

# CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE FASES POR ANÁLISES DE IMAGENS DO MINÉRIO DE COBRE DA MINA DE SOSSEGO/CARAJÁS-PA. IMPLICAÇÕES METALURGICAS<sup>1</sup>

Maurício de Moraes Tavares<sup>2</sup> Oscar Jesus Choque Fernandez<sup>3</sup> Marcondes Lima da Costa<sup>4</sup> Thomas Scheller<sup>5</sup>

### Resumo

Foram caracterizadas na mina de cobre de Sossego, calcopirita, como principal mineral de minério de cobre, bem como magnetita, albita, quartzo, pirita, Mghornblenda, microclinio, como os minerais de ganga. Os concentrados contêm calcopirita e pirita com tamanhos de grão menores a 50 micrômetros. Por microscopia eletrônica de varredura, foram obtidas as imagens para suas análises, sendo as mesmas processadas para obtenção de imagens binárias e feições mineralógicas. Os resultados estão apresentados na forma de tabelas e gráficos. Foram discriminadas partículas com diferentes graus de cor cinza, correspondendo uma delas à calcopirita, outra à pirita e o restante à ganga, que se confunde com a resina orgânica. Foram analisadas áreas de imagens de 315x235 micromêtros e mais de 5000 partículas. Os resultados foram comparados com análises quantitativas pelo método de Rietveld e análises químicas, sendo que a semelhança é bastante aproximada com as análises químicas fornecidas pela VALE. **Palavras-chave**: Cobre; Mina Sossego; Calcopirita; Análise de imagens.

### CHARACTERIZATION AND QUANTIFICATION OF PHASES USING IMAGE ANALYSIS OF THE COPPER ORE-MINE SOSSEGO/CARAJÁS-PA. METALLURGICAL IMPLICATIONS

### Abstract:

In Sossego mine, chalcopyrite is the main ore mineral of copper and magnetite, albite, quartz, pyrite, Mg-hornblende, microcline, are the gangue minerals. The concentrates is constituted by chalcopyrite and pyrite, as main phases, and the grain sizes smaller than 50 microns. The images were obtained for Scanning Electronic Microscopy and processed to obtain binary images and mineralogical features. The results are presented as tables and graphs. Brightness with different gray-level was discriminated, the same correspond to one of chalcopyrite, pyrite and the other to the remaining gangue, the later mistake with organic resin. Image areas with 315x235 microns were analyzed and counted more than 5000 particles. The results were compared with quantitative analysis obtained by Rietveld method and chemical analysis (VALE) the same are approximate.

Key words: Copper; Sossego mine; Chalcopyrite; Images analysis.

- <sup>4</sup> Pós-doutor em Mineralogia UFPA
- <sup>5</sup> Doutor em Mineralogia UFPA

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Contribuição técnica ao 65º Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Graduando Engenharia de Materiais – IFPA

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Doutor em Geoquímica – IFPA



## 1 INTRODUÇÃO

A descrição completa da microestrutura dos materiais é imprescindível para o entendimento de suas propriedades macroscópicas e microscópicas, que são os reais condicionantes para seu emprego em qualquer aplicação. E com o interesse de proporcionar a caracterização completa das amostras de minério de Cobre oriundas da mina Sossego/Carajás-PA, o Laboratório de Caracterização de Materiais (LCM) do IFPA dá prosseguimento em seu aparato técnico utilizando a técnica de Análise de Imagens, como ferramenta de caracterização complementar às já existentes no laboratório, como a DRX e FRX.

Técnicas de análises de imagens estão amplamente espalhadas e usadas em diversos centros de pesquisa do Brasil, a exemplo do LCM/EPUSP, CETEM, entre outros. A técnica de análise de imagens é provida de uma câmera digital interligando um PC a um microscópio ótico ou eletrônico.

