik do DCM/PPG/PUC-Rio vem pesquisando diversas possibilidades e aplicações para a microscopia co-localizada (Soto et. al., 2004; Gomes et. al., 2005; Paciornik et. al., 2005; Paciornik & Moraes-Junior, 2005; Reis, 2006; Gomes et. al., 2006; De-Deus et al., 2007). Inicialmente, a pesquisa concentrou-se no microscópio óptico de luz refletida. Foram realizados estudos envolvendo diferentes modos de contraste (campo claro, campo escuro e DIC – contraste interferencial de Normaski) e ataques químicos *ex* e *in situ*, ou seja, ataques feitos com a amostra na platina do microscópio ou fora dela. Em seguida, partiu-se também para a investigação da microscopia co-localizada utilizando-se imagens obtidas por diferentes detectores disponíveis no MEV.

O presente trabalho se insere no contexto do grupo, dando um passo adiante, pois envolve duas modalidades de microscopia, empregando dois instrumentos diferentes. A microscopia co-localizada aqui estudada combina imagens oriundas de microscópio óptico de luz refletida e de MEV (microscopia co-localizada MO-MEV), constituindo-se, desta forma, em uma microscopia inter-microscópios.

O objetivo geral do presente trabalho é explorar e desenvolver algumas das novas possibilidades trazidas pela Microscopia Digital, disponibilizando ferramental para utilização em laboratório e na indústria.

Foi desenvolvida e implementada uma metodologia de microscopia co-localizada MO-MEV, envolvendo desde a aquisição das imagens nos microscópios até a análise através de técnicas de reconhecimento de padrões. Esta metodologia foi testada com várias amostras minerais, em diferentes granulometrias, especialmente,

na resolução de problemas clássicos da microscopia de minerais, como a discriminação de fases que são indistinguíveis ao microscópio óptico de luz refletida ou ao MEV.

A microscopia co-localizada MO-MEV foi empregada em uma rotina para a caracterização de amostras de minério de ferro e os resultados obtidos foram comparados com os da análise tradicional ao MEV.

Foi também introduzida uma técnica para distinguir resina epóxi de quartzo em microscopia óptica de luz refletida. Contudo, esta técnica mostrou-se de difícil reprodução e seu uso foi abandonado no decorrer do trabalho.

O presente texto está organizado em oito capítulos. O primeiro capítulo constitui-se desta introdução.

O segundo capítulo (“Microscopia Digital”) mostra o impacto e os principais aspectos da Microscopia Digital na microscopia óptica de luz refletida e na microscopia eletrônica de varredura. Em seguida, apresenta a microscopia co-localizada e descreve algumas técnicas que vêm sendo estudadas.

O terceiro capítulo (“Processamento e Análise Digital de Imagens”) apresenta brevemente os fundamentos do Processamento e Análise Digital de Imagens. Este capítulo consiste em uma exposição sucinta que objetiva introduzir o tema ao leitor leigo. Uma revisão mais extensa e aprofundada pode ser encontrada na dissertação de mestrado do autor (Gomes, 2001), assim como nos livros-texto consagrados de Gonzalez & Woods (2002) e de Russ (1998).

O quarto capítulo (“Reconhecimento de Padrões”) apresenta de forma ilustrada os conceitos básicos de Reconhecimento de Padrões e visa mostrar o potencial desta ferramenta em diversas aplicações. É um texto introdutório e expositivo, recheado de exemplos, voltado para não-especialistas em Ciência da Computação.

O quinto capítulo (“Microscopia Co-Localizada MO-MEV”) descreve a metodologia de microscopia co-localizada MO-MEV e mostra alguns experimentos realizados durante seu desenvolvimento e teste.

O sexto capítulo (“Microscopia Co-Localizada Aplicada à Caracterização de um Minério de Ferro”) mostra a aplicação de técnicas de microscopia co-localizada na caracterização de um minério de ferro, apresentando os resultados obtidos e discutindo seus aspectos mais relevantes, assim como, suas limitações. Neste

capítulo, é também descrita a técnica para distinguir resina epóxi de quartzo em microscopia óptica de luz refletida.

O sétimo capítulo apresenta as conclusões deste trabalho e propõe trabalhos futuros. O oitavo capítulo lista as referências bibliográficas. Ao final, o Apêndice A descreve e discute sucintamente alguns sistemas de cores.