

6 Microscopia Co-Localizada Aplicada à Caracterização de um Minério de Ferro

6.1.Introdução

Tradicionalmente, a comercialização de minérios de ferro é feita a partir da especificação de sua composição química e distribuição granulométrica. No entanto, nos últimos anos, estudos de caracterização dos minérios de ferro e de seu comportamento nos processos siderúrgicos têm chamado a atenção por propiciar melhorias na eficiência dos processos. Deste modo, a realização de uma caracterização microestrutural detalhada tem-se tornado cada vez mais importante. Há especial interesse em relação à composição mineralógica, às distribuições de tamanho e à trama dos cristais e à microporosidade (Vieira et al., 2003; Pirard & Lebichot, 2004; Santos & Brandão, 2005).

O minério de ferro utilizado neste trabalho foi um itabirito comum composto basicamente por hematita, magnetita, goethita e quartzo. Apesar da mineralogia simples, a caracterização microestrutural deste minério demanda a utilização integrada de diferentes técnicas, pois a identificação e discriminação de suas fases não pode ser feita empregando-se apenas uma modalidade de microscopia.

Ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), em imagens de elétrons retro-espalhados (BSE), a goethita, o quartzo e a resina epóxi podem ser discriminados da hematita e da magnetita. No entanto, como mostrado na Tabela 4, hematita e magnetita têm números atômicos médios muito semelhantes, o que, na prática, inviabiliza sua discriminação em imagens de BSE. Mesmo sistemas automatizados de MEV/EDS são impotentes neste caso, pois a composição química destes minerais também é muito similar (Neumann et al., 2004; Pirard & Lebichot, 2004).

Tabela 4 - Goethita, hematita e magnetita.

Mineral	Fórmula	Cor ao MO ¹	$\bar{Z}$ ²
Goethita	FeO.OH	cinza / marrom	19,23
Hematita	Fe ₂ O ₃	cinza claro	20,59
Magnetita	Fe ₃ O ₄	cinza rosado	21,02

¹Microscópio Óptico de Luz Refletida

²Número atômico médio

Por outro lado, ao microscópio óptico de luz refletida (MO), há contraste suficiente entre a hematita e a magnetita. De fato, a magnetita tem refletância menor do que a hematita (Criddle & Stanley, 1993), possibilitando inclusive a segmentação por limiarização em níveis de cinza. Todavia, a distinção entre a resina epóxi e o quartzo é muito difícil, pois estas fases têm refletância e cor bastante semelhantes.

Takahashi & Okumura (1996) propuseram um método para identificar e discriminar diferentes fases com composição química semelhante, através de imagens de mapeamento de raios X, obtidas por um espectrômetro de dispersão de comprimentos de onda (WDS), em uma microsonda eletrônica. Este método utiliza a razão entre as intensidades no espectro, em dois determinados comprimentos de onda referentes ao elemento oxigênio, para expressar as diferentes estruturas cristalinas das fases. Ele foi testado com sucesso na discriminação de óxidos de cobre e possivelmente pode ser usado para diferenciar hematita de magnetita em minérios de ferro. Contudo, na literatura, não foram encontrados relatos do emprego desta técnica para a discriminação de óxidos de ferro. Além disso, a microsonda eletrônica é um instrumento bem menos disponível do que MEVs e microscópios ópticos.

A Figura 47 mostra as imagens registradas de MO e de MEV de um mesmo campo da amostra de minério de ferro (-149+105 μm). No decorrer deste capítulo, esta amostra é usada como exemplo.

A exibição destas imagens (Figura 47) lado a lado permite a visualização do problema. Na imagem de MO (Figura 47-a), pode-se claramente identificar as fases magnetita, hematita e goethita, mas a distinção entre quartzo e resina é difícil. Já na imagem de MEV (Figura 47-b), o quartzo e a resina apresentam tonalidades, níveis de cinza, bem diferentes, porém não é possível distinguir magnetita de hematita.

