

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E TEXTURAL DE MINÉRIOS HEMATÍTICOS DO QUADRILÁTERO FERRÍFERO POR TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS (EBSD)¹

Mônica de Cássia Oliveira Mendes²

Leonardo Lagoeiro²

Gilberto Álvares³

Resumo

Realizou-se a descrição e quantificação das microestruturas e orientações cristalográficas de agregados hematíticos/magnetíticos oriundos das formações ferríferas do Quadrilátero Ferrífero (QF) através da utilização da técnica da Difração de Elétrons Retro-Espalhados (EBSD). Foram selecionadas amostras representativas das características microestruturais dos diferentes domínios deformacionais e metamórficos caracterizados na região. Quantificou-se parâmetros estruturais como tamanho de grãos, dimensão dos eixos maiores e menores dos cristais e razão axial dos grãos dos agregados, a partir dos quais estabeleceu-se dados estatísticos e variacionais dessas propriedades, correlacionando-os com os tipos de minérios dominantes em cada porção do QF. A partir dos resultados obtidos, concluiu-se que os agregados de diferentes contextos geológicos do QF possuem características microestruturais e texturais contrastantes: predominância de tipos de minério hematíticos/magnetíticos, granulares, equidimensionais e sem orientação cristalográfica preferencial (CPO) a oeste e minérios hematíticos, com CPO e SPO (Shape Preferred Orientation) desenvolvidas a leste, havendo uma zona transicional, onde tipos granulares isotrópicos e tabulares com forte SPO e CPO coexistem.

Palavras-chave: EBSD; Texturas cristalográficas; Microestruturas; Minérios hematíticos/magnetíticos.

MICROSTRUCTURAL AND TEXTURAL CHARACTERIZATION OF THE HEMATITIC ORES FROM QUADRILÁTERO FERRÍFERO THROUGH ELECTRON BACKSCATTERED DIFFRACTION (EBSD) TECHNICAL

Abstract

The description and quantification of the microstructures and crystallographic orientation of the hematite/magnetite aggregates from the iron formations of the Quadrilátero Ferrífero (QF) were realized through the Electron Backscattered Diffraction (EBSD) technical. Samples representative of the microstructural characteristics of the different strain and metamorphic domains characterized in the region were selected. Structural parameters were quantified, like grain size, shape and aspect ratio of the aggregates, in order to establish a relationship between the statistic and variational data of these properties with the geological context of iron ores in the QF region. Through these results, it could be concluded that aggregates from different geologic contexts of the QF have contrasting microstructural and textural characteristics: predominance of hematite/magnetite ores, granular, equant in shape and with absence of crystal preferred orientation (CPO) in west and hematitic ores, with CPO and SPO (Shape Preferred Orientation) in the east, with a transitional zone, where granular isotropic and tabular types, with strong SPO and CPO coexists.

Key words: EBSD; Crystallographic preferred orientation; Microstructures; Hematite/magnetite ores.

¹ Contribuição técnica ao 39º Seminário de Redução de Minério de Ferro e Matérias-primas e 10º Seminário Brasileiro de Minério de Ferro, 22 a 26 de novembro de 2009, Ouro Preto, MG.

² Departamento de Geologia, Universidade Federal de Ouro Preto

³ Departamento de Metalurgia e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto.

1 INTRODUÇÃO

As formações ferríferas paleo-proterozóicas pertencentes à Formação Cauê (Grupo Itabira, Supergrupo Minas⁽¹⁾) apresentam ampla distribuição no Quadrilátero Ferrífero (QF), e exercem importante papel em sua estruturação (Figura 1). Dessa forma, um estudo de caracterização microestrutural, aliado a determinação de orientação cristalográfica preferencial, é de fundamental importância, uma vez que permite realizar a interpretação dos mecanismos deformacionais aos quais a região foi submetida.

