

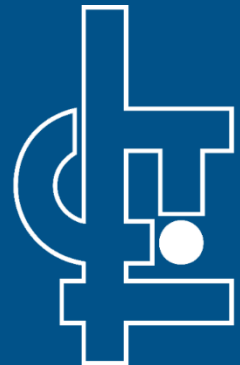


ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MINAS E DE PETRÓLEO
LABORATÓRIO DE CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA DE MATÉRIAS PRIMAS MINERAIS

*Mineralogia quantitativa por análise de imagens
conjugada a microscopia eletrônica de varredura*

Prof. Dr. Henrique Kahn
Profa. Dra. Carina Ulsen



lct@lct.poli.usp.br
www.lct.poli.usp.br

DIREITOS AUTORAIS

O material aqui apresentado foi preparado pelos professores Henrique Kahn e Carina Ulsen com apoio da equipe técnica do Laboratório de Caracterização Tecnológica.

Por favor respeite o trabalho dos autores.

Em caso de reprodução e/ou extração de conteúdo, cite os autores.

É expressamente proibida a reprodução de qualquer conteúdo deste documento sem a devida citação, fato sujeito às sanções legais cabíveis (Lei nº 9.610, de 19 de fevereiro de 1998, que regula os direitos autorais).

MEV e EDS/WDS

- ❑ *Elevada profundidade de campo*
- ❑ *Aumentos 20 a > 300.000 vezes*
- ❑ *Condições ambientais:*
 - *Alto vácuo*
 - *Pressão variável (VPSEM - ESEM)*
- ❑ *Interação elétrons - amostra*
- ❑ *Análises químicas pontuais (EDS / WDS)*
- ❑ *Automação:*
 - *Mineração (QEM-SCAM; MLA)*
 - *Indústria microeletrônica*
 - *Aviação (JET-SCAM)*

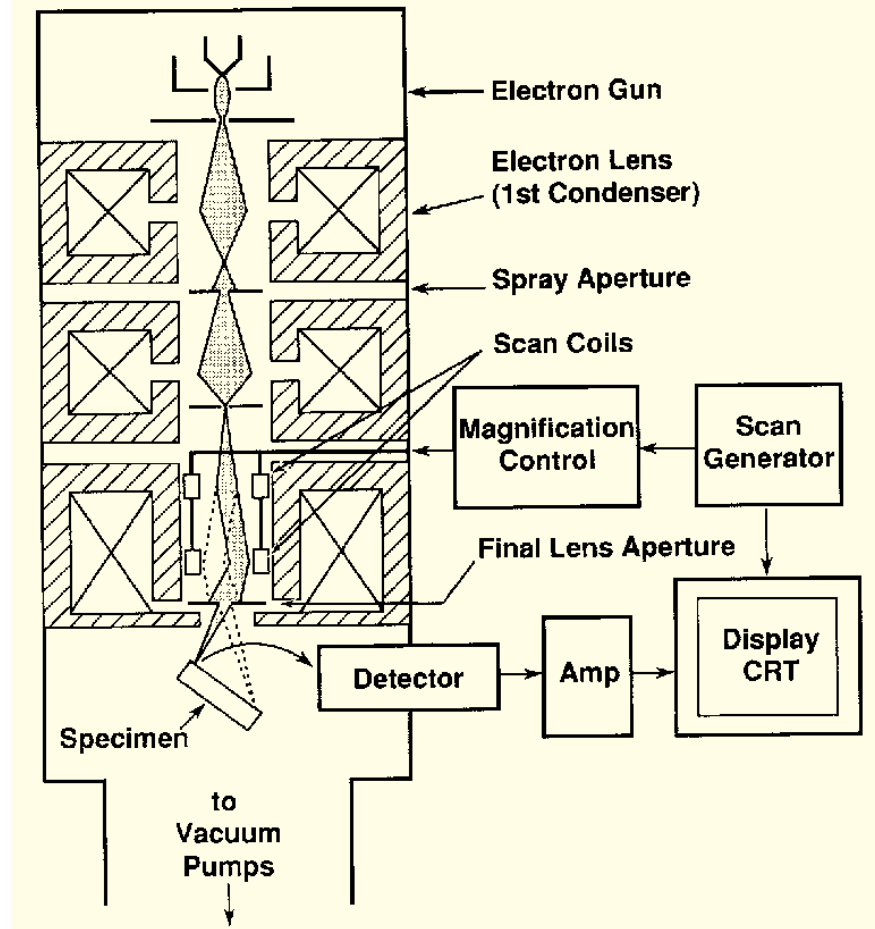


MEV



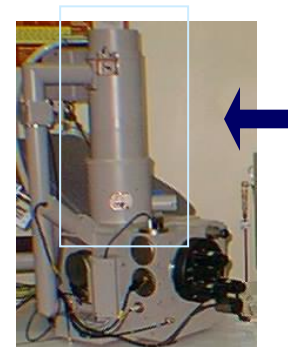
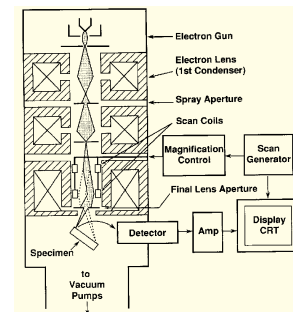
MEV

- A coluna do MEV gera um fino feixe de elétrons
- Um sistema de deflexão controla o aumento da imagem
- Interação entre os elétrons e a amostra
- Detetores de elétrons coletam o sinal
- A imagem é visualizada em um monitor simultaneamente a varredura do feixe de elétrons



MEV - COLUNA

- A coluna, mantida sob vácuo inferior a 10^{-4} Torr, contém em sua porção superior um canhão de elétrons e, abaixo deste, lentes magnéticas para a focalização de um fino feixe de elétrons sobre a amostra. A quantidade de corrente no feixe de elétrons incidente sobre a amostra determina a intensidade dos sinais a serem emitidos, a qual, por sua vez, é diretamente proporcional ao diâmetro do feixe, implicando no ajuste dos controles do microscópio para a otimização da condição de operação desejada.
- Fontes:
 - filamento de W
 - filamento de LaB_6
 - Field Emission - FEG



Geração do feixe de elétrons



Coluna e lentes eletromagnéticas





Mecanismo de varredura

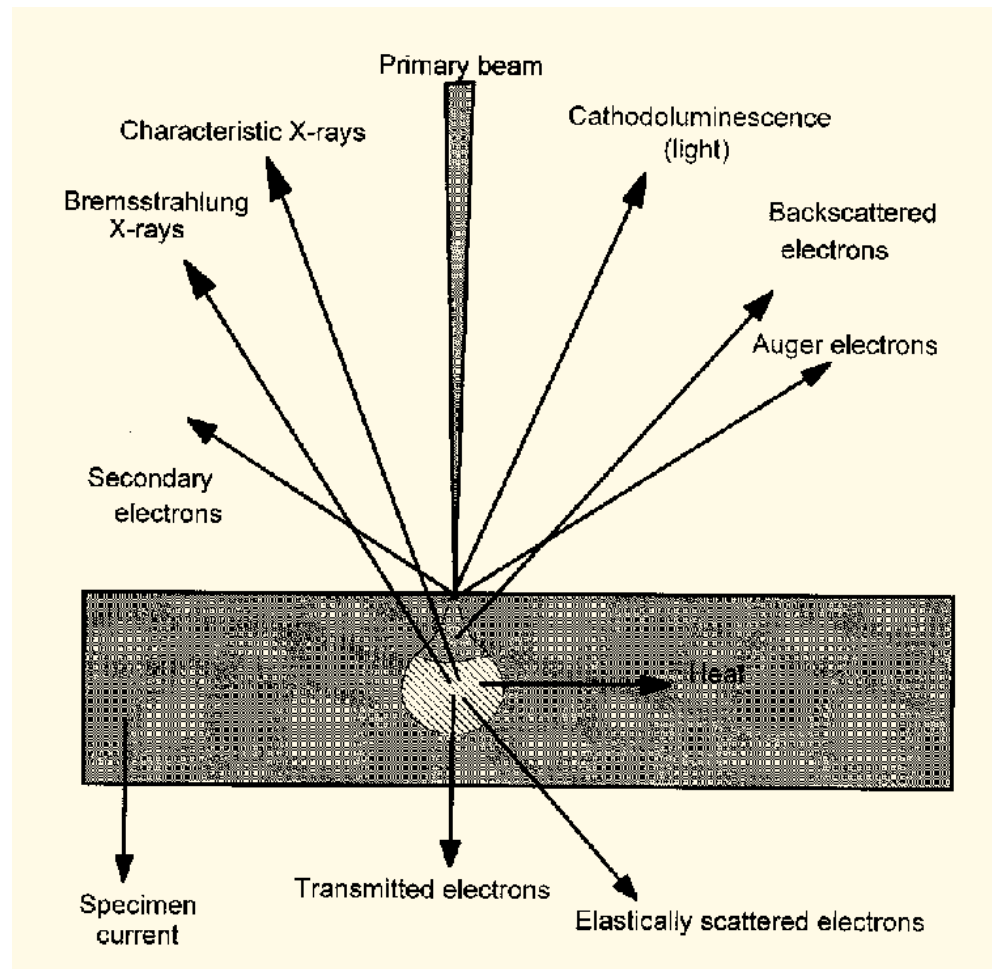
Mecanismo de varredura



MEV - CÂMARA DE AMOSTRA

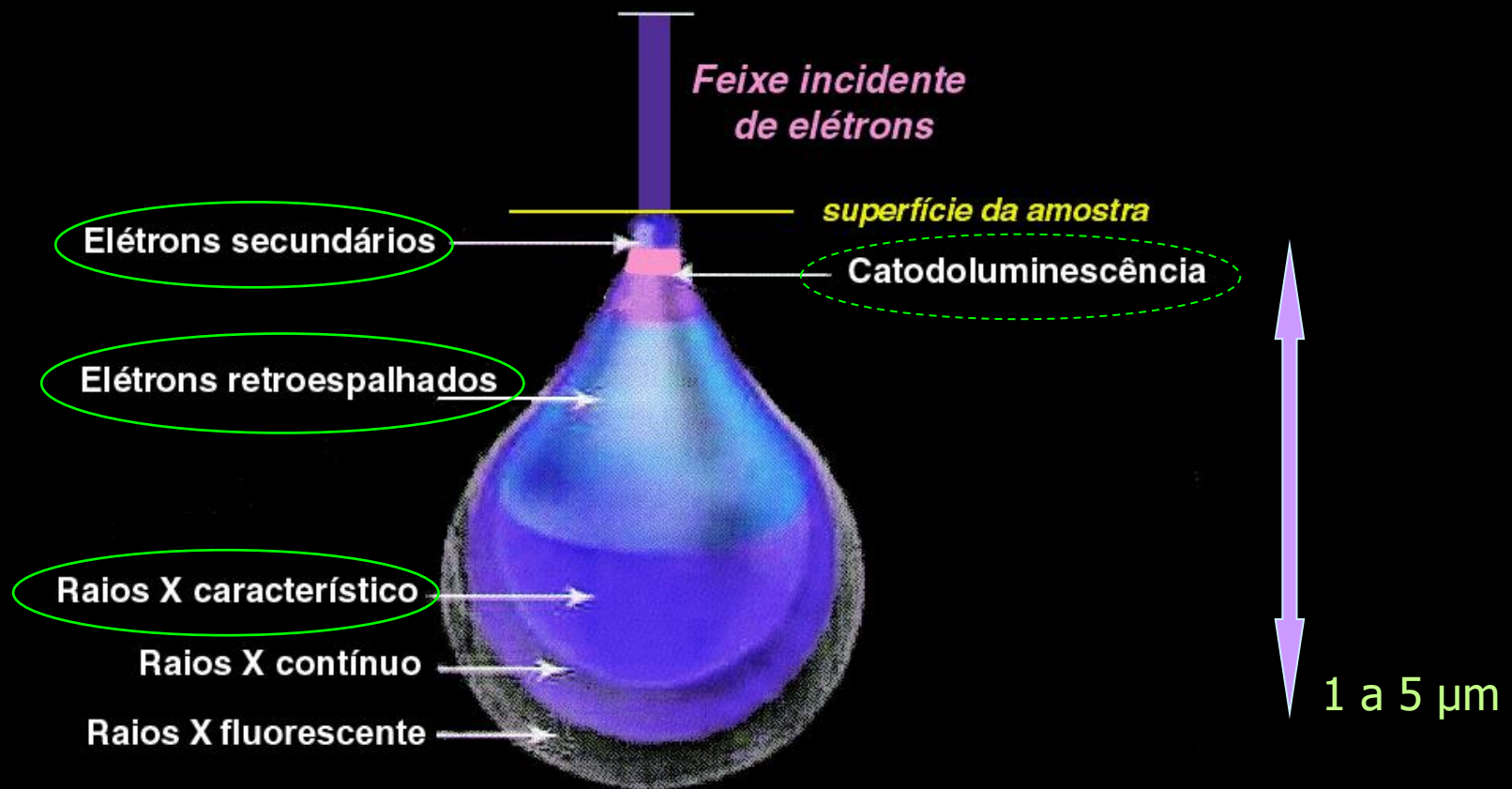
- A câmara de amostras conta com diferentes tipos de detetores para captar os sinais gerados na interação elétrons-amostra e um suporte, motorizado ou não, possibilitando a movimentação das amostras em três eixos (x, y e z), além de rotação e inclinação lateral
- Concepções construtivas no que se refere às condições de vácuo:
 - alto vácuo, equivalente ao existente na coluna ($> 10^{-5}$ Torr)
 - baixo vácuo (10^{-2} Torr), restrições a SE
 - ambiental (10^{-1} Torr), restrições a SE