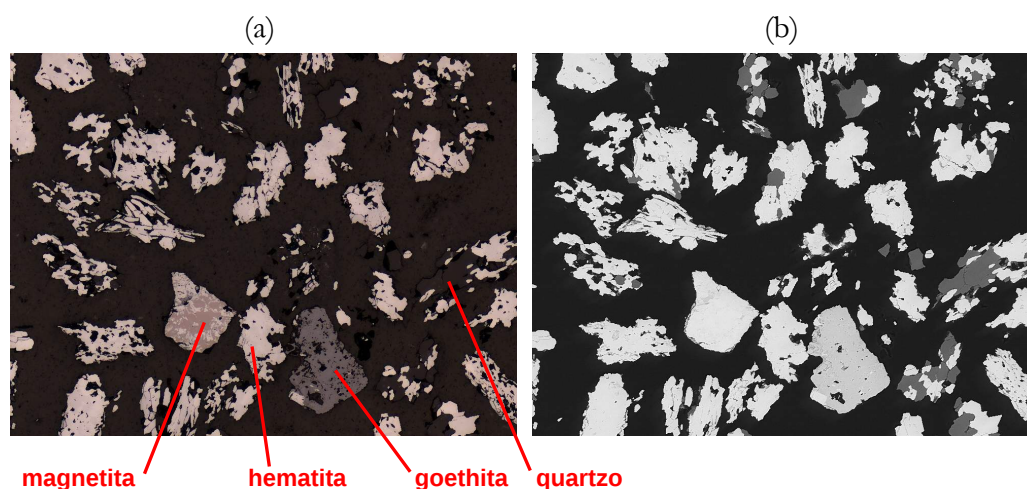


Figura 47 - Fases do minério de ferro em uma: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV (BSE).

No presente trabalho foram estudadas duas técnicas de microscopia co-localizada para a caracterização deste minério. Inicialmente, foi experimentada uma metodologia de microscopia co-localizada no microscópio óptico de luz refletida em que, através de uma preparação de amostras específica, pôde-se diferenciar o quartzo da resina epóxi. A segunda metodologia testada é uma aplicação da microscopia co-localizada MO-MEV descrita no capítulo anterior.

6.2.Procedimento Experimental

A Tabela 5 lista as amostras de minério de ferro. Foram utilizadas três faixas granulométricas do concentrado afundado em um meio denso (densidade 3,2) de um minério de ferro itabirítico comum.

Tabela 5 - Amostras do minério de ferro

Minério	Concentrado	Faixa granulométrica (µm)
Ferro itabirítico	Afundado d > 3,2	-297+210
		-149+105
		-74+53

6.2.1.Resina X Quartzo

Ao microscópio óptico de luz refletida, a distinção entre resina epóxi e quartzo é praticamente impossível nas amostras preparadas tradicionalmente. Assim, buscou-se imprimir uma textura à resina que a diferenciase do quartzo nas imagens ópticas. Isto foi feito através de um polimento exagerado em termos de tempo e pressão na politriz automática (sistema Struers Tegra) do Setor de Caracterização Tecnológica do CETEM/MCT.

A preparação de amostra que torna resina e quartzo diferenciáveis nas imagens do microscópio óptico de luz refletida é trabalhosa e de difícil reprodução. São necessárias pelo menos 6 horas de polimento com suspensão de diamante de 9 µm sob uma pressão de 15 N por amostra. Nas etapas seguintes do polimento, com as suspensões de diamante de 3 µm e 1 µm, deve-se retificar o relevo gerado na amostra sem contudo eliminar a textura. Entretanto, não foi possível estabelecer um tempo adequado de polimento reprodutível para estas etapas. Assim, as amostras precisam ser retiradas da politriz e verificadas diversas vezes ao microscópio.