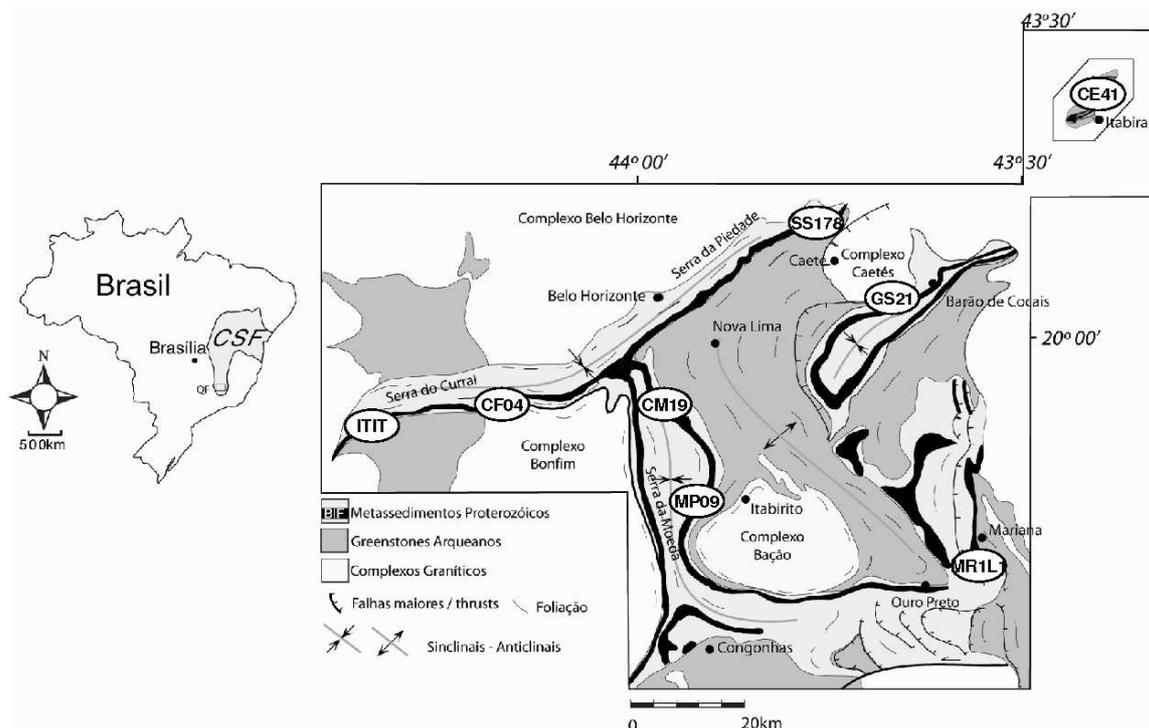


Figura 1: Mapa geológico simplificado do Quadrilátero Ferrífero, com as principais unidades e estruturas geológicas indicadas. Em destaque, a localização das amostras analisadas nesse trabalho. Legenda: ITIT= Itatiaiuçu; CF= Córrego do Feijão; CM= Capitão do Mato; MP= Mina do Pico; SS= Piedade; GS= Gongo Soco, MR= Mariana, CE= Conceição.⁽¹⁾

Alguns trabalhos referentes às microestruturas e texturas cristalográficas, principalmente no que se diz respeito à influência dos eventos tectônicos sobre as formações ferríferas do QF, tem sido publicados nas últimas duas décadas.⁽²⁾ Realizaram estudo microestrutural e textural de minérios provenientes dos diferentes domínios estruturais do QF através da difração de nêutrons, com o objetivo de estabelecer os principais mecanismos ativos durante os processos deformacionais. Estudando formação ferrífera de baixa deformação,⁽³⁾ sugere que a precipitação da hematita ocorreu devido à dissolução da magnetita durante primeiro estágio deformacional.⁽⁴⁾ Descreve os mecanismos deformacionais das formações ferríferas bandadas nos três domínios de diferentes intensidades deformacionais e condições de P-T, a partir da caracterização microestrutural e textural, além de estimar o comportamento da rocha resultante da presença de diferentes proporções de quartzo e óxidos de ferro.⁽⁵⁾ Realizaram estudo acerca da variação textural em