O procedimento correto da técnica inicia-se pela aquisição de várias imagens distintas em duas dimensões da amostra através do microscópio, seguida da transferência delas ao PC possibilitando suas análises por softwares apropriados. Os softwares permitem o processamento de imagens (cinza ou RGB), corrigindo defeitos de sombreamento, eliminação de ruídos eletrônicos, suavização e realce de imagens, além da detecção das feições de interesse, que correspondem às fases mineralógicas presentes da amostra. Após a identificação das feições, o analisador permite-nos segmentá-las manualmente (processo *threshold*), pois serão processadas pela criação de imagens binárias. Ao criar tais tipos de imagens, o software será capaz de medir os parâmetros de interesse para a caracterização quantitativa da amostra, como a geometria e o número de partículas liberadas. área total de cada fase e sua porcentagem. Finalmente ao processo de análise de imagens, devem ser tratadas estatisticamente as medidas obtidas pelo software analisador de imagens em arquivos de dados para posterior interpretação.<sup>(1)</sup>

A menor unidade de resolução é representada pelo pixel, eventualmente na forma quadrática, o qual é armazenado por um local de memória, byte. Um pixel quadrado armazena um valor numérico que simboliza a média de brilho da área da imagem. As imagens armazenadas com 8 bits por pixel possuem 256 níveis de cinza discrimináveis, ou seja, de 0 a 255.<sup>(2)</sup>

### 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram usadas preliminarmente seções polidas Sos5 e Sos8 que correspondem aos concentrados de minério de cobre da mina de Sossego/Carajás-PA, com tamanhos de grão menores a 50 µm. As imagens foram obtidas através do Microscópio Eletrônico de Varredura Leo modelo 1450 VP, do Museu Paraense Emílio Goeldi,as mesmas correspondem a elétrons retroespalhados.

O software para análises de imagens corresponde ao ImageJ, de livre disponibilidade na internet. A versão atualizada é a ImageJ 1.42.<sup>(3)</sup> No mesmo, foram obtidos a quantidade de grãos de cada fase mineralógica e suas respectivas áreas. As fases mineralógicas analisadas correspondem à calcopirita e à pirita, e aos minerais de ganga. Porém, esta última confunde-se com a resina de embutimento da seção polida, assumindo então que as seções polidas têm apenas duas fases. As fases foram previamente identificadas por microscopia ótica, difração de raios-X e microscopia eletrônica de varredura com sistema de energia dispersiva. Por difração

ANAIS

PROCEEDINGS

ISSN 1516-392X



de raios-X é possível observar que os minerais de ganga não apresentam picos definidos.

Para uma melhor visualização gráfica, realizou-se o processo de alteração do contraste - acréscimo de 50% na intensidade dos pixels e como logística, segregouse a região compreendida da escala, pois não representa a microestrutura da amostra, e sim uma edição para informar o grau da ampliação da imagem. A unidade de área das imagens foi convertida de pixels para micrômetros ao quadrado, sendo 9,7344 pixels equivalente a  $1 \mu m^2$ .



Figura 1. Detalhe do processamento de alteração de contraste da imagem: a) uma das imagens obtidas pelo MEV/SED da amostra Sos 5; b) melhora da qualidade da imagem a) pelo processo de acréscimo de contraste, junto à remoção da região compreendida pela escala 50 µm.

As fases mineralógicas foram separadas segundo o nível de cinza (processo de threshold) que cada fase possui, criando vários intervalos que dependem diretamente do número de fases a serem analisados. Ao separar as fases, elas são destacadas com a cor vermelha, segregando os minerais selecionados. Os níveis de cinza para os minerais de ganga (resina orgânica) correspondem de 0 a 135; para a pirita, o intervalo é de 136 a 185, enquanto que para a calcopirita é de 186 a 254. A somatória das áreas das três fases informa a área total da amostra. Nota: O nível de cinza 255 corresponde à região da escala 50 µm.



Figura 2. Processo de discriminação das feições pelo processo threshold. a) Ganga - 0 a 135; b) Pirita – 136 a 185; c) Calcopirita 186 a 254.

ANAIS

PROCEEDINGS

ISSN 1516-392X



ANAIS PROCEEDINGS ISSN 1516-392X

Após a segregação das fases de cada imagem, junto ao software ImageJ, obteve-se o número de partículas e as áreas das mesmas. Com auxílio do software Excel, trabalhou-se os dados de modo a identificar parâmetros de cada amostra, como a área total, a área percentual e o número total de partículas das fases existentes.