INTERAÇÃO ELÉTRONS AMOSTRA

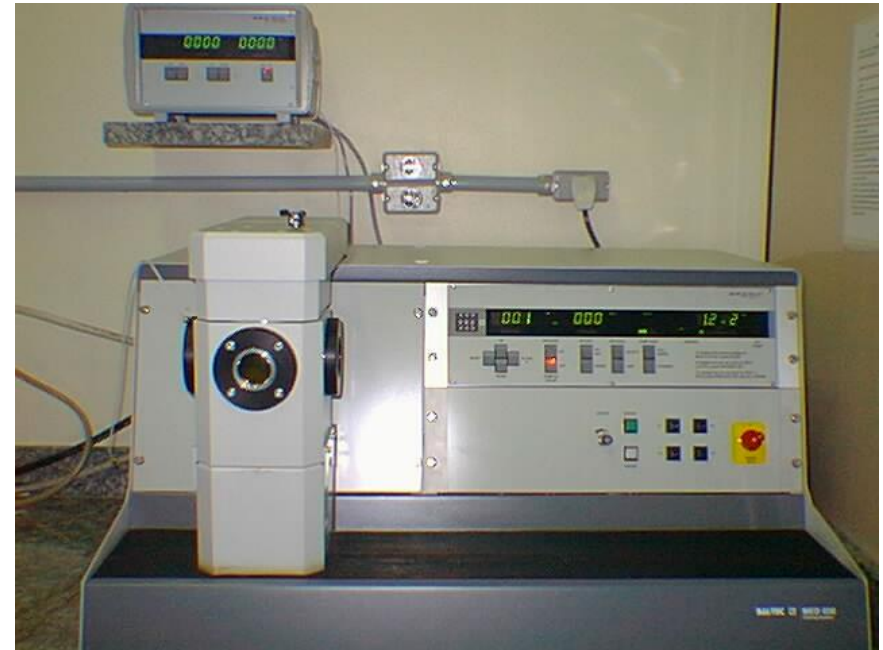
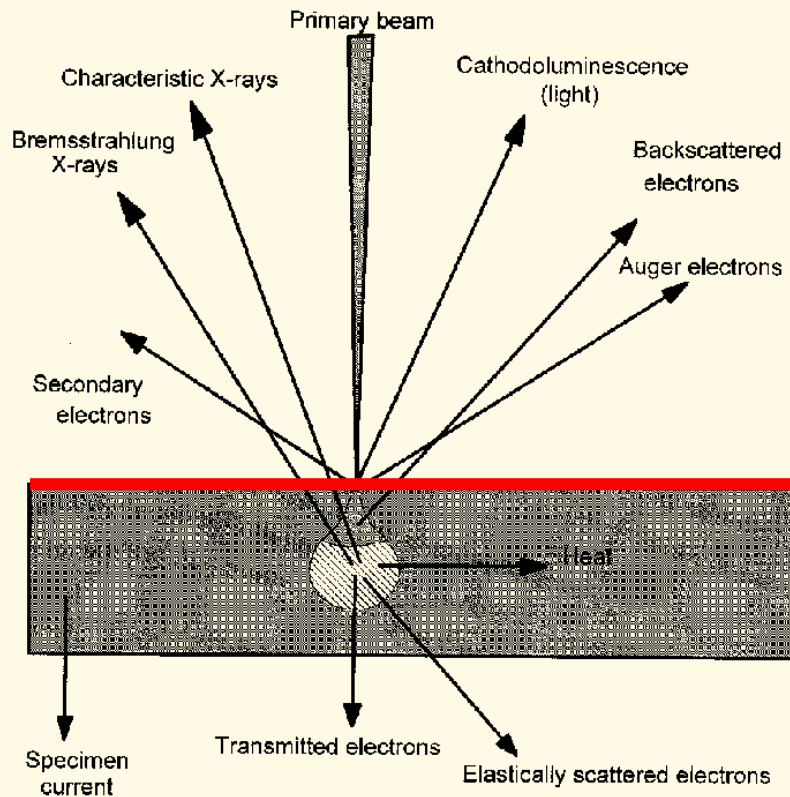


- Fornecem informações sobre a composição, topografia, cristalografia, potencial elétrico e campos magnéticos locais.

Profundidade das informações geradas



PREPARAÇÃO DA AMOSTRA



- Evaporador;
- Ion sputtering.

□ *Película de material condutor: C, Au, Cu, etc.*

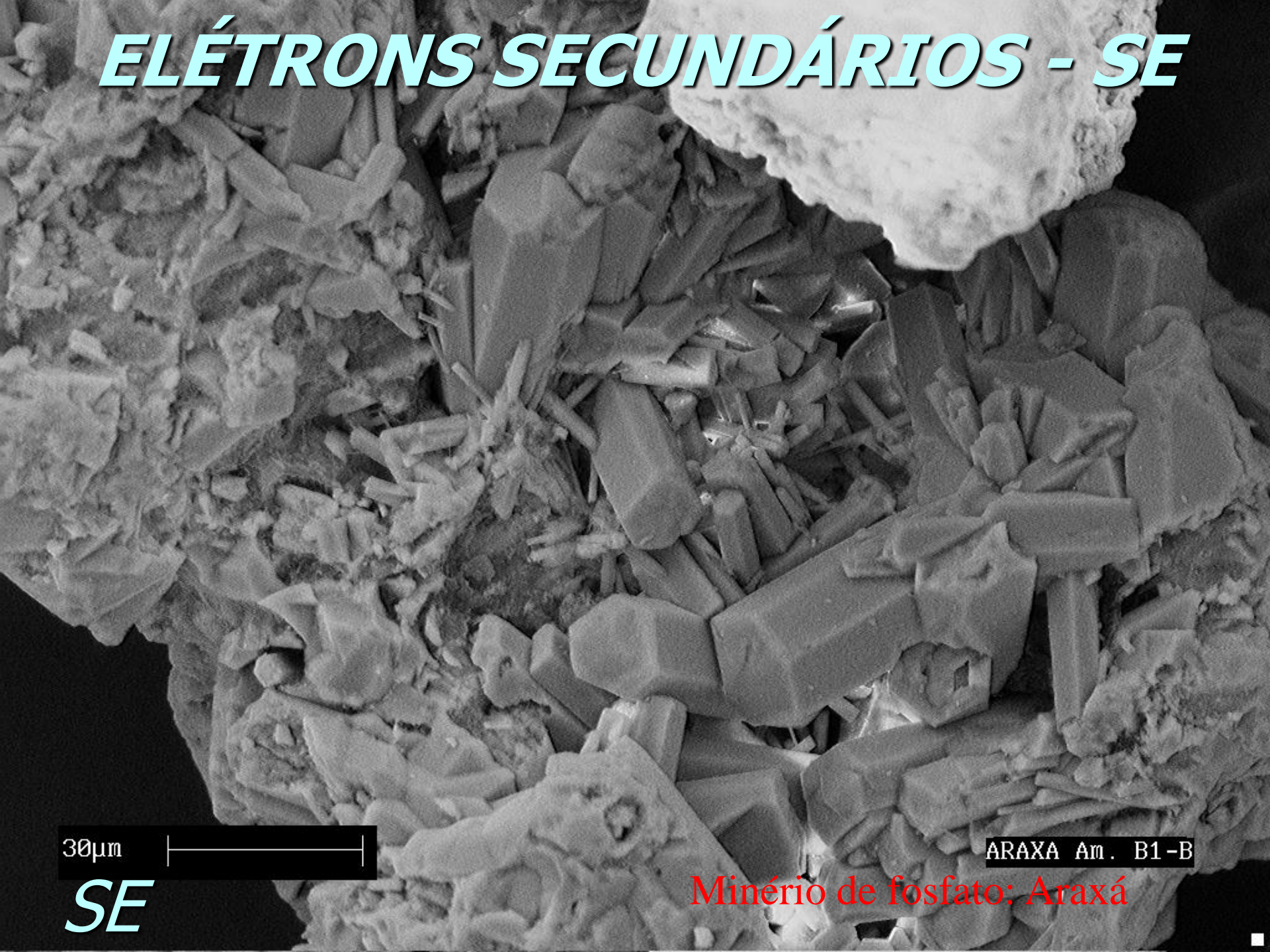
ELÉTRONS SECUNDÁRIOS

- Englobam todos os elétrons de energia inferior a 50 eV
- Compreendem os elétrons da camada de valência perdidos que emergem através da superfície da amostra
- Possibilitam a visualização da topografia da amostra, com elevada profundidade de foco