bandas quartzosas dobradas nas formações ferríferas, propondo os mecanismos deformacionais associados durante o dobramento isoclinal/transposição em grau metamórfico baixo. Utilizando a técnica da difração de elétrons retro-espalhados (EBSD).⁽⁶⁾ Realizaram a caracterização microestrutural e de orientação cristalográfica preferencial de rochas hematíticas ao longo de uma dobra, analisando a distribuição do tamanho dos grãos, distribuição dos pólos dos planos cristalográficos da hematita em relação às feições estruturais e propõem os mecanismos deformacionais relacionados a essas feições.

O QF é caracterizado por apresentar três diferentes domínios tectono/deformacionais:⁽⁴⁾ domínio de baixa deformação e metamorfismo de fácies xisto-verde (porção oeste do QF); domínio de deformação intermediária e fácies xisto-verde intermediária (domínio intermediário) e domínio de alta deformação e fácies metamórfica xisto-verde alta a anfíbolito (extremo leste do QF). Amostras de minérios hematíticos/magnetíticos foram selecionadas, com o auxílio do microscópio ótico, de forma a melhor representar as características mineralógicas, morfológicas e microestruturais das formações ferríferas de cada um desses domínios. Para a realização desse estudo, foi utilizada a técnica de elétrons retro-espalhados (Electron Backscatter Diffraction (EBSD), a qual permite uma correlação direta entre dados estruturais e de orientação cristalográfica.

O objetivo desse trabalho é realizar a descrição das microestruturas e orientações cristalográficas preferenciais dos agregados hematíticos/magnetíticos e a quantificação dos parâmetros estruturais, como tamanho de grãos, dimensão dos eixos maiores e menores dos cristais e razão axial dos grãos dos agregados, estabelecendo-se os dados estatísticos e variacionais dessas propriedades e correlacionando-os com os tipos de minérios dominantes em cada porção do Quadrilátero Ferrífero.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização do trabalho de caracterização microestrutural e textural, foram utilizadas amostras de minérios hematíticos/magnetíticos provenientes das formações ferríferas localizadas no QF. A partir do conhecimento da estruturação das localidades amostradas, resultante de trabalhos de caracterização regional, amostras foram coletadas de modo a representar as estruturas de grande porte dos domínios estruturais e metamórficos da região. Essas foram devidamente orientadas, tendo suas medidas estruturais obtidas *in situ*. Dessa forma, cada amostra possui uma posição estrutural bem definida, tanto no contexto local, em nível de afloramento, quanto no contexto regional.

A segunda etapa do processo consistiu na preparação dessas amostras. Essas foram seccionadas em blocos de 15 x 15 x 7 mm, paralelamente a lineação (eixo X) e perpendicularmente à foliação (eixo Z), sendo essas direções marcadas em cada amostra. Esse referenciamento é de fundamental importância para a correlação entre as microestruturas e as orientações cristalográficas. O corte foi realizado em cortadeiras de alta precisão dotadas de discos diamantados de alta densidade, os quais permitem um corte com mínima imposição de deformação. Esses blocos foram embutidos em moldes de resina epóxi de modo a facilitar o polimento e o manuseio das amostras, bem como para o seu armazenamento adequado.

O processo de polimento foi dividido em duas etapas: polimento mecânico e químico-mecânico. Após o desbaste progressivo do embutimento, com discos de