Após a identificação da porcentagem de massa das distintas fases mineralógicas, deve-se calcular a porcentagem mássica de cobre contida no seu mineral de origem. Para isso, deve-se analisar a fórmula porcentual do mineral calcopirita. A fórmula porcentual indica os elementos formadores da substância e suas porcentagens em massa.<sup>(4)</sup>

Ressalta-se que para efeitos de comparação dos dados obtidos, foram usados dados químicos para cobre da calcopirita, fornecidas pela VALE bem como dados de análises por refinamento Rietveld em estudo pelo segundo autor.

### 3 RESULTADOS

Através de microscopia ótica, difração de raios-X e MEV/SED foram identificadas previamente em amostras de ROM a calcopirita como o principal mineral de minério de cobre, bem como magnetita, albita, quartzo, pirita, Mg-hornblenda, microclinio, como os principais minerais de ganga. Quando processados, os concentrados mostram os sulfetos calcopirita e pirita como as principais fases desse produto. Nas amostras analisadas podem ocorrer mínimas quantidades dos minerais de ganga, no entanto, não perceptíveis pelas técnicas usadas.

Os resultados obtidos pelo software ImageJ se mostram nas tabelas a seguir:

Tabela 1. Área porcentual das fases de cada amost	ra
---------------------------------------------------	----

Amostras	Calcopirita (%)	Ganga (%)	Pirita (%)
Sos 5	20,98	74,16	4,85
Sos 8	22,09	74,65	3,25

Nota. As percentagens da ganga confundem-se com resina orgânica de embutimento.

#### **Tabela 2**. Número de partículas referentes a cada mineral

Amostras	Calcopirita	Calcopirita Pirita	
Sos 5	12.174	63.743	394
Sos 8	13.200	84.842	298

O número de partículas analisadas para as fases presentes, segundo a Tabela 2, encontra-se acima de 6.000 partículas com tamanhos diferentes, observando que o número de partículas de pirita e bem maior que da calcopirita, isto sugere que os tamanhos de grão da pirita são menores quando comparados com os da calcopirita. Para o cálculo das porcentagens de calcopirita e pirita, as mesmas foram ajustadas a 100%, distribuindo a percentagem de ganga entre essas fases. Isto foi feito devido a que a resina orgânica do embutimento se confunde com ganga, mostrando as mesmas tonalidades cinza no MEV, ainda a DRX mostra pouca ou nada dos minerais de ganga.

Tabela 3. Percentagens de áreas relativas entre as fases calcopirita e pirita

Amostras Calcopirita (%)		Pirita (%)
Sos 5	81,22	18,78
Sos 8	87,17	12,83





Tabela 4. Porcentagem de massa dos minerais calcopirita e pirita

Amostras	Calcopirita (%)	Pirita (%)
Sos 5	78,34	21,65
Sos 8	85,03	14,96

Obs.  $\rho_{cpy} = 4.19 pg/\mu m^{3(5)}$  $\rho_{pv} = 5.01 pg/\mu m^{3(6)}$ 

Para efeitos de comparação com outras técnicas analíticas, calculou-se a porcentagem química do cobre em cada amostra, como se mostra na Tabela 5.

Amostras	ImageJ(%)
Sos 5b	27,13
Sos 8b	29,44

#### Tabela 5. Porcentagem de cobre na fase calcopirita

### 4 DISCUSSÕES

A calcopirita é o principal mineral de minério na mina de Sossego, a mesma ocorre intimamente associada à pirita. Pela contagem de partículas observou-se que a calcopirita encontra-se com quantidades menores de partículas, porém com maiores áreas, entretanto com a pirita é o contrário. Pelas imagens mostradas, os concentrados apresentam partículas de calcopirita e pirita com boa liberação mineral. Em próximos estudos pretende-se estudar o grau de liberação mineral da calcopirita.

Os resultados obtidos pela análise de imagens através do software ImageJ foram comparados com os resultados advindos do refinamento pelo método de Rietveld realizado no LCM/IFPA e UFPA e pelos resultados fornecidos pela empresa Vale referentes à análise química, os mesmos se mostram na Tabela 6.

ш	ni como os dados químicos oblidos a partir das rases quantincadas					
	Amostra	Fases (%Cpy)		C	Químico (%C	Cu)
		ImageJ	Rietveld	Vale	Rietveld	ImageJ
	Sos 5b	78,34%	68,32	27,46	21,4	27,13
	Sos 8b	85,03%	78,32	28,19	24,8	29,44

**Tabela 6**. Comparação de dados quantitativos de fases pelo método de Rietveld e análises de imagens, bem como os dados químicos obtidos a partir das fases quantificadas

Dos dados acima mostrados, nota-se que a percentagem da fase calcopirita obtida pelo software ImageJ difere em torno de 10 do obtido por Rietveld. Essa diferença atribui-se ao tamanho de grão menor a 50 µm analisado por DRX, sendo que o adequado é que seja menor a 10 µm. Quando comparados os dados químicos do cobre, logicamente há diferença entre aqueles calculados do refinamento Rietveld e os resultados obtidos pelo ImageJ, porém quando comparados com as análises químicas da Vale, as variações estão em torno de 1%. Essa comparação sugere que a técnica de análise de imagens para a quantificação de fases possui elevada confiabilidade sendo que a mesma pode ser aplicada muito bem aos minérios e/ou metais, polímeros, entre outros tipos de materiais.



# 5 CONCLUSÃO

Pelos resultados obtidos neste trabalho podemos concluir que a técnica de análises das imagens usando o software ImageJ é uma ferramenta bastante útil na caracterização de materiais. Os dados calculados de cobre obtidos neste trabalho pela técnica de análises de imagens são bastante confiáveis, se comparados com os dados de análises químicas, e que podem auxiliar em processos metalúrgicos que envolvam caracterização de fases.

Na caracterização das fases presentes nos concentrados de cobre de Sossego, as imagens mostram que durante a cominuição se produziram diferentes tamanhos de grão de calcopirita e pirita, atribuída mais ao volume de calcopirita com relação á pirita, que à suas durezas, ou as mesmas são intercrescimentos finos entre calcopirita e pirita de difícil liberação, que se confundem durante o processamento de imagem, modificando, portanto o *threshold*. Estudos mais aprimorados de liberação mineral envolvendo maiores amostras estão sendo providenciados, os quais permitiram maiores dados sobre caracterização de fases.

### Agradecimentos

Os autores deste trabalho agradecem à FAPESPA/CNPq (Projetos PPP e PRONEX), pelo apoio financeiro à implantação do laboratório de LCM/IFPA e desenvolvimento de pesquisa. O primeiro autor agradece ao IFPA pela bolsa IC concedida.

### REFERÊNCIAS

- 1 GABAS, S. G. Análise de imagens aplicada à caracterização de minérios Análise modal e Liberação, São Paulo, SP, n. 5, p. 9-13, jun. 1999.
- 2 RUSS, J. C. Computer-assisted microscopy: the measurement and analysis of image. New York, Plenum Press, 1990.
- 3 IMAGE PROCESSING IN ANALYSIS IN JAVA, ImageJ, Download, Disponível em http://rsbweb.nih.gov/ij/download.html. Acesso em: 28 nov. 2009.
- 4 TITO, M. P. E CANTO, E. L. Química na abordagem do Cotidiano, Volume 1. São Paulo, Moderna Ltda, 2001. Cap. 10, p. 355.
- 5 MINERALOGY DATA BASE, Chalcopyrite Mineral Data, Disponível em http://webmineral.com/data/Chalcopyrite.shtml. Acesso em: 5 fev. 2010.
- 6 MINERALOGY DATA BASE, Pyrite Mineral Data, Disponível em http://webmineral.com/data/Pyrite.shtml. Acesso em: 5 fev. 2010.

ANAIS

PROCEEDINGS

ISSN 1516-392X