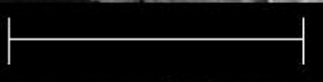
DETECTOR DE ELÉTRONS SECUNDÁRIOS



ELÉTRONS SECUNDÁRIOS - SE



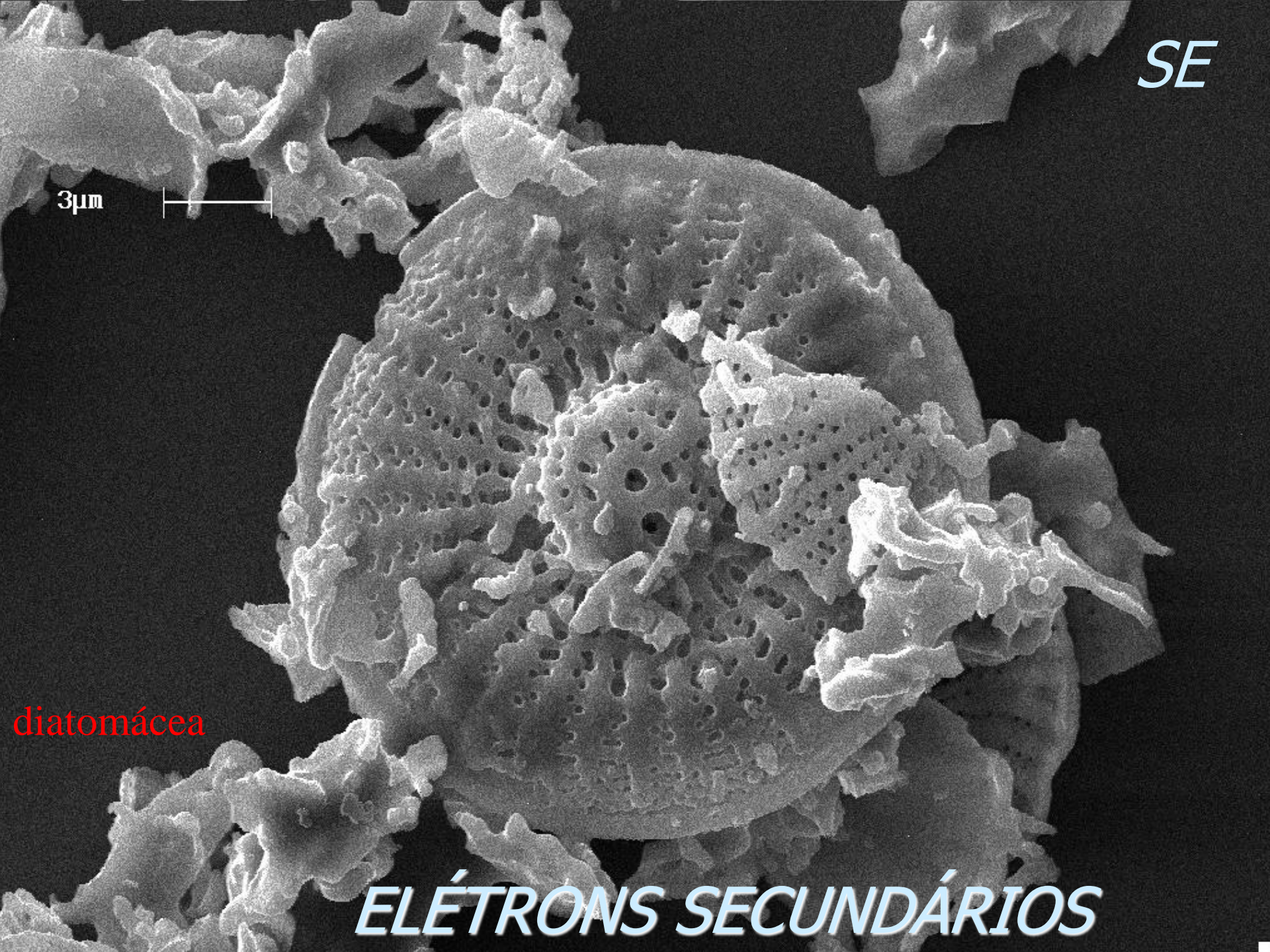
30µm



SE

ARAXA Am. B1-B

Minério de fosfato: Araxá



SE

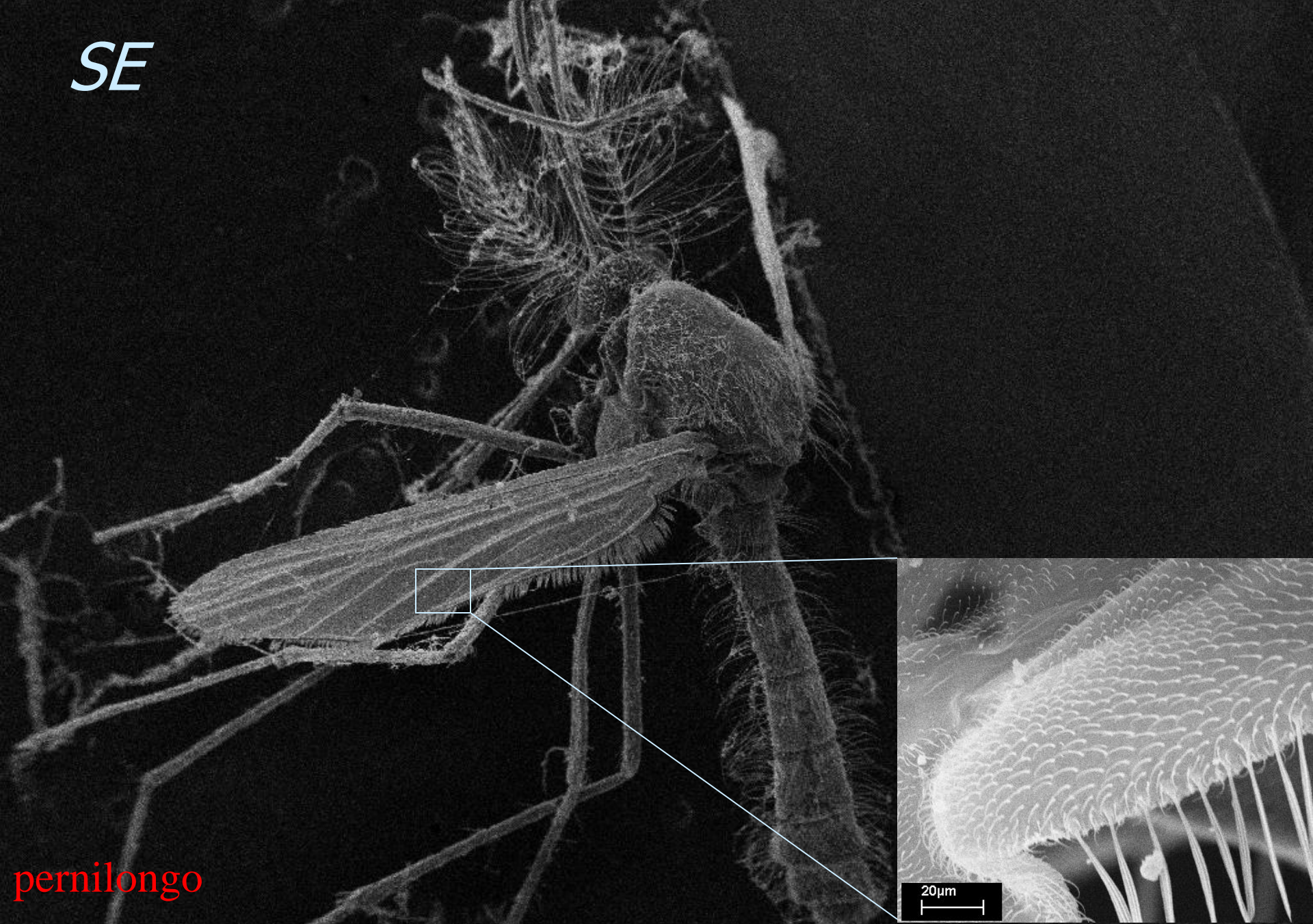
3µm



diatomácea

ELÉTRONS SECUNDÁRIOS

SE



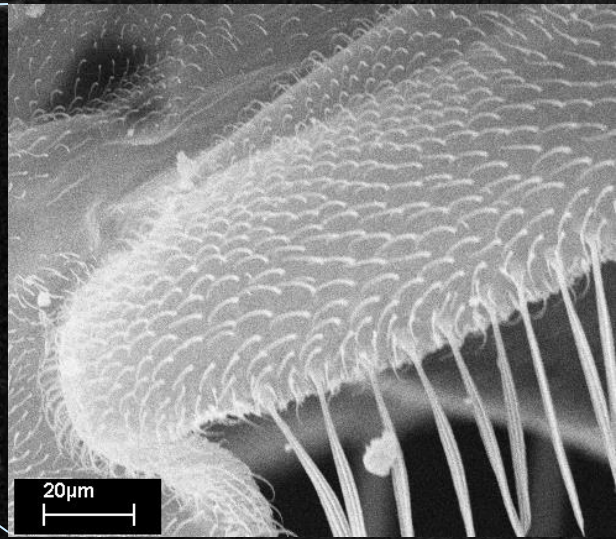
pernilongo

1mm

WD = 28 mm EHT = 20.00 kV Detector = SE1

Mag = 19 X

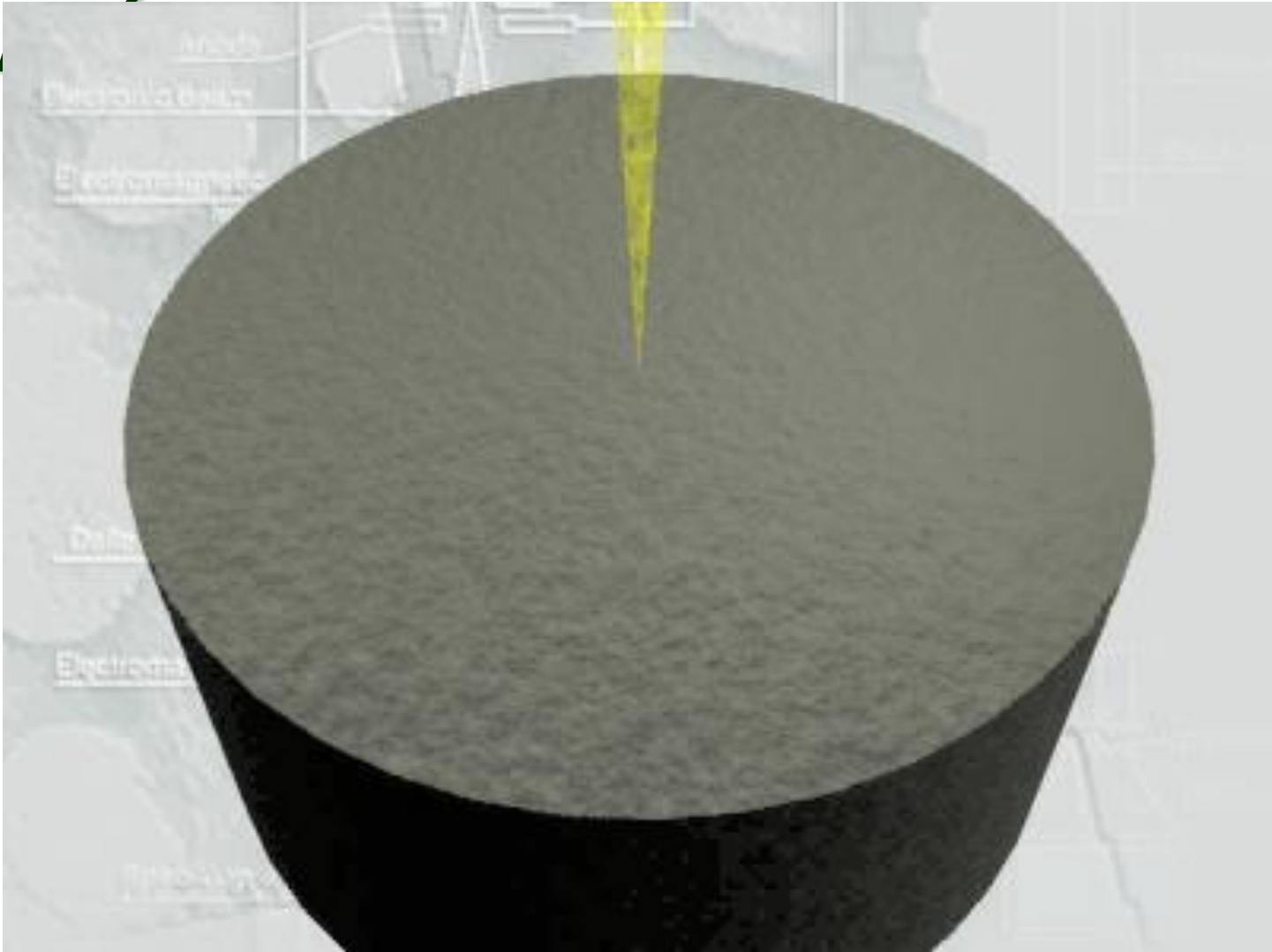
LCT - Stereoscan 440



20µm

ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS

- Compreende espalhamento elástico de elétrons cuja trajetória foi desviada em mais de 90° em relação à direção do feixe incidente. Mostram estreita relação de dependência com o número atômico e a energia dos elétrons (50 eV até valores correspondentes a energia do feixe incidente)
- Permitem a individualização de fases através de contraste de tons de cinza em função do número atômico médio (Z) - diferenças $Z > 0,2$



ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS

100µm

Amostra: VEIO

S + Fe + As

← silicato

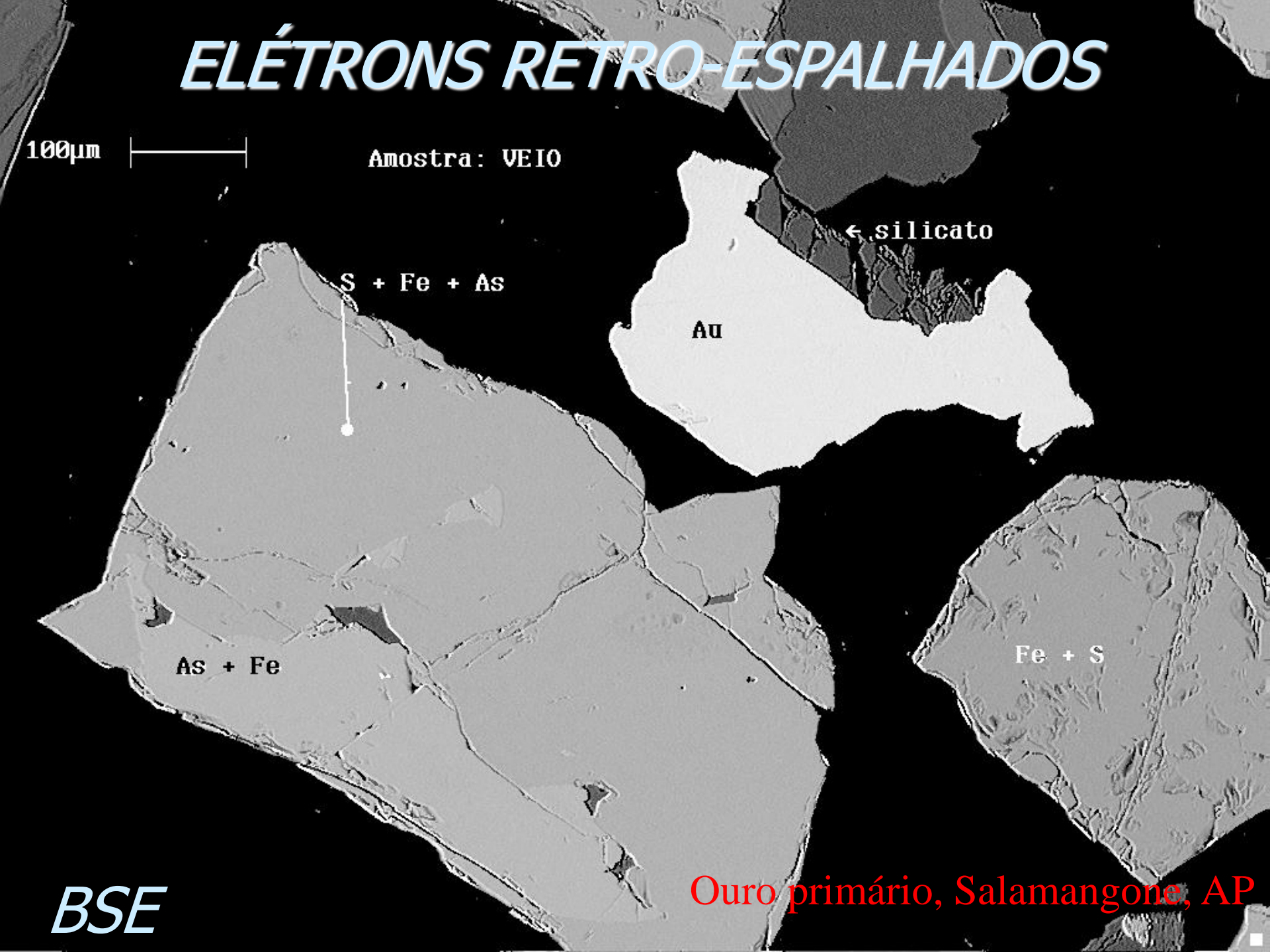
Au

As + Fe

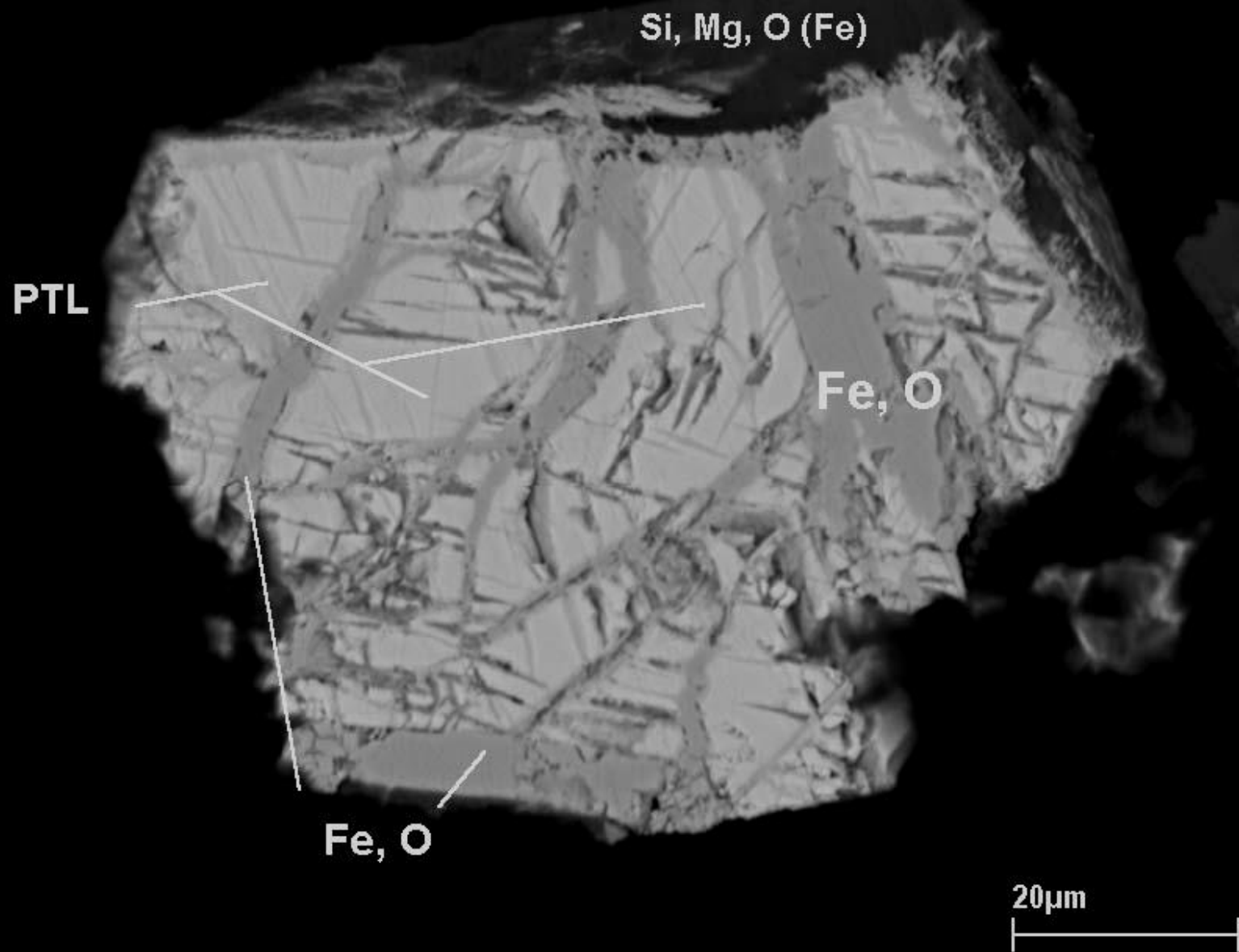
Fe + S

BSE

Ouro primário, Salamangone, AP



ELÉTRONS RETROESPALHADOS - BSE



Detector = QBSD

WD = 25 mm

EHT = 20.00 kV

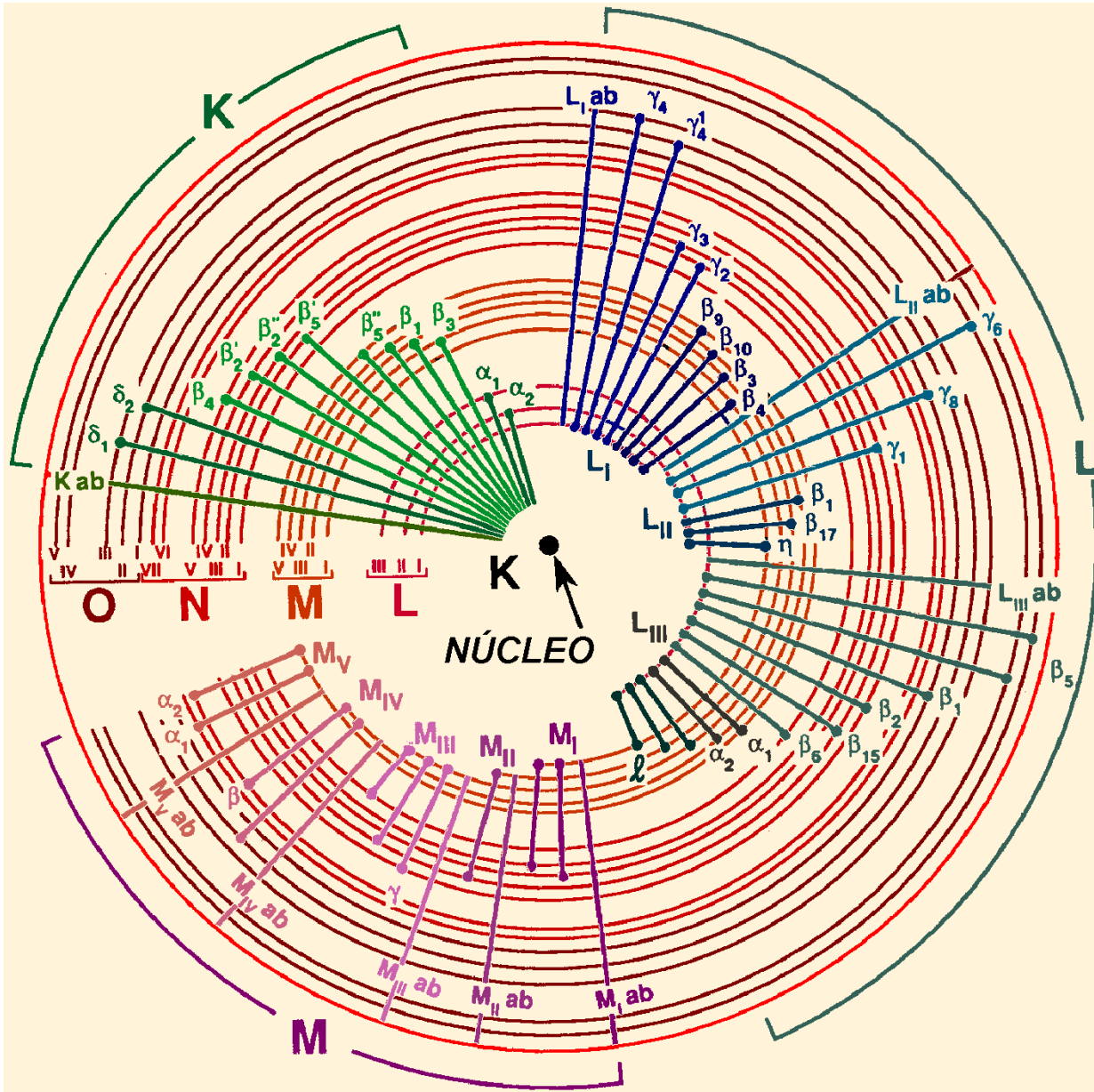
Mag = 1.07 K X

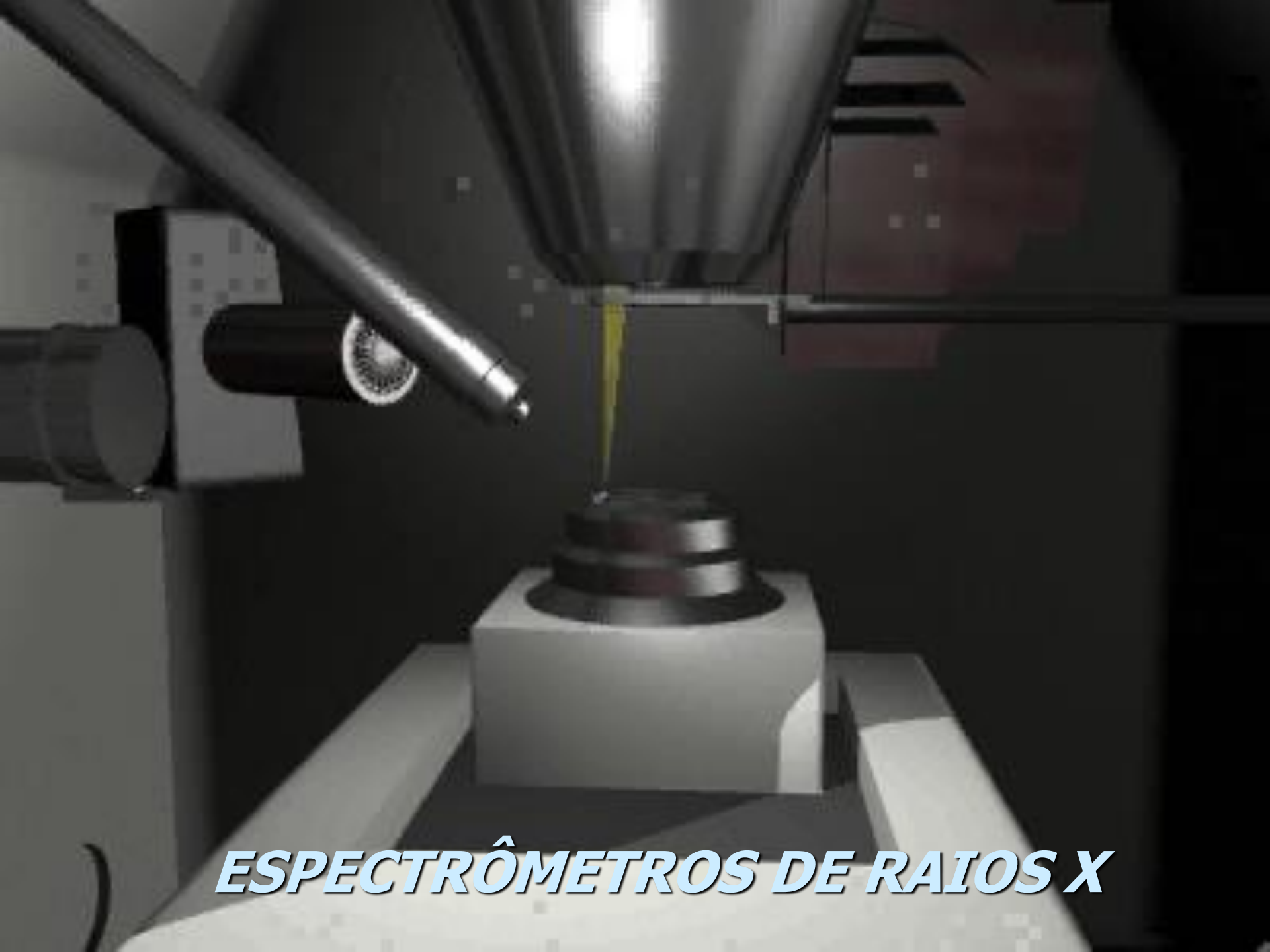
LCT - LEO 440

ANÁLISE ELEMENTAR

- O espectro de raios X resultante da interação elétrons / amostra é constituído por dois componentes distintos:
 - Raios X ***característico***, que permite identificar e quantificar os elementos presentes
 - Raios X ***contínuo***, responsável pelo “background” em todos os níveis de energia

LINHAS DE EMISSÃO ATÔMICA





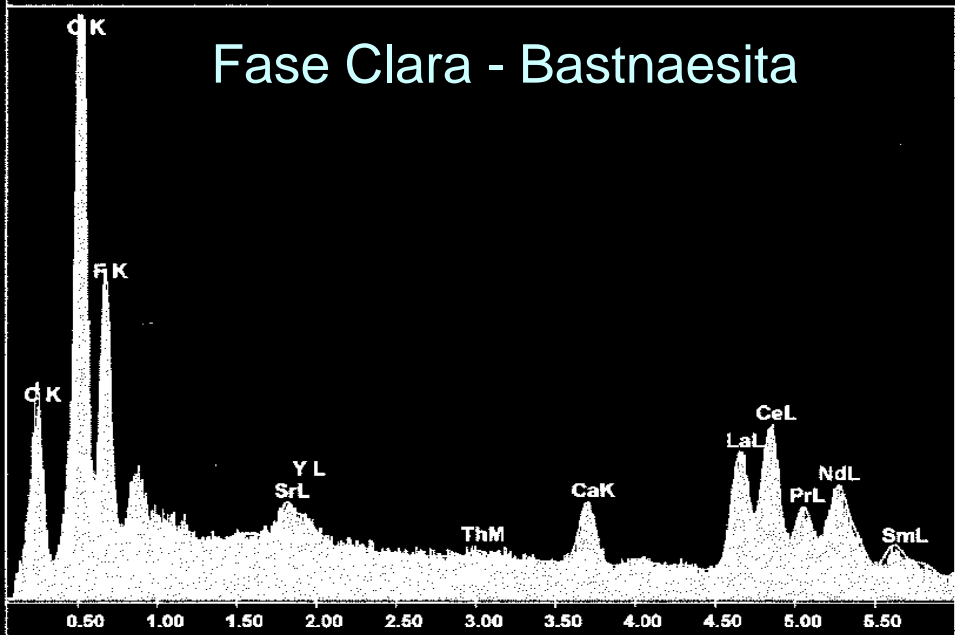
ESPECTRÔMETROS DE RAIOS X

ETR, Barra de Itapirapuã

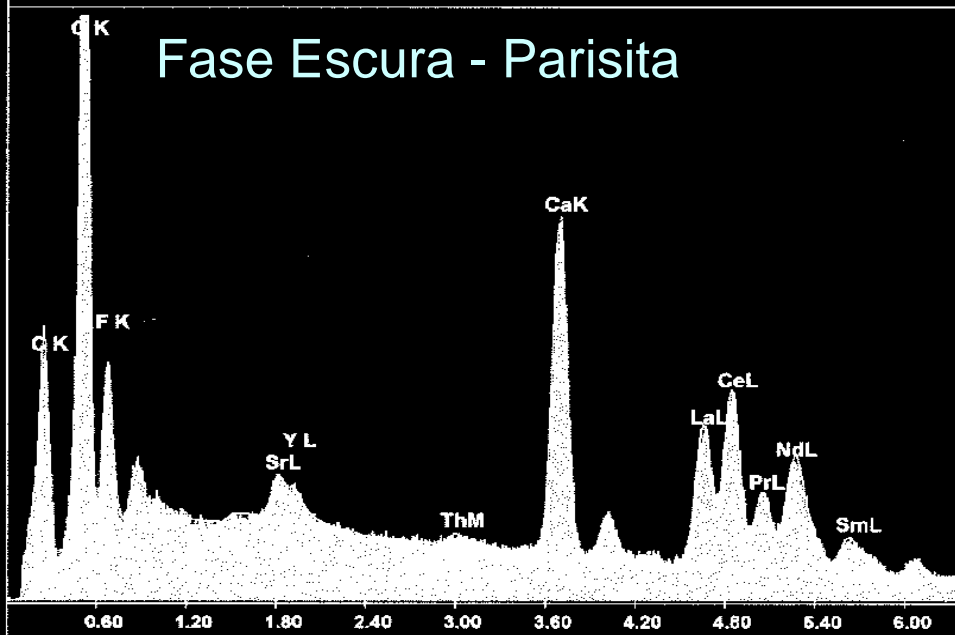


	Bastnaesita	Parisita
Ce	- 31,1	26,5
La	- 23,3	19,9
Nd	- 3,35	3,80
outros ETR	- 1,67	1,90
Sr	- 1,95	1,22
Y	- 0,21	0,71
Th	- 1,36	0,72
Ca	- 0,91	8,11
C	- 5,59	6,42
O	- 22,3	25,7
F	- 8,50	7,39
Ln₂O₃	- 69,9	61,8
CaO	- 1,27	11,4