SiC (carbeto de silício) de 45 μm e 15 μm , para exposição da superfície da amostra recoberta pela resina, efetuou-se o polimento mecânico com pastas de diamante de 9 μm , 3 μm , 1 μm e 0,25 μm , nessa ordem, durante 30 minutos, a uma velocidade de 20 rpm e sob uma carga de 8,90 N, em uma polítrix de precisão, com o objetivo de eliminar os danos superficiais das amostras. Logo em seguida, foi aplicado o polimento químico-mecânico com solução alcalina de sílica coloidal por um período de 4 horas, e com os mesmos parâmetros utilizados no polimento mecânico. Essa última etapa elimina qualquer defeito, deformação e contaminação na superfície da amostras, deixando-as com uma superfície plana e limpa, requisitos imprescindíveis para a aquisição dos padrões de difração pela técnica de EBSD. Por fim, recobriu-se a superfície dos embutimentos com tinta de carbono, e em alguns casos com fita de alumínio, dependendo da necessidade, para evitar o efeito de carregamento dessa superfície não condutora. Nesse momento foi necessária a utilização do microscópio ótico para uma análise preliminar do processo de polimento, ou seja, observou-se no mesmo se a superfície polida era plana e não apresentava deposição de óxidos ou contaminação.

Amostras representativas de cada domínio tectono/deformacional foram selecionadas, totalizando oito amostras, cujas localizações encontram-se na Figura 1. Áreas representativas de cada amostra foram selecionadas, e posteriormente, analisadas por EBSD. Através da utilização do par MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura)/EBSD, é possível obter-se os dados de orientação dos retículos cristalinos dos minerais hematíticos⁽⁶⁾ e sua relação com as feições microestruturais. A técnica de EBSD baseia-se na difração de elétrons do feixe eletrônico ao interagirem com uma amostra cristalina, posicionada a 70° do eixo X do microscópio, sendo descrita pela lei de Bragg.⁽⁷⁾ Devido ao maior diâmetro do feixe em relação à distância interplanar dos minerais, há interação do volume de elétrons com diversos planos atômicos. A partir dessa interação, os elétrons difratados formam os padrões de difração ou raios de Kikuchi, as quais são detectadas pela tela de fósforo da câmara do EBSD. Com a indexação dos padrões de difração é possível determinar completamente a orientação pontual descrita através dos três ângulos de Euler.

As áreas previamente selecionadas no microscópio ótico foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura JEOL SEM JSM5510 equipado com detectores de energia dispersiva de raios-X (EDS) e um difratômetro de elétrons retro-espalhados (EBSD), instalado no Laboratório de Microscopia e Microanálise (MICROLAB), do Departamento de Geologia da Universidade Federal de Ouro Preto. A aquisição dos padrões de difração foi feita utilizando-se o software Flamengo, pertencente ao pacote Channel 5 (Oxford-HKL), no modo automático, com os seguintes parâmetros: inclinação da amostra de 70° com o eixo X do microscópio; distância de trabalho entre a amostra e a peça polar do microscópio (*working distance* - WD) de 32 mm; diâmetro do feixe incidente na superfície da amostra (*spot size*) igual a 70; tamanho do passo (*step size*), que é a distância entre pontos consecutivos indexados, de 1 μm e desvio angular médio (*mean angle deviation* - MAD), correspondente ao desvio entre as raios de difração padrão para o mineral e aquelas encontradas pontualmente na amostra, igual a 3. A magnificação utilizada para o mapeamento variou para cada amostra, devido às características microestruturais discrepantes para os diferentes domínios analisados.

Para a etapa de pós-processamento dos dados utilizou-se o software Tango, do pacote Channel 5 (Oxford-HKL). Nessa etapa, os dados adquiridos foram adequados aos padrões necessários para geração dos mapas de orientação. Para isso eliminou-se todos os possíveis erros cometidos na indexação das raios de

Kikuchi, como por exemplo, a indexação errada (*misindexed*) e a não indexação (*non-indexed*) de algumas bandas, e ainda os grãos indexados que tinham tamanho menor do que cinco vezes o tamanho do passo utilizado. Fez-se também uma extrapolação dos dados bem indexados, para se obter um mapa coeso, mas que conservasse todas as características iniciais dos dados obtidos.⁽⁶⁾ Grãos indexados erroneamente, e que sejam residuais dos processos anteriores de eliminação de ruídos, foram selecionados manualmente e eliminados, realizando posteriormente o processo de extrapolação habitual.