Após o polimento, as amostras devem ainda ser recobertas com carbono evaporado. Este procedimento, comumente feito para tornar condutora a superfície de uma amostra, a fim de adequá-la para observação ao MEV, aqui tem outra função. O recobrimento com carbono evaporado amplifica o contraste nas imagens ópticas já conseguido através da impressão da textura nas amostras.

Esta metodologia foi testada com as três amostras (-297+210 μm , -149+105 μm , -74+53 μm) e alguns resultados são mostrados e brevemente comentados na seção 6.3.1. Contudo, devido às dificuldades relativas à preparação de amostra, ela foi abandonada no decorrer do trabalho. A técnica efetivamente usada na caracterização do minério de ferro foi a microscopia co-localizada MO-MEV.

6.2.2. Microscopia Co-Localizada MO-MEV

A metodologia de microscopia co-localizada MO-MEV com segmentação por classificação supervisionada de pixels, referida neste capítulo como MO-MEV-Class, foi aplicada ao estudo de caso minério de ferro. As três amostras (-297+210 μm , -149+105 μm , -74+53 μm) foram respectivamente analisadas nas ampliações correspondentes às lentes objetivas de 5x, 10x e 20x do microscópio óptico.

As imagens registradas de MO e de MEV foram também analisadas separadamente para a comparação dos resultados obtidos com cada método. As imagens ópticas foram segmentadas através de um procedimento de classificação supervisionada de pixels (MO-Class) utilizando o mesmo conjunto de treinamento e o mesmo classificador de Bayes empregado no experimento de microscopia co-localizada MO-MEV. As imagens de MEV foram segmentadas por uma rotina tradicional de limiarização (MEV-Limiar). Então, nas imagens segmentadas pelos três métodos, foram medidas as frações das fases e os resultados foram comparados.

6.3. Resultados e Discussão

6.3.1. Resina X Quartzo

A textura na resina epóxi gerada durante o polimento, aliada ao recobrimento com carbono, faz com que resina e quartzo sejam facilmente segmentados por uma simples limiarização. A Figura 48 exibe duas imagens de MO de um campo da amostra -149+105 μm , a primeira sem recobrimento (Figura 48-a) e a segunda recoberta com carbono evaporado (Figura 48-c). Ao lado das imagens, são

mostrados seus respectivos histogramas (Figura 48-b e Figura 48-d), onde são indicadas as fases relativas a cada pico.

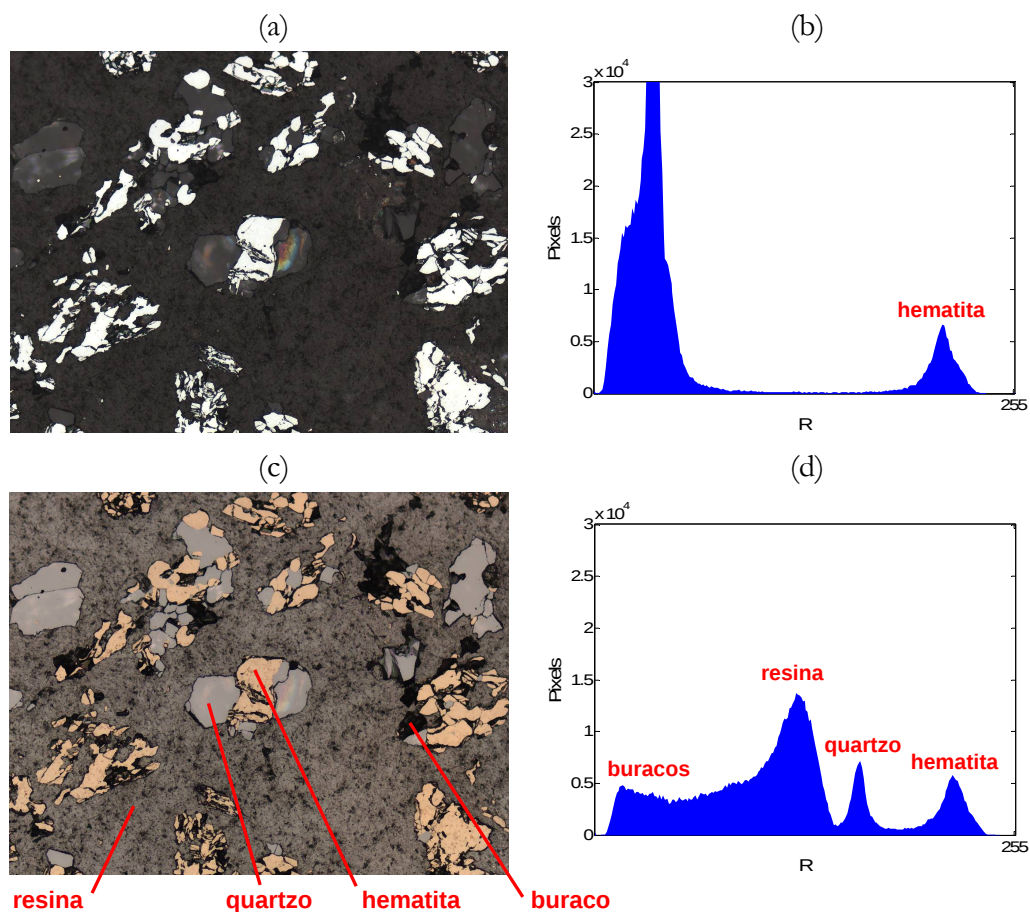


Figura 48 - Resina X Quartz: (a) imagem de MO de um campo da amostra -149+105 μm ; (b) histograma da imagem exposta em (a); (c) imagem do mesmo campo recoberto com carbono evaporado; (d) histograma da imagem mostrada em (c).

Esta técnica mostrou-se inviável, pois, além da obtenção da textura ser de difícil controle, ocorrem muitos arrancamentos de partícula. Todavia, ela é apresentada aqui apenas como uma curiosidade.

6.3.2. Microscopia Co-Localizada MO-MEV

Nesta seção, é discutido o emprego da microscopia co-localizada MO-MEV para a caracterização do minério de ferro. Os resultados mostrados são referentes à amostra -149+105 μm e são similares aos obtidos para as demais amostras. As considerações apresentadas são válidas para todas as amostras estudadas.

A Figura 49 apresenta as frações das fases resina (Figura 49-a) e quartzo (Figura 49-b) em cada um dos 81 campos da amostra -149+105 μm obtidos através dos métodos de microscopia co-localizada MO-MEV (MO-MEV-Class) e

limiarização das imagens de MEV (MEV-Limiar). Para facilitar a visualização dos gráficos desta e das demais figuras deste tipo, os campos foram ordenados de acordo com o valor da fração de fase calculado pelo método MEV-Limiar. Como pode ser visto, com o emprego do método MO-MEV-Class, houve apenas uma pequena subsegmentação tanto da classe resina quanto classe quartzo.

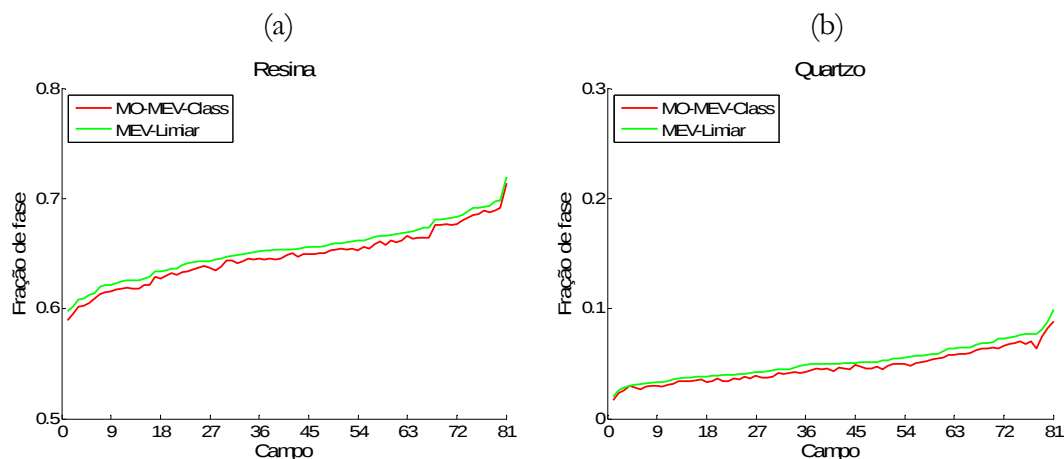


Figura 49 - Fração de fase de: (a) resina epóxi; (b) quartzo.

Contudo, ao observar o gráfico da Figura 50, fica evidente que o MO-MEV-Class falha por sobre-segmentar a goethita. Isto ocorre devido a arrancamentos de partículas e relevo que fazem com que o sistema de classificação atribua erradamente a classe goethita a pixels de outras classes, principalmente hematita. No MEV, como a profundidade de campo é maior, a sensibilidade a estes problemas de preparação de amostra é menor.

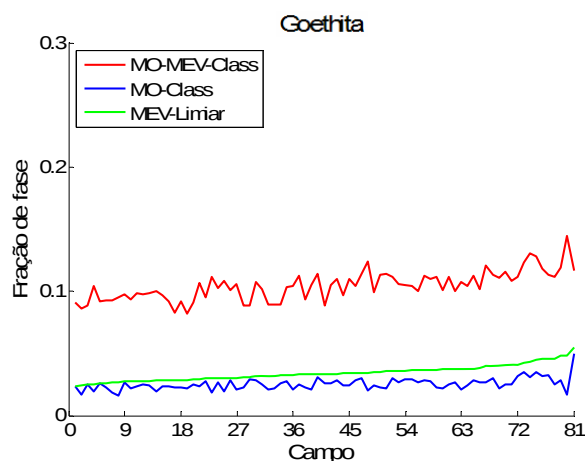


Figura 50 - Fração de goethita.

A Figura 51 mostra um par de imagens registradas de MO e de MEV, seguidas das imagens resultantes de sua análise pelos três métodos estudados. Note que, onde há relevo, principalmente nas partículas de hematita, o método MO-MEV-Class

encontra a falsa goethita. Cabe ressaltar que, como não é possível a distinção de resina e quartzo nas imagens de MO, o método MO-Class agrupa estas duas fases na classe resina (preto). De modo similar, o MEV-Limiar une as fases magnetita e hematita na classe hematita (branco). O método MO-MEV-Class usa toda a tabela de cores (Figura 51-f).

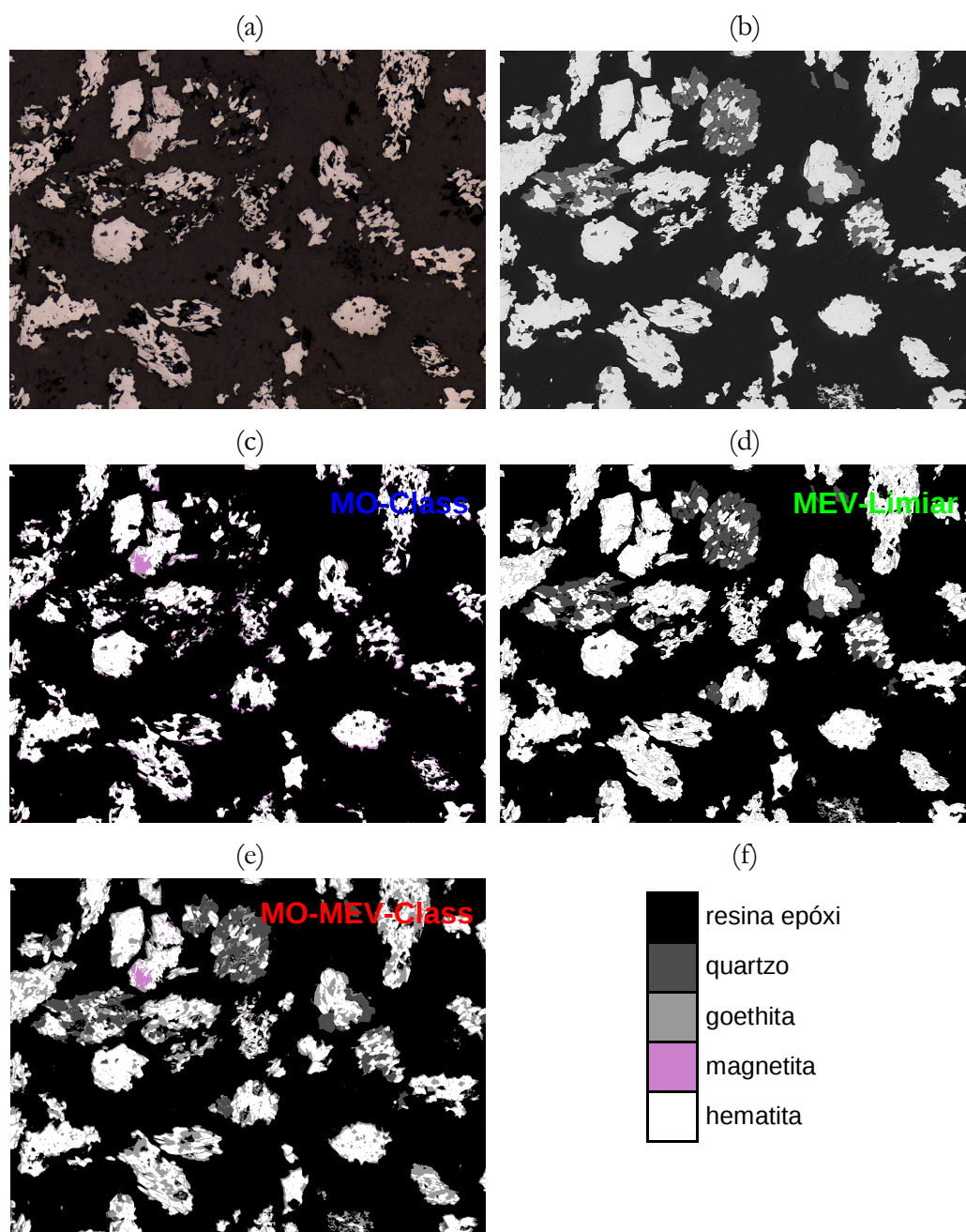


Figura 51 - Segmentação errônea de goethita no MO-MEV-Class: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do MO-Class; (d) imagem resultado do MEV-Limiar; (e) imagem resultado do MO-MEV-Class; (f) tabela de cores.

O método MO-Class é ainda mais sensível aos problemas de preparação de amostra. Ele erra ao sobre-segmentar a magnetita em regiões de hematita com um

leve relevo e perde ainda mais hematita devido aos arrancamentos, como pode ser visto na Figura 52.

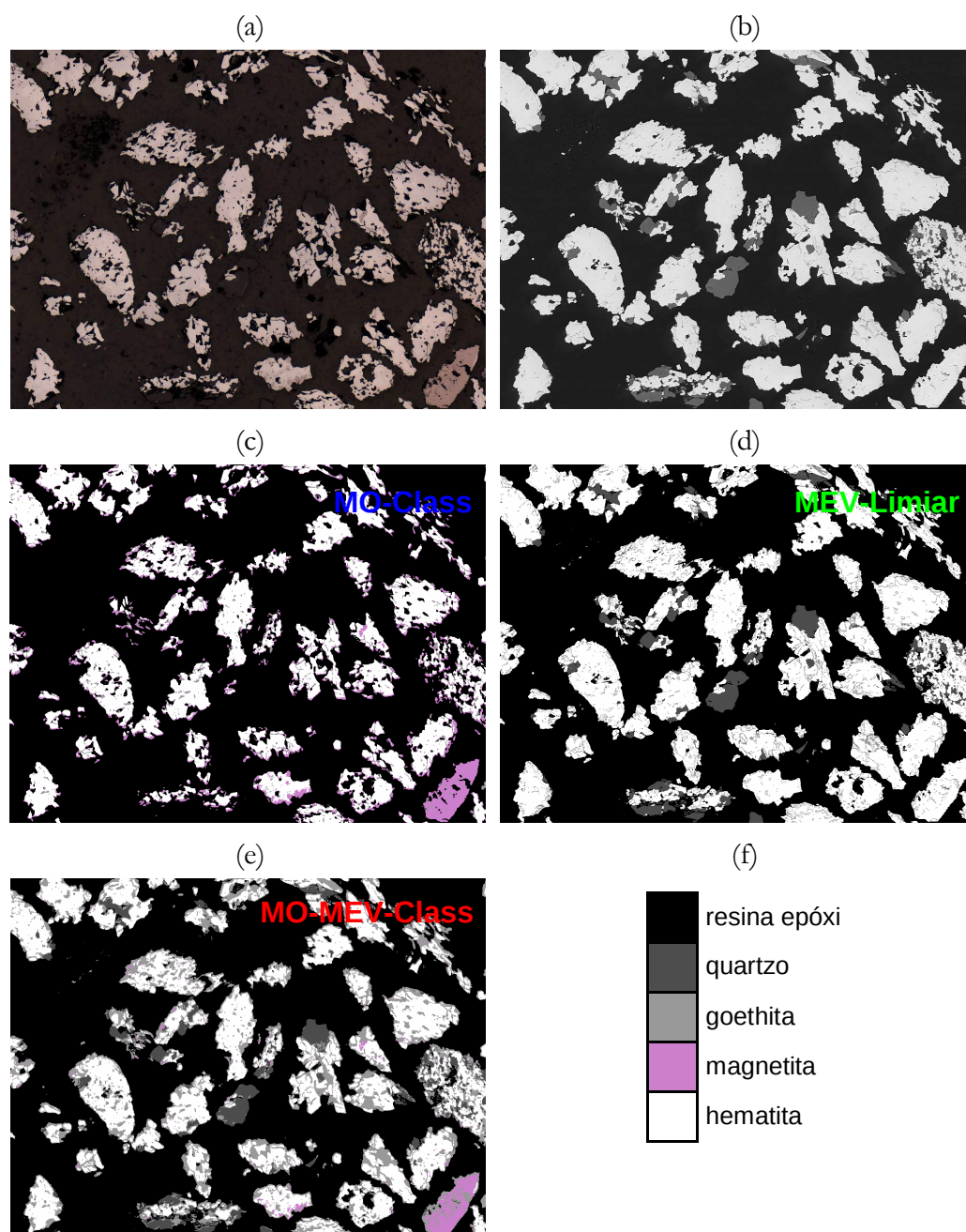


Figura 52 - Segmentação errônea de magnetita e hematita no MO-Class: (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do MO-Class; (d) imagem resultado do MEV-Limiar; (e) imagem resultado do MO-MEV-Class; (f) tabela de cores.

A magnetita, entretanto, é bem segmentada através do MO-MEV-Class. Desta forma, propõe-se um método híbrido que combina as qualidades do tradicional MEV-Limiar com a segmentação da magnetita pelo MO-MEV-Class. O MEV-Limiar é usado para segmentar a resina, o quartzo, a goethita e uma fase mista (magnetita+hematita), que então é desdobrada em magnetita e hematita, a partir do

resultado obtido para a classe magnetita no MO-MEV-Class. A Figura 53 mostra as imagens registradas de MO e de MEV exibidas na Figura 47, seguidas de sua segmentação pelo método híbrido (MEV-Limiar + MO-MEV-Class).

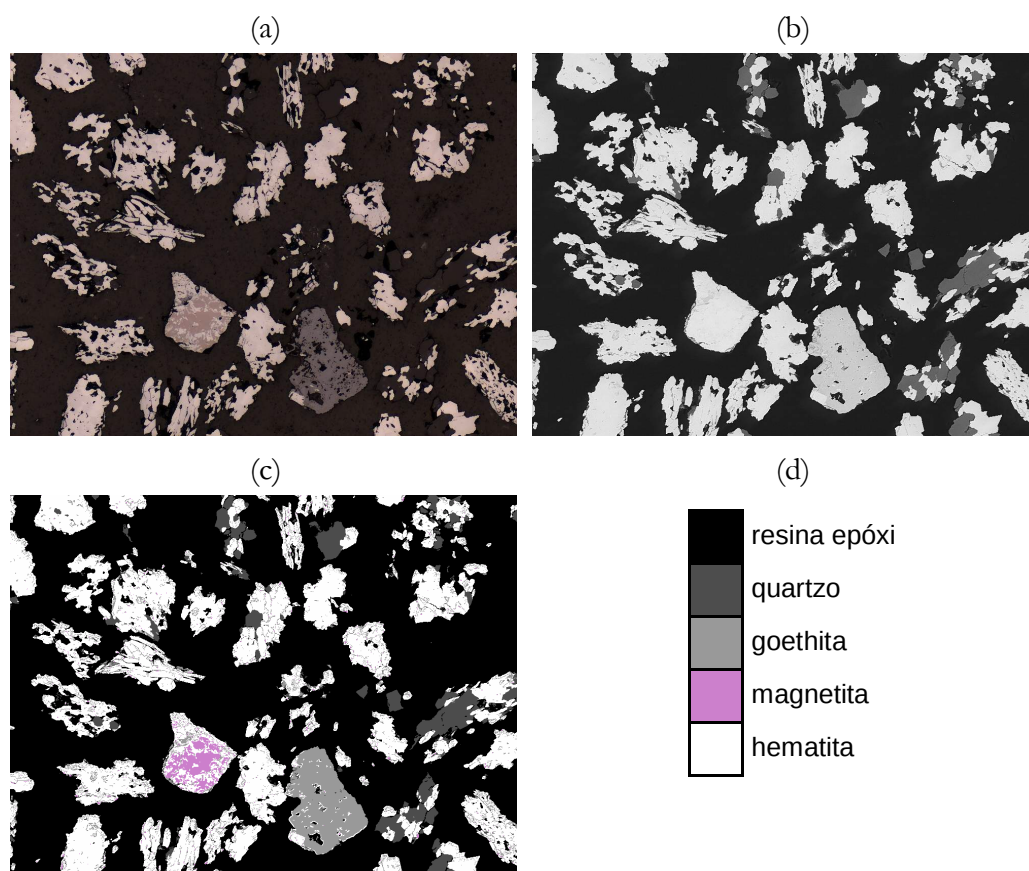


Figura 53 - Método híbrido (MEV-Limiar + MO-MEV-Class): (a) imagem de MO; (b) imagem de MEV; (c) imagem resultado do método híbrido (MEV-Limiar + MO-MEV-Class); (d) tabela de cores.

Ao invés de auxiliar na discriminação das fases do minério de ferro, a informação proveniente da microscopia óptica degradou a classificação, transmitindo as limitações da técnica ao sistema. Por sua vez, a utilização do método híbrido suplanta esta dificuldade, ao impor a heurística da prevalência da informação oriunda do MEV. Assim, a microscopia óptica é utilizada no sistema apenas para discriminar magnetita de hematita, a partir do resultado obtido pela classificação da imagem MO-MEV.