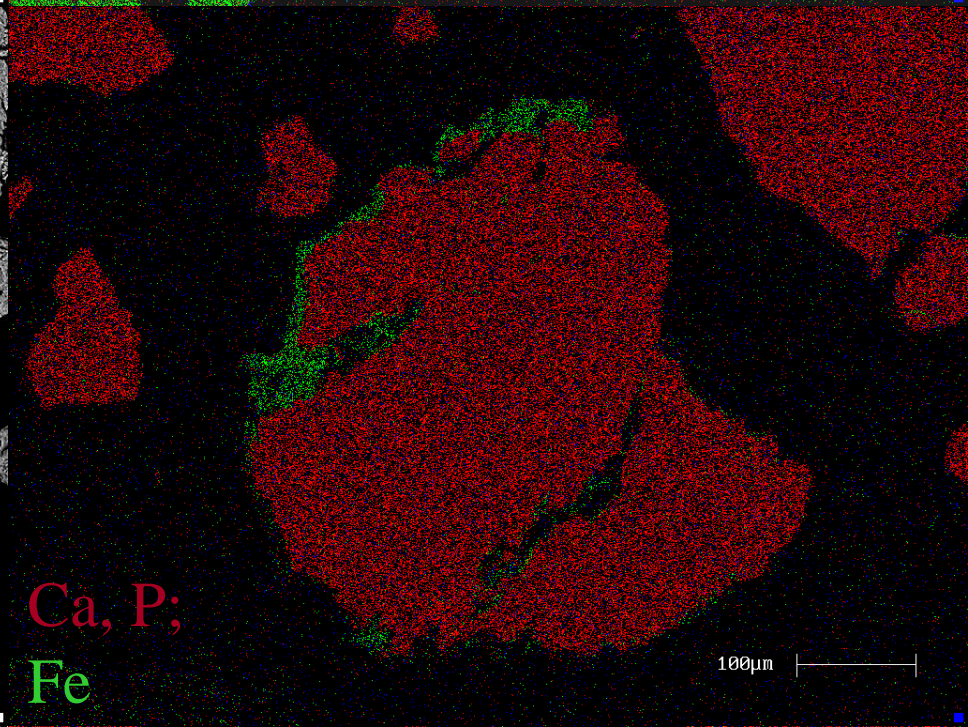
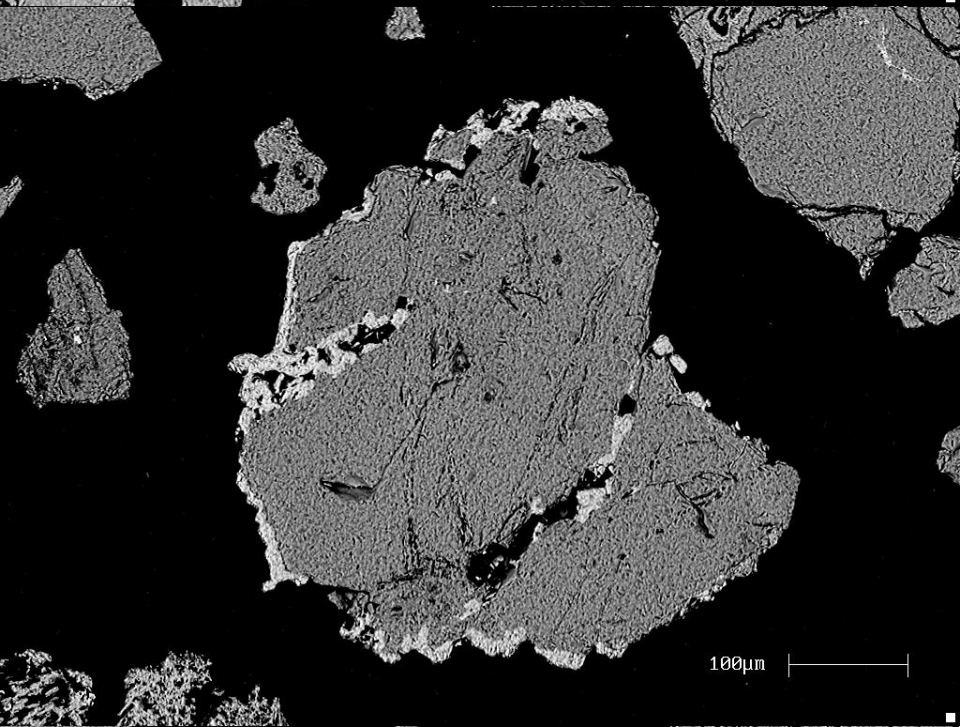
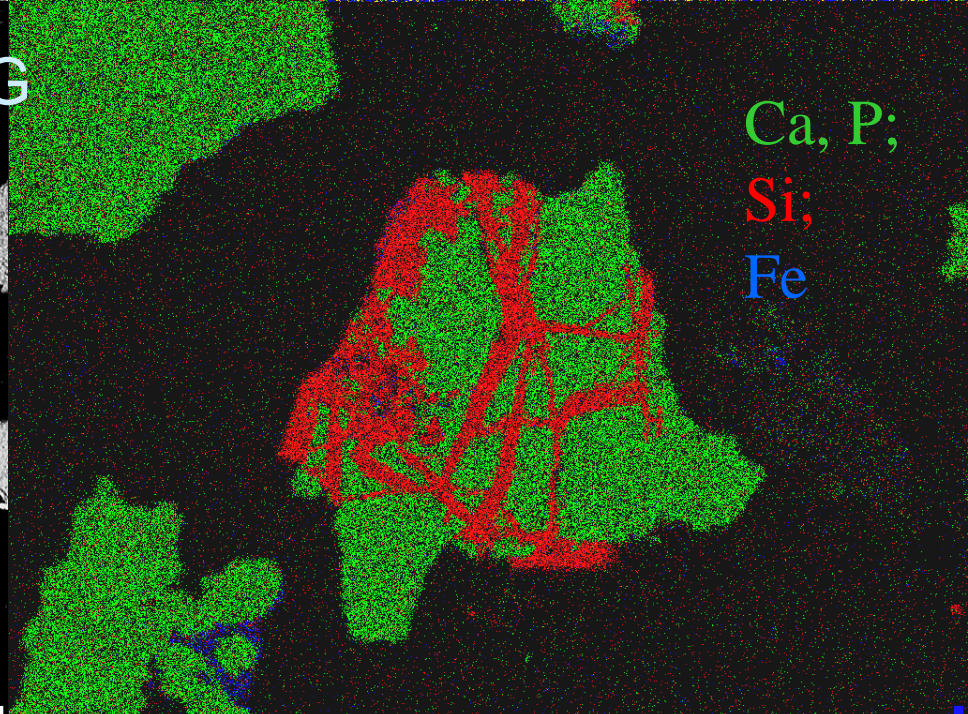
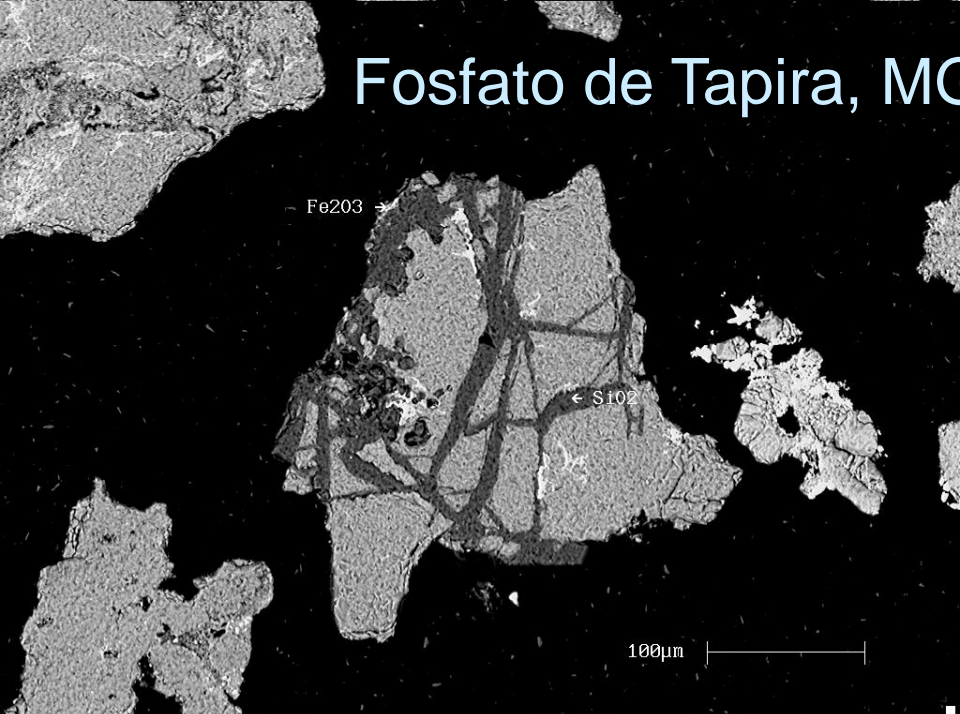
KV:12.0 Tilt:0.0 Take-off:35.0 Det Type:SUTW Res:135 Tc:40
 FS : 2436 Lsec : 122 7-Jun-96 16:58:38



KV:12.0 Tilt:0.0 Take-off:35.0 Det Type:SUTW Res:135 Tc:40
 FS : 5324 Lsec : 374 7-Jun-96 16:21:22

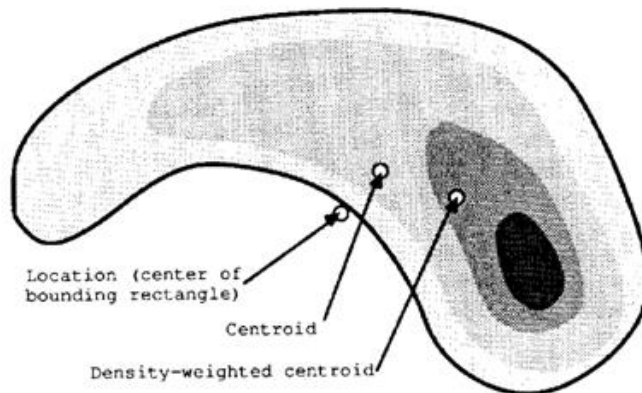


Fosfato de Tapira, MG



Discriminação de fases por MEV

1. Contraste de número atômico →
imagem com 256 níveis de cinza (BSE)
2. Contraste de número atômico, tendo duas ou mais fases com número atômicos relativamente próximos →
duas imagens de cinza (BSE) com diferentes valores de brilho e contraste
3. Contraste de número atômico (BSE) + contagens de raios X

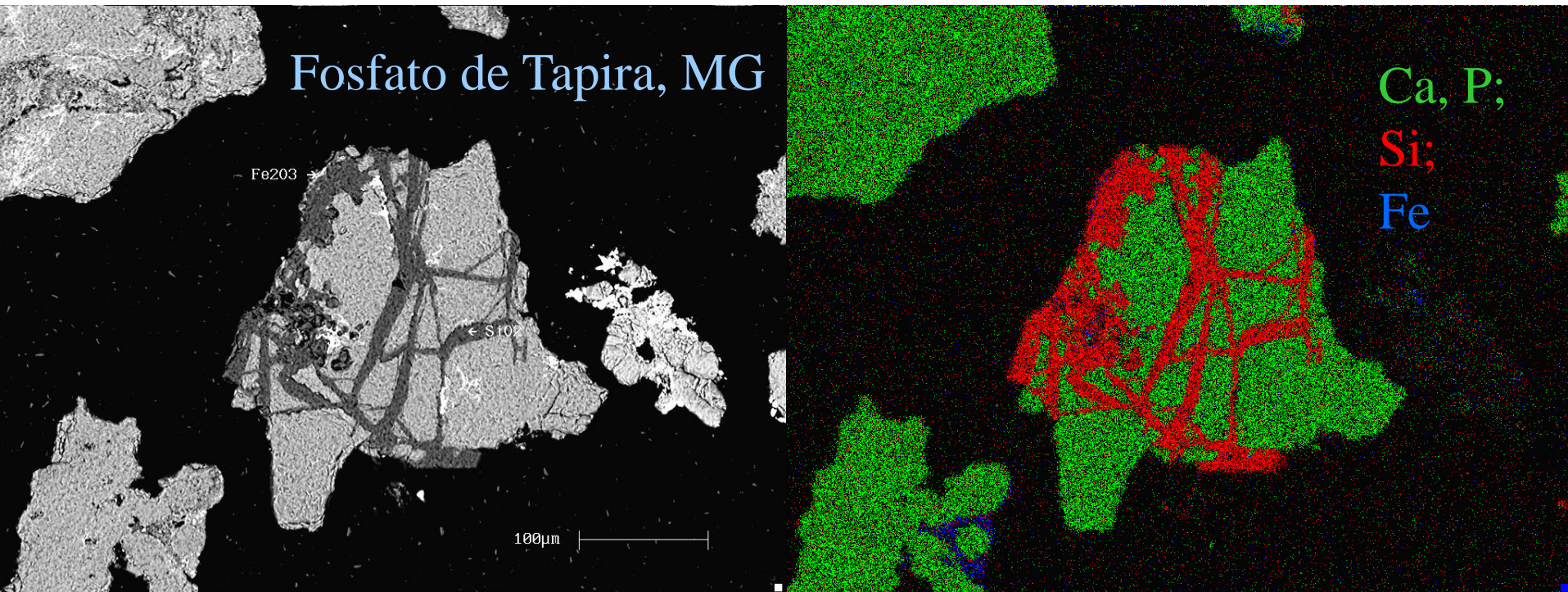


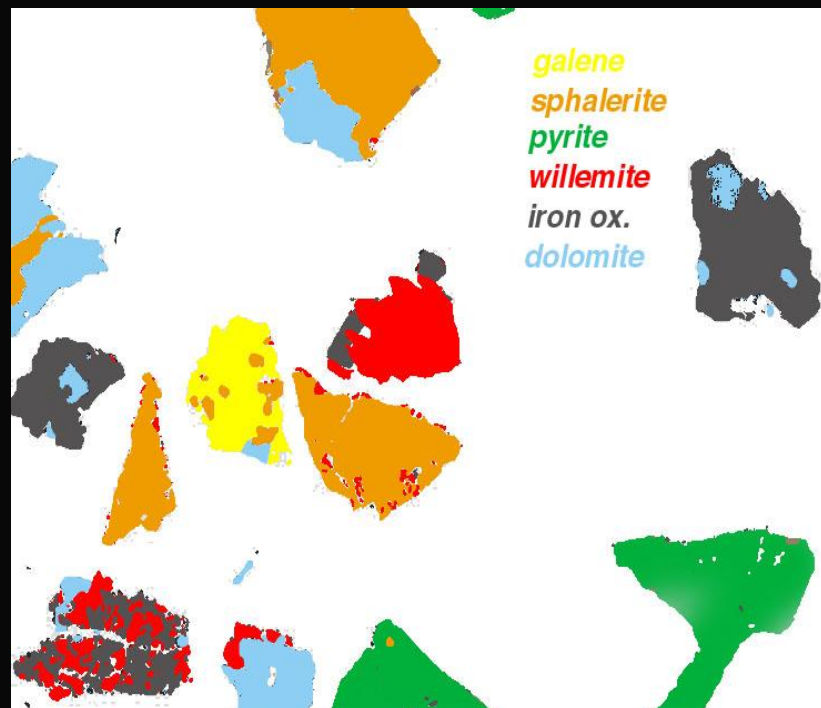
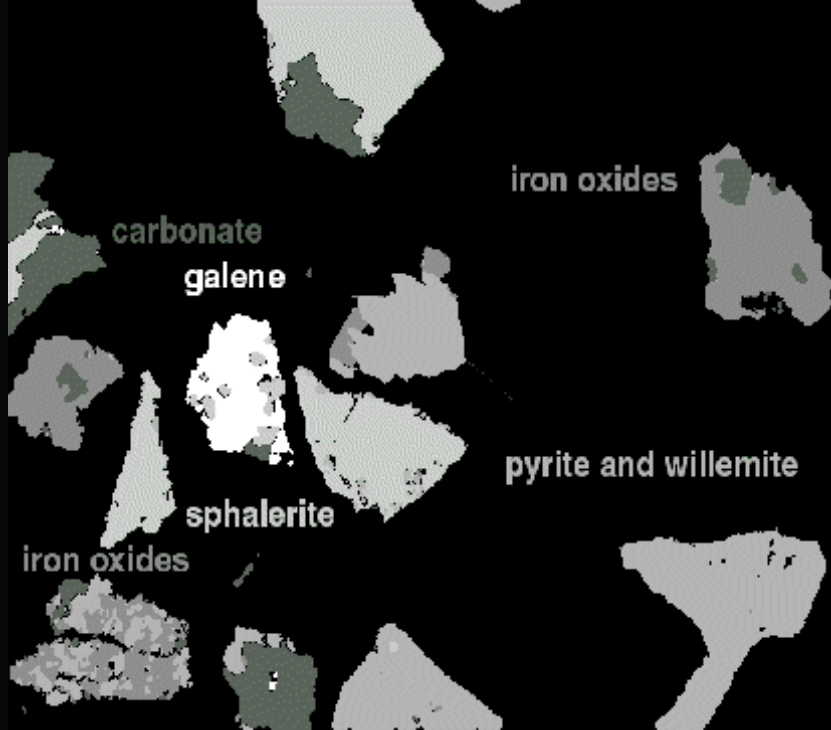
RX → ponto ou área

“Spot mode” no centro de gravidade de cada feição

Discriminação de fases por MEV

4. Contraste de número atômico (BSE) + imagens de mapeamento de pontos de raios X multielementar (“dot mapping”)

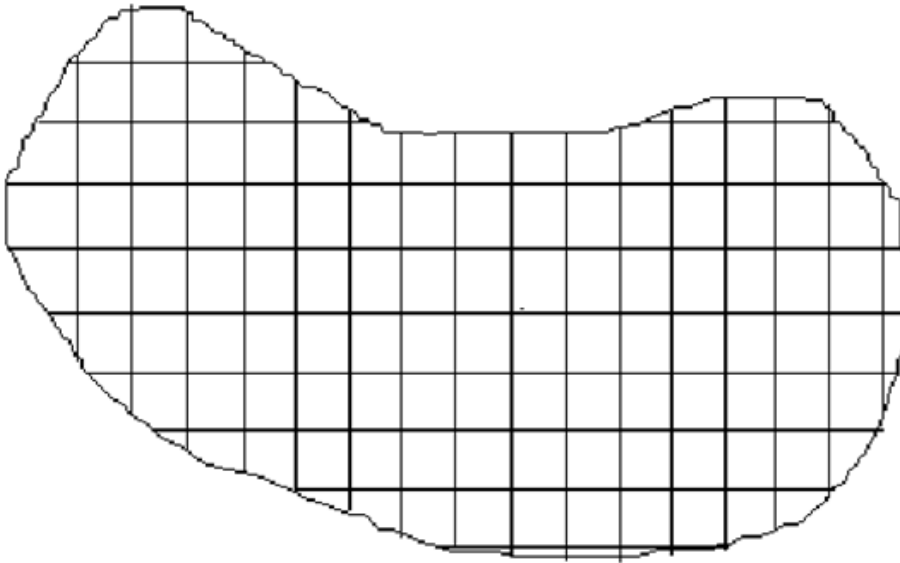




Minério de zinco
parcialmente oxidado,
Vazante, MG

Discriminação de fases por MEV

5. Contraste de número atômico (BSE) + contagens pontuais de raios X (conceito QEM-SCAN)



***“Spot mode” no
centro de gravidade
de cada quadrícula***

Sistemas de análises de imagens por feixe de elétrons

□ Coleta Manual

- Somente imagens de BSE
- Imagens de BSE & mapeamento de raios X
- Imagens de BSE & contagens de raios X
- Pós processamento de dados por sistemas de análises de imagens

□ Coleta automatizada

- Discriminação de feições por BSE
- Intervalo (s) de sinal de BSE + raios X característico
- Usualmente sistemas para aplicações dedicadas (GSR, Feature - Inca, etc)

□ ***Sistemas dedicados a indústria mineral (FEI)***

- MLA - Mineral liberation analyzer (BSE & raios X)
- QEMSCAM (essencialmente raios X)

MLA - Mineral liberation analyser

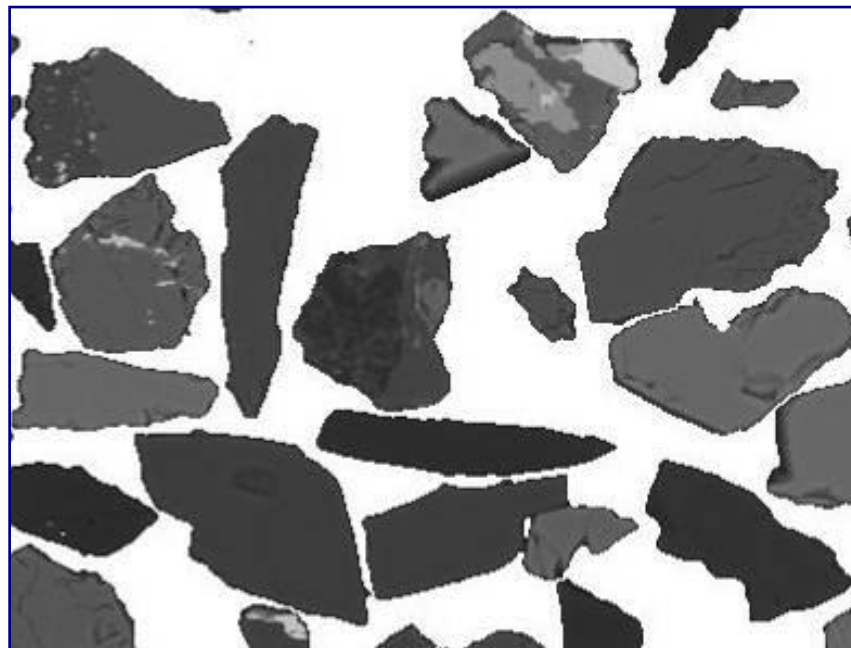
- Software
- Controla o MEV através de sistema de EDS
- Imagem de BSE:
 - Intervalo de sinal de BSE (discriminação de fase)
- Raios X
 - Rápida aquisição de sinais de raios X (5 -60ms)
 - Banco de dados de raios X das fases de interesse para fins de discriminação
- Mapas digitais de imagens
- Rotinas de análise de imagens
- Resultados em tabelas e gráficos



MLA - Rotinas de coleta de dados

□ BSE

Utiliza imagens de elétrons retroespalhados para a discriminação de fases



Vantagens:

- **Análise muito rápida**
- **Medidas de grãos e associações minerais**

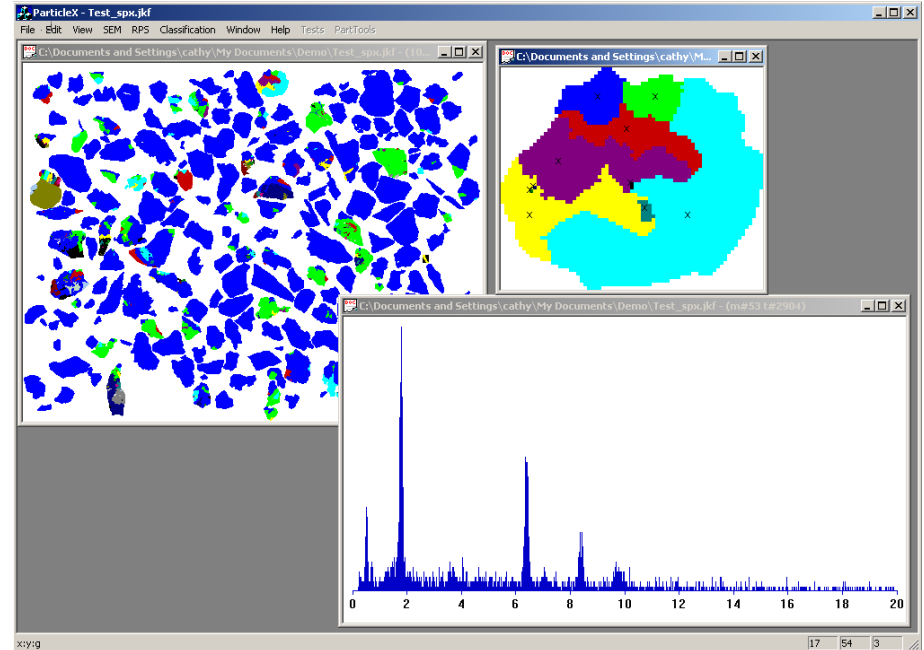
Desvantagens:

- **Não permite distinção entre alguns minerais, p. ex pirita e magnetita**

MLA - Rotinas de coleta de dados

□ XBSE

Utiliza imagem de elétrons retroespalhados para distinção de grãos e raios X para identificação de fases

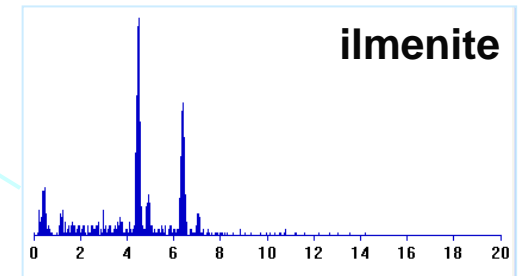
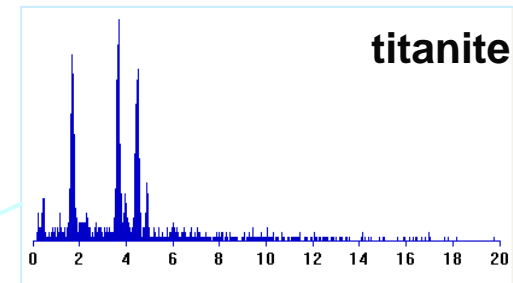
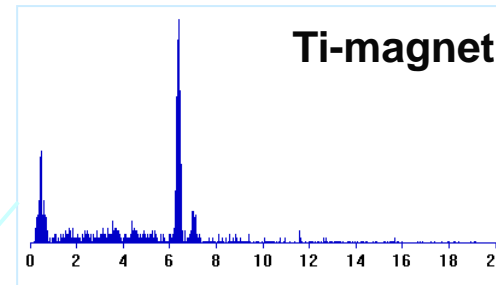
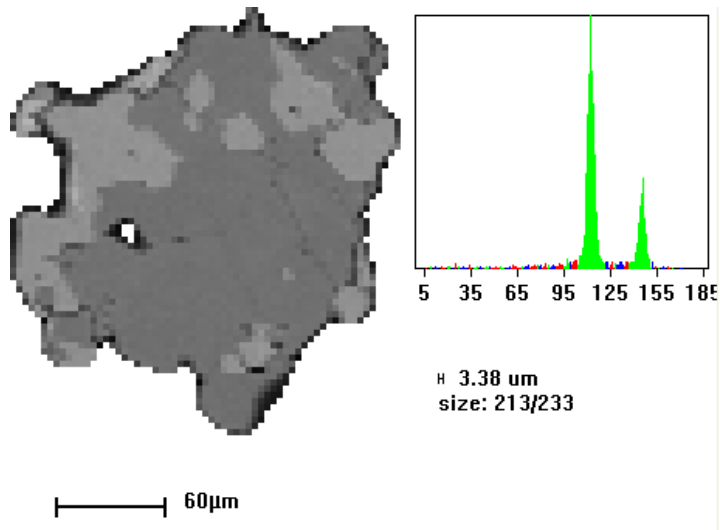


- Vantagens:**
- Análise relativamente rápida
 - Identificação de fases com base em composição elementar
 - Medidas de grãos e associações minerais

MLA - Rotinas de coleta de dados

□ GXMAP

Utiliza somente sinal de raios X para identificação de fases

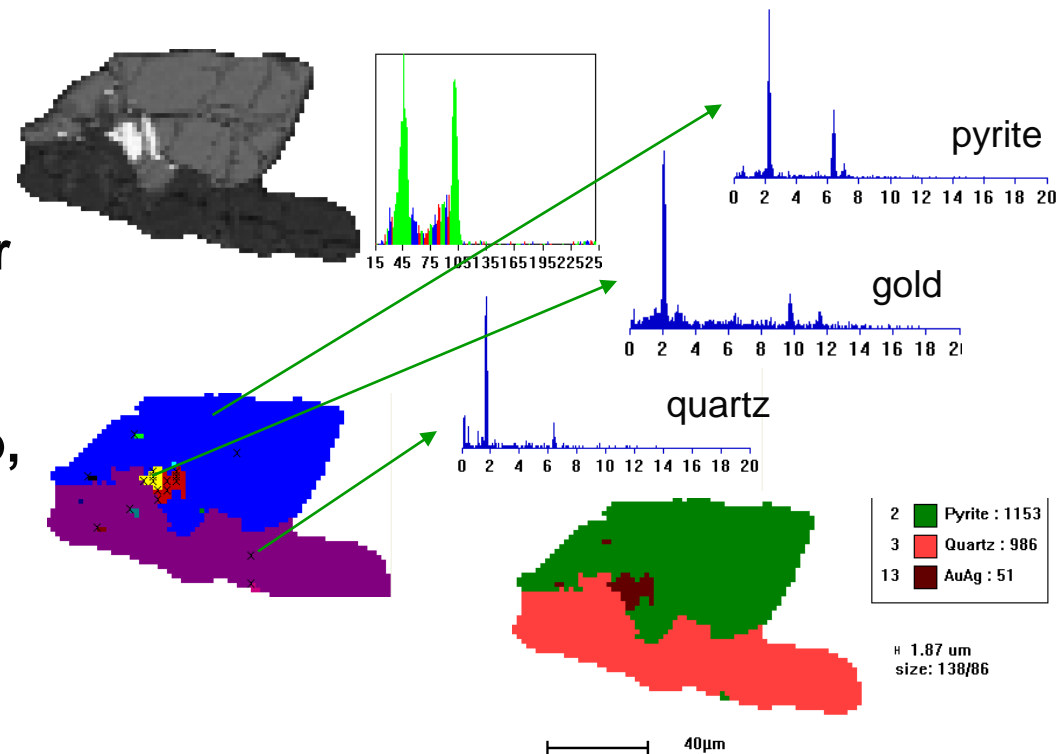


- Vantagens:**
- Identificação com base em composição elementar
 - Medidas de grãos e associações minerais
- Desvantagens:**
- Medidas mais lentas

MLA - Rotinas de coleta de dados

□ SPL

Utiliza imagem de elétrons retroespalhados para localizar partículas contendo fases de interesse em baixa concentração e raios X (ponto, área or grade) para identificação de fases.



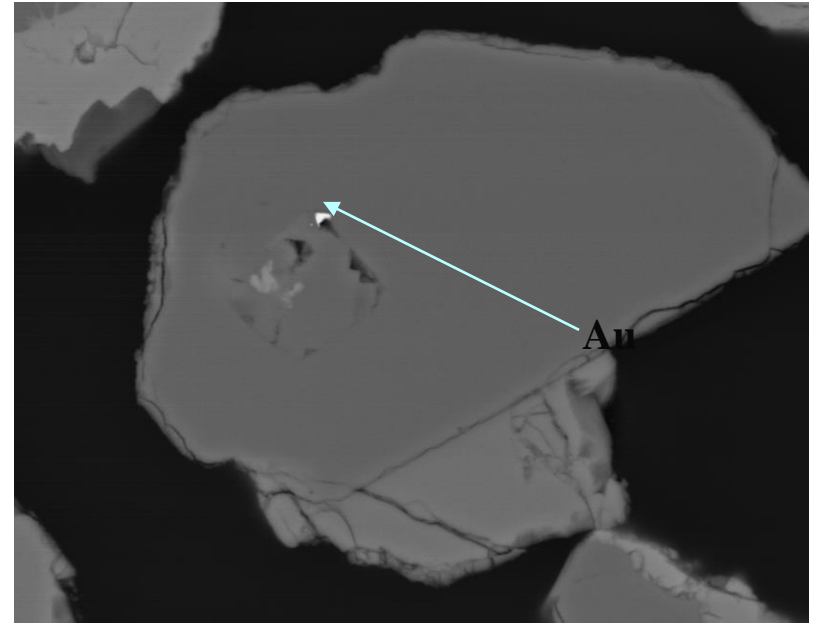
Vantagens:

- Procedimento mais rápido para amostras de baixo teor (traços a 1% da fase de interesse)
- Identificação com base em composição elementar
- Medidas de grãos e associações minerais

MLA - Rotinas de coleta de dados

□ RPS

Utiliza sinal de elétrons retroespalhados para localizar partículas contendo fases de interesse em concentrações muito baixas



Vantagens:

- Maior rapidez na localização de grãos em concentrações muito baixas (< 1 ppm)
- Identificação com base em composição elementar

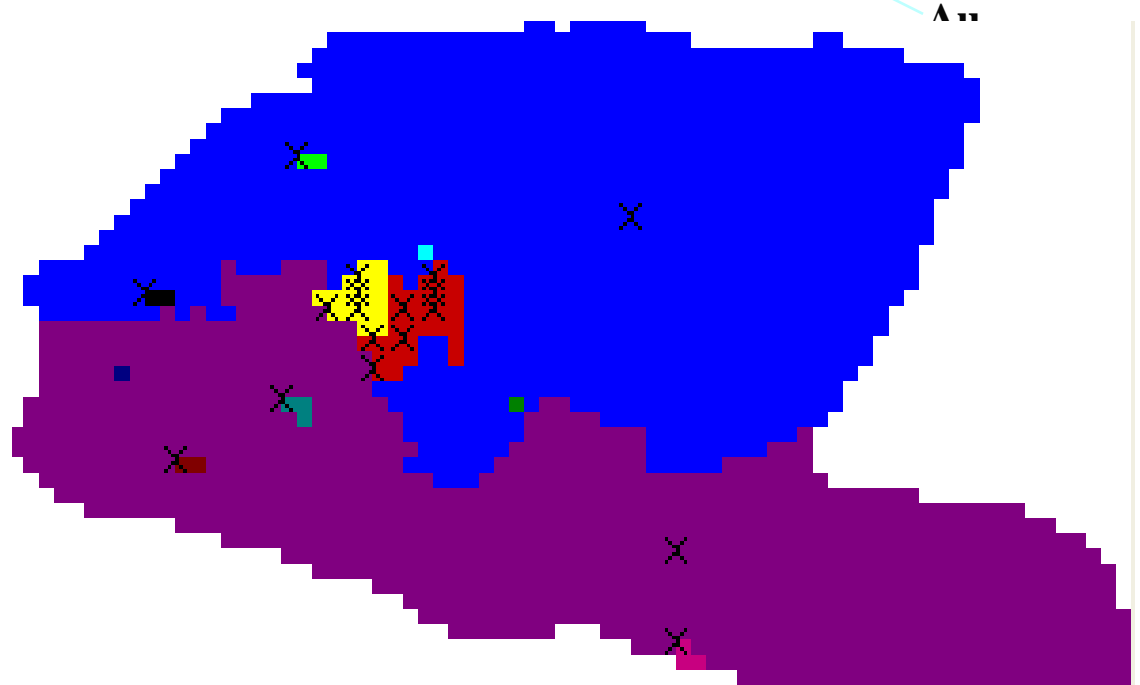
Desvantagens:

- Medida todas as fases de alto número atômico
- Ausência de dados de associações minerais

MLA - Rotinas de coleta de dados

□ Mistos de XBSE e GXMAP

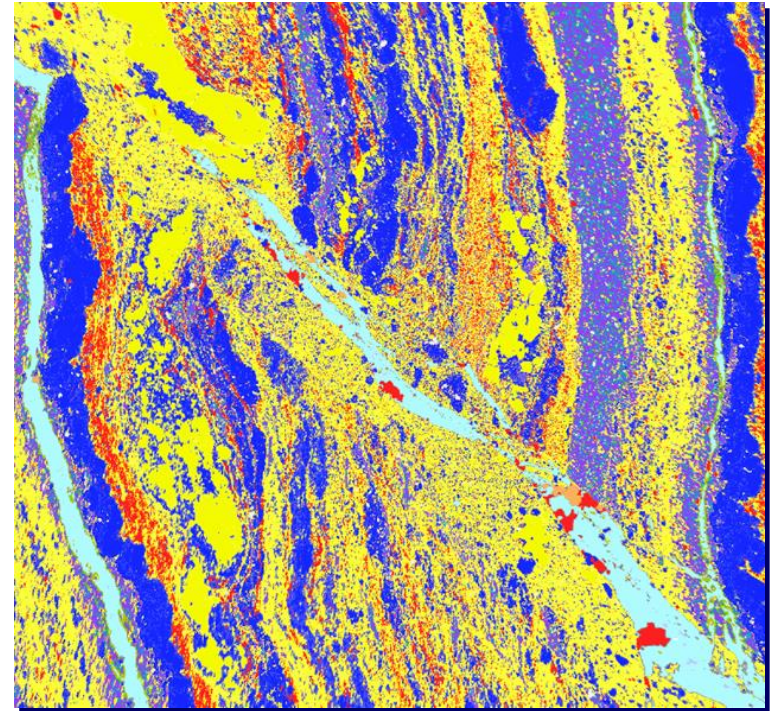
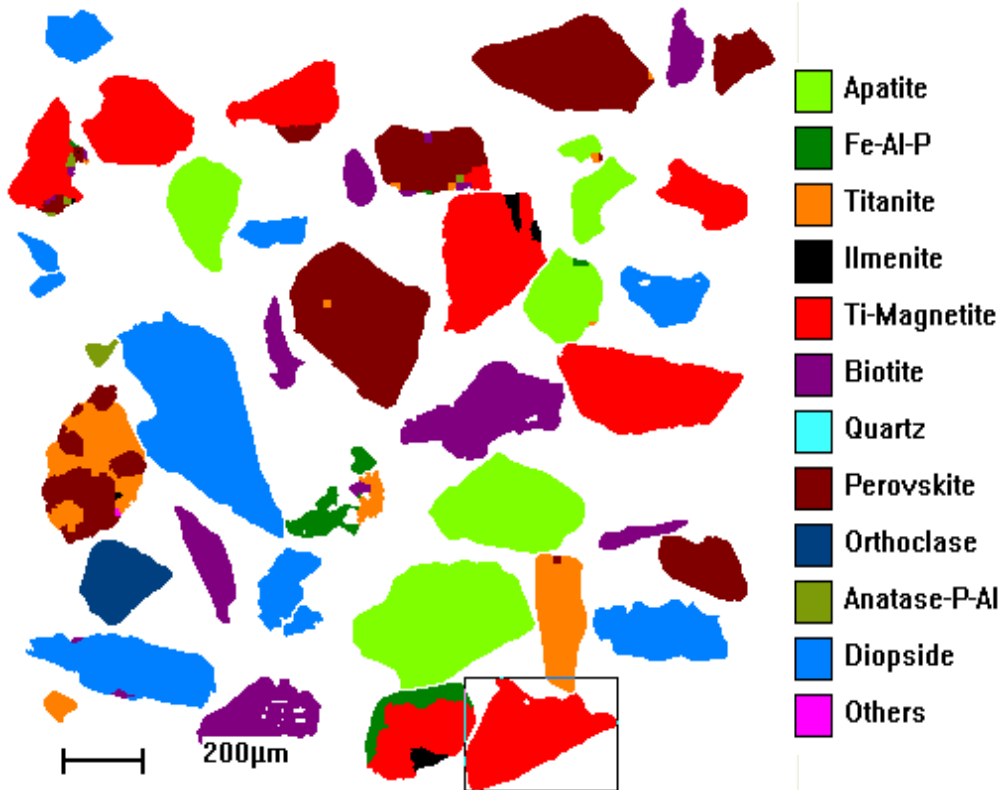
- Definição a partir de intervalo de nível de cinza BSE
- Definição a partir de composição elementar de uma ou mais fases



Quais resultados podem ser gerados?

□ Mapas digitais de fases

Mapas de códigos de cores de partículas ou campos

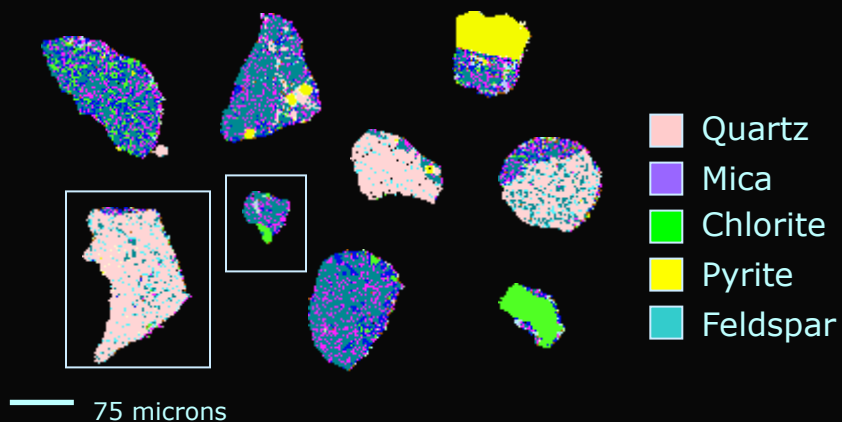


galena, esfalerita,
pirita, carbonatos

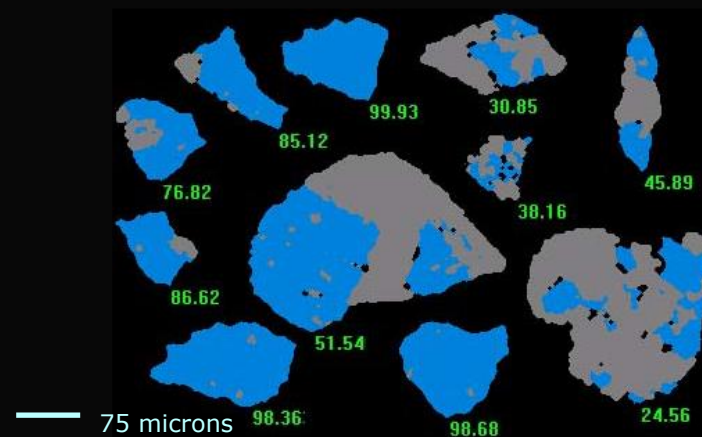
Quais resultados podem ser gerados?

- **Análise de imagens dos mapas digitais com resultados apresentados em tabelas e figuras**
 - **Composição modal**
 - **Teores calculados**
 - **Distribuição de elementos**
 - **Propriedades de partículas (morfologia & composição)**
 - **Distribuição de tamanho de partículas**
 - **Distribuição de tamanho de grãos**
 - **Distribuição de densidade de partículas**
 - **Associações de fases (liberação mineral & minerais mistos)**

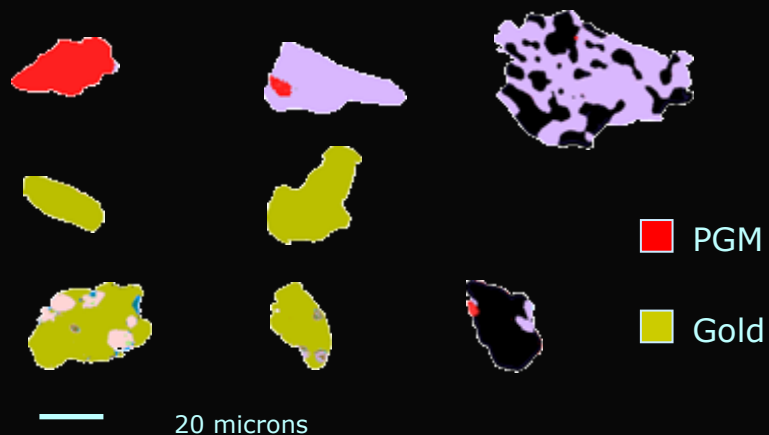
Análise mineralógica quantitativa



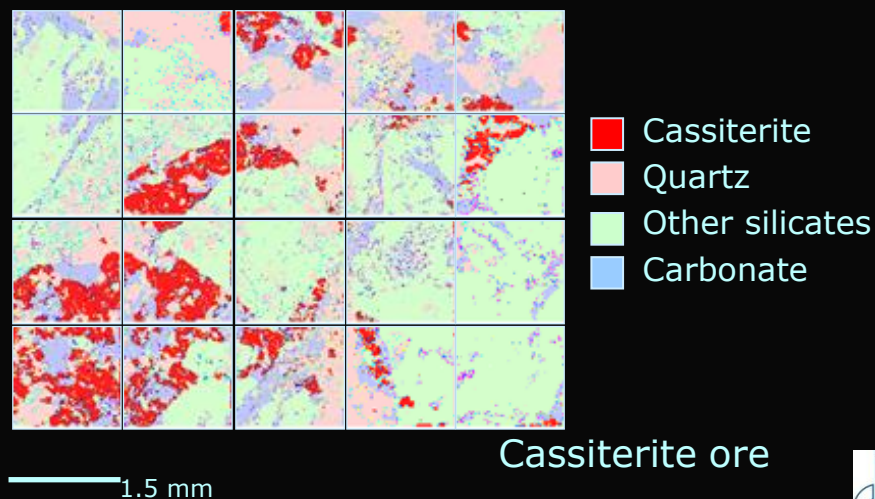
Determinação de grau de liberação



Busca de minerais traços



Imagens de varredura de campos



Preparação de amostras

- Amostragem
- Montagem em resina 9 seção delgada ou polida
- Desbaste
- Polimento
- Recobrimento com carbono

Amostragem

- Amostrador centrifugo

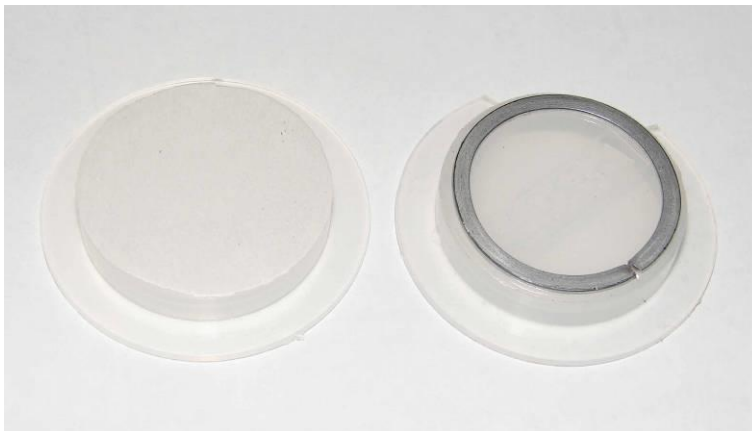


Preparação da seção

- Mono ou multicamada



- monocamada

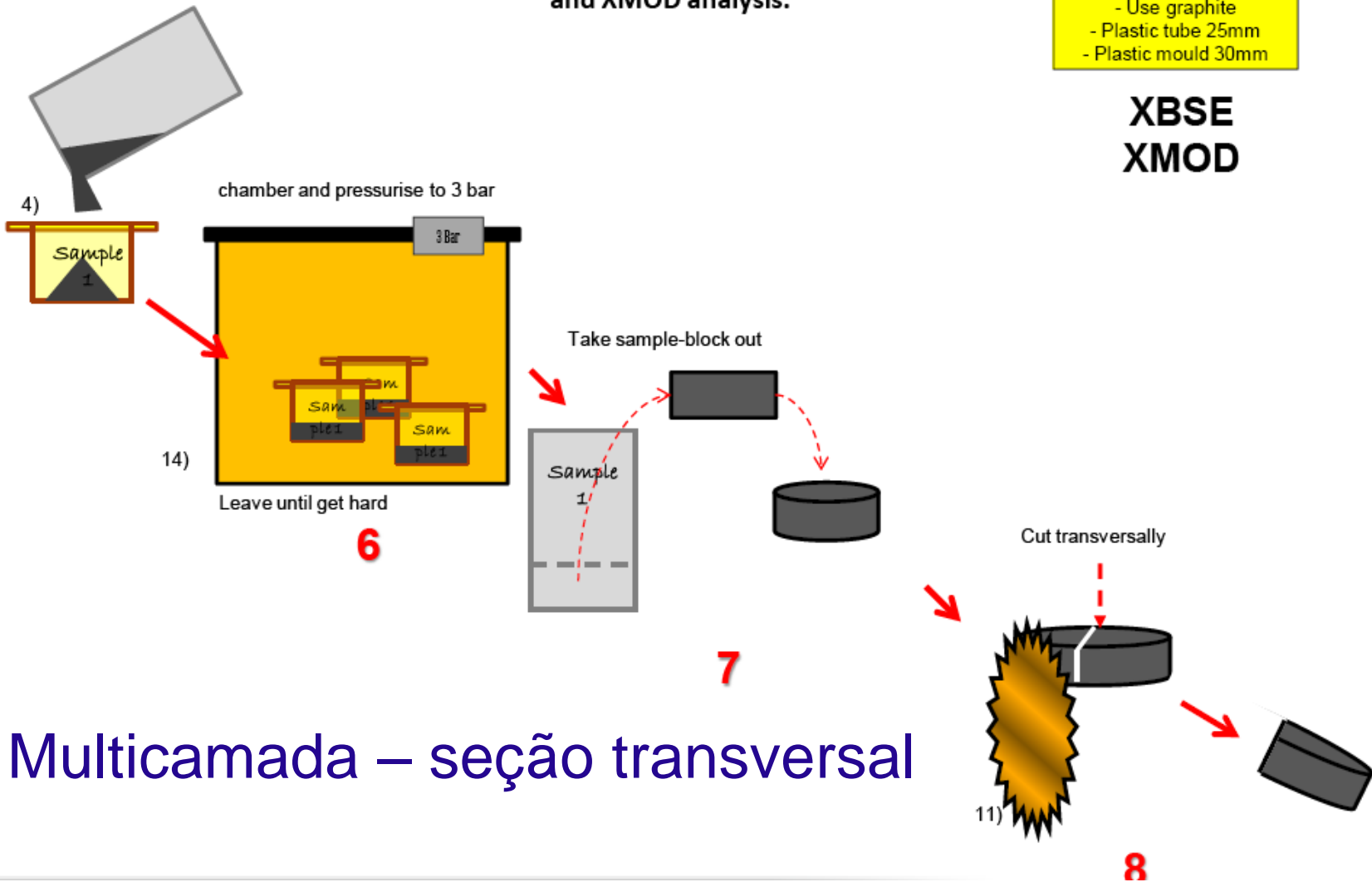


Preparação da seção

For fine ($-38 \mu\text{m}$) and unsized samples requiring XBSE and XMOD analysis.

Method C
- Use graphite
- Plastic tube 25mm
- Plastic mould 30mm

XBSE
XMOD



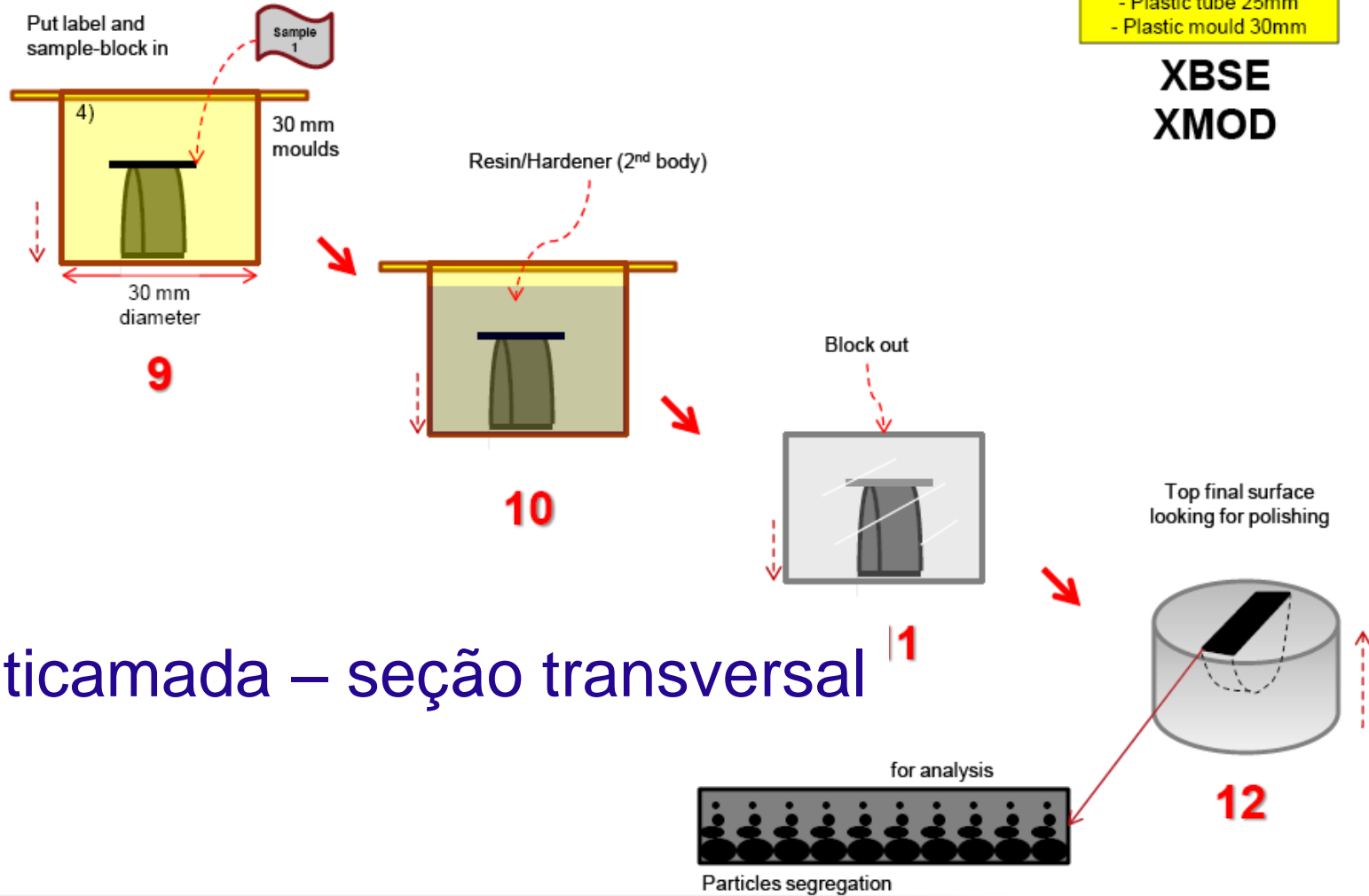
□ Multicamada – seção transversal

Preparação da seção

For fine ($-38\ \mu\text{m}$) and unsized samples requiring XBSE and XMOD analysis.

Method C
- Use graphite
- Plastic tube 25mm
- Plastic mould 30mm

XBSE
XMOD

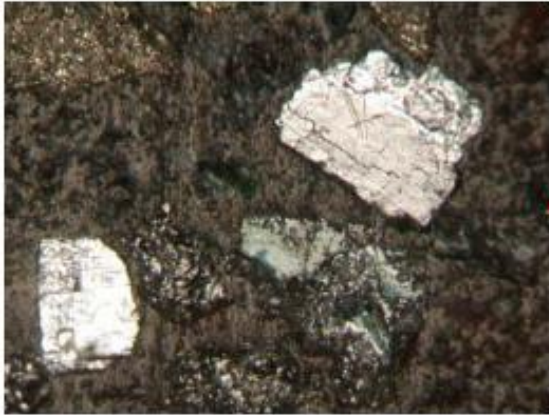


□ Multicamada – seção transversal

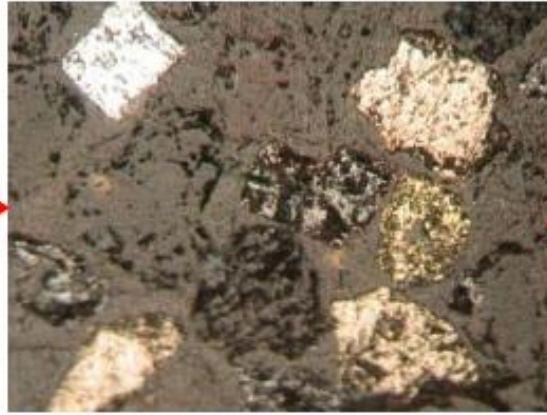
Preparação da seção

□ Desbaste e polimento

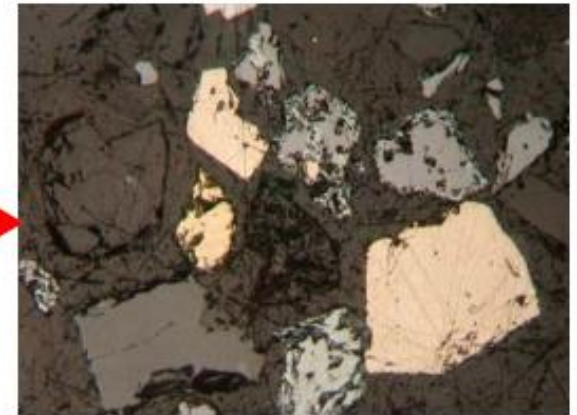
220



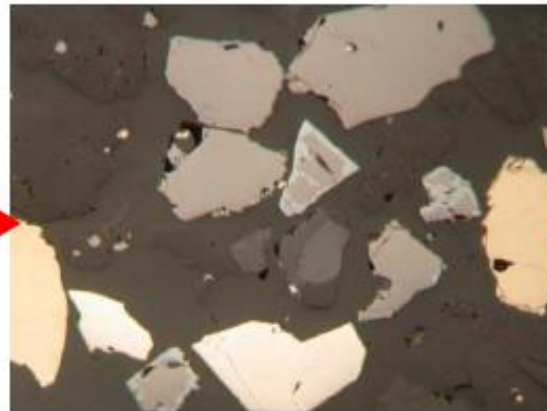
1200



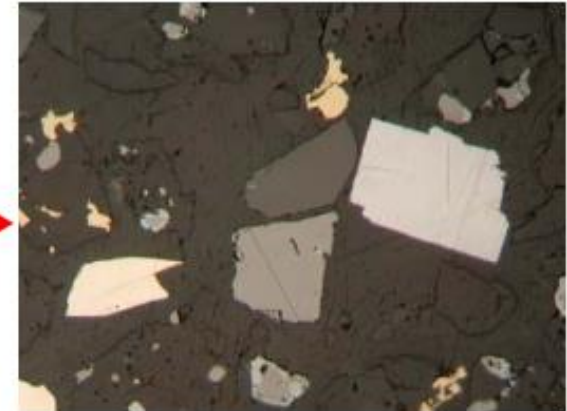
Largo (9 or 6 um)



Dac (3 um)



Dur (1um)



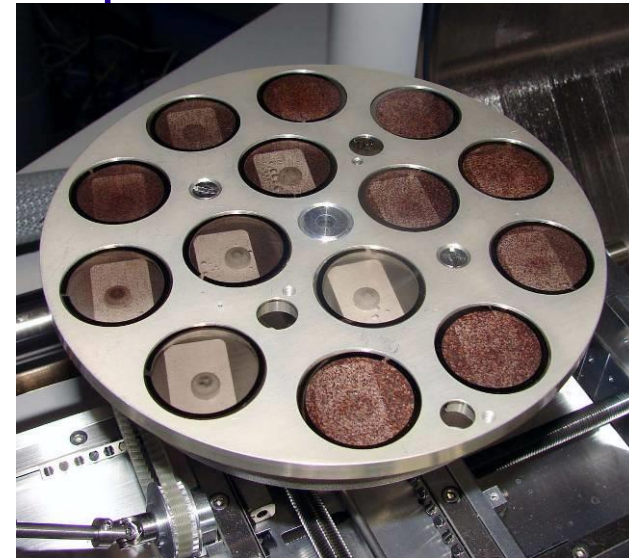
Not coated!

Preparação da seção

□ Recobrimento com C



Suporte de amostras



MLA – rotina de análise

- Ajuste do equipamento
- Coleta de dados
- Pós processamento
 - Classificação de fases (BSE ou raios X)
 - Deaglomeração
 - Touch-Up (se necessário)
 - Agrupamento de fases
 - Cores dos minerais
- Extração de dados
 - Banco de dados de minerais
 - Extração de dados das imagens
 - Visualização e tratamento de resultados