Com os dados obtidos na indexação dos padrões de difração ponto a ponto das áreas selecionadas e feitas as devidas modificações, utilizou-se o mesmo software para construção dos mapas de orientação. A partir desses, quantificou-se estatisticamente, por meio dos dados gerados com esses mapas, alguns parâmetros estruturais como tamanho de grãos, dimensão dos eixos maiores e menores dos cristais e razão axial dos grãos dos agregados, sob a forma de histogramas.

A orientação dos principais planos prismáticos (11-20), (10-10), (2-1-10), romboédricos (10-12), (10-11) e do plano basal (0001) da hematita, e os planos (111), (110), (101) e (100) da magnetita foram plotados sob a forma de figuras de pólo, geradas através do software PFch5.⁽⁸⁾ Essas figuras fornecem a relação de orientação dos planos cristalográficos do mineral analisado em relação aos eixos coordenados (X e Z) referenciados na amostra, permitindo assim uma correlação dos dados cristalográficos com o contexto estrutural da rocha. O MAD utilizado para a filtragem de dados foi de 1,3.

A determinação de tamanho de grãos (relativos às áreas de interseção do corte das seções transversais das amostras), tanto de hematita quanto de magnetita, e da razão axial foram feitas através do módulo Tango do pacote Channel 5, e os dados serão apresentados na forma de histogramas.

3 RESULTADOS

A seguir, serão expostos, separadamente, os diferentes aspectos analisados em cada amostra, para a obtenção de sua completa caracterização mineralógica, textural e microestrutural.

3.1 Caracterização Mineralógica

O primeiro procedimento realizado na caracterização das diferentes amostras foi realizar uma análise, através do uso da microscopia óptica de luz refletida, das proporções das diferentes fases minerais, no caso, hematita e magnetita. A Figura 2 ilustra algumas dessas amostras.

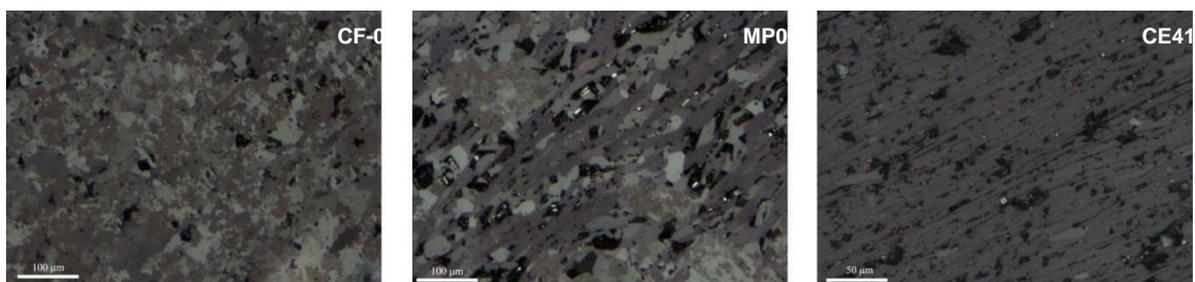


Figura 2: Fotomicrografias obtidas ao microscópio óptico, luz refletida. É possível observar, da esquerda para a direita (oeste para leste), a redução da proporção de cristais de magnetita em relação à hematita e aumento da proporção de cristais tabulares.

Comparando-se as amostras provenientes das diferentes localidades, pôde-se observar uma marcante redução na proporção de magnetita de oeste para leste, sendo que, nesse último domínio, há predominância de hematita. O mesmo efeito pode ser observado através da análise dos mapas de fases obtidos para tais amostras através da análise por EBSD.

3.2 Caracterização Textural

Através da análise por microscopia óptica, em um primeiro momento, e por EBSD, foi possível realizar uma completa caracterização textural das amostras. A amostragem foi realizada de forma a representar as características gerais do minério de cada região.

Os mapas de orientação obtidos para as diferentes localidades (Figura 3) ilustram perfeitamente os padrões morfológicos dos grãos, além da presença de alguma SPO. Já as figuras de pólo auxiliam na determinação das orientações dos principais planos cristalográficos, permitindo a determinação da existência ou não de alguma CPO (Figura 4).

Observa-se, através da análise dos mapas, que amostras provenientes do domínio oeste, constituídas originalmente de agregados granulares, sem foliação ou lineação de estiramento, apresentam grãos predominantemente equidimensionais na seção analisada, com SPO ausente ou fracamente desenvolvida (Figura 3, CF04). Também não é possível observar nenhuma CPO, o que pode ser deduzido através do padrão dispersivo dos pólos dos principais planos cristalográficos plotados nas figuras de pólo (Figura 4, CF04).

Os resultados obtidos para minérios oriundos da região central mostram a presença de cristais tabulares, apresentando alguma SPO, além de grãos levemente alongados, com hábito muitas vezes herdado da magnetita (Figura 3, CM29 e SS178). As figuras de pólo mostram orientação cristalográfica incipiente, com alguma concentração dos pólos dos planos cristalográficos principais ao longo das direções de referência das amostras (Figura 4, mesmas amostras).

Já no domínio leste, os cristais de hematita são tabulares a placóides, e apresentam forte SPO (Figura 3, CE41). Os contatos entre os grãos são retos, sendo que o maior seguimento, paralelo à direção de máxima extensão, define a forte SPO. As figuras de pólo mostram uma distribuição bem marcante dos pólos dos planos cristalográficos, que se apresentam fortemente concentrados em torno das principais direções de referência (Figura 4, CE41). Os pólos dos planos prismáticos se concentram em torno do plano de foliação, enquanto que os pólos dos planos basais se concentram em torno da normal a esse plano. Já os pólos dos planos romboédricos apresentam uma distribuição na forma de guirlanda em uma posição intermediária aos basais e prismáticos.

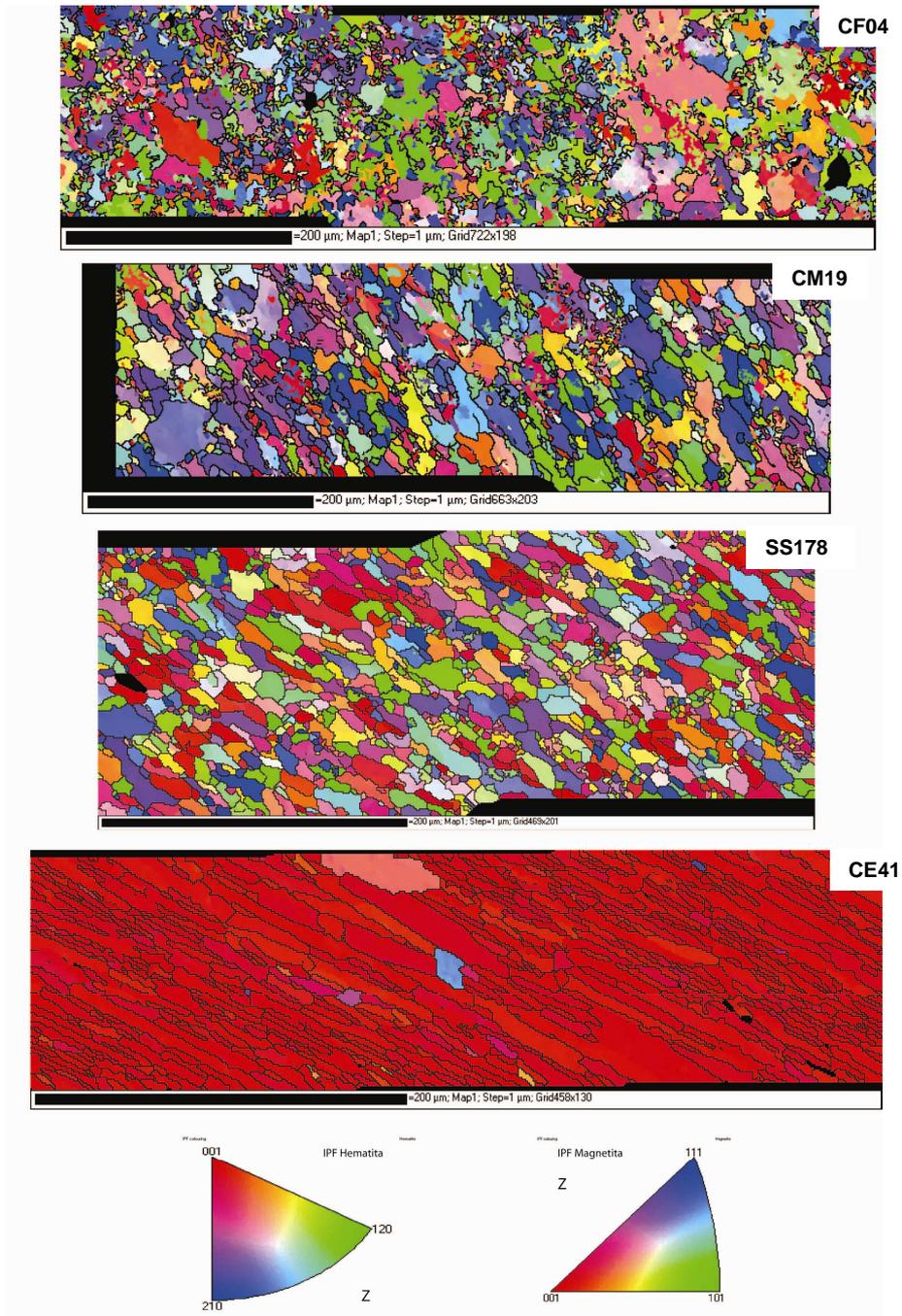
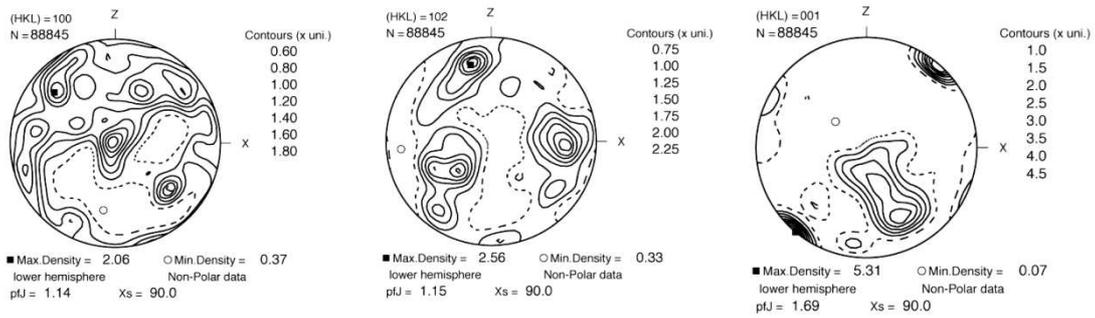
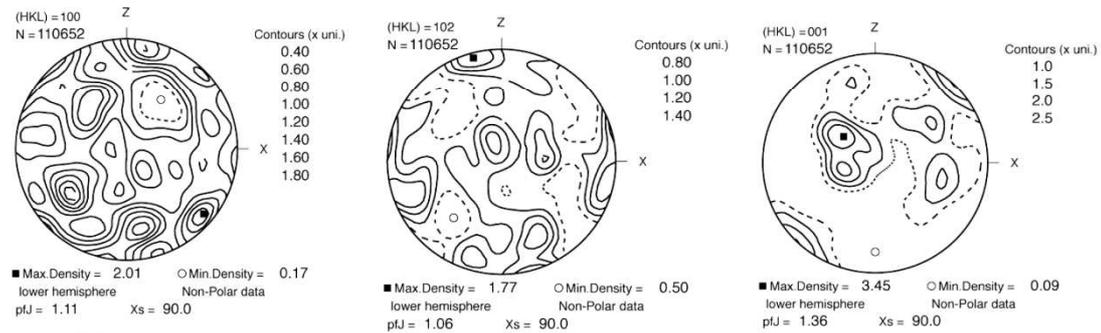


Figura 3: Mapas de orientação cristalográfica obtidos através do EBSD. Os mapas em IPF (inverse pole figures) mostram as orientações cristalográficas em relação ao sistema de referência da amostra. As legendas na porção inferior se referem às diferentes cores dispostas no mapa, de acordo com as diferentes orientações.

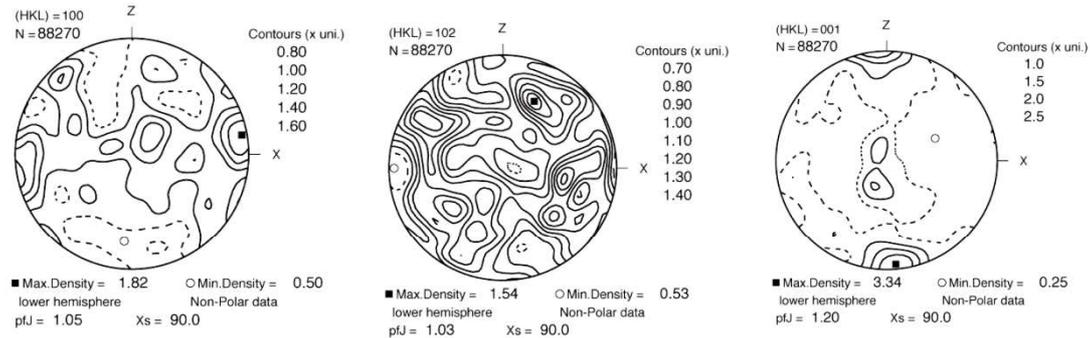
CF - 04



CM - 19



SS - 178



CE - 41

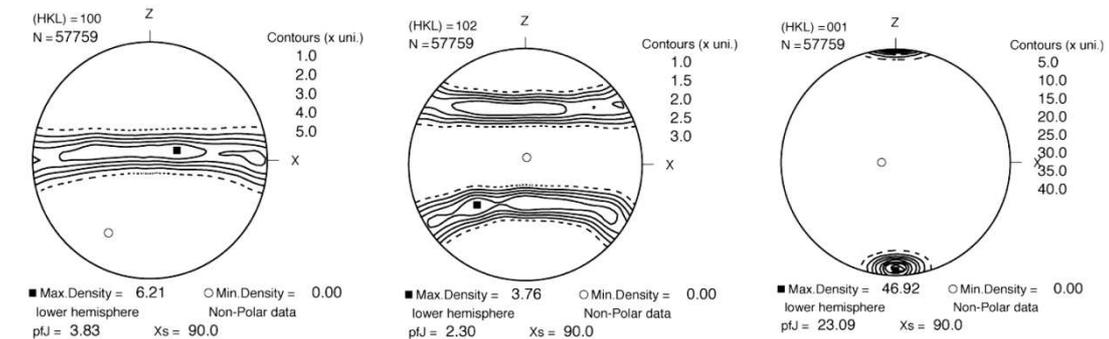


Figura 4: Figuras de pólo obtidas para os planos cristalográficos prismático (100), romboédrico (102) e basal (001) de algumas das amostras analisadas, de diferentes domínios. Essas foram calculadas através do programa PFch5,⁽⁸⁾ hemisfério inferior. Detalhes encontram-se no texto.

3.3 Tamanho de Grãos e Razões Axiais (Ra)

Comparando-se os histogramas obtidos para as amostras analisadas, não foi possível notar grandes discrepâncias quanto ao tamanho dos cristais nos diferentes

domínios analisados, sendo que os padrões de distribuição de freqüências em função do tamanho dos grãos em relação à sua área seccionada são bastante semelhantes. Uma marcante característica observada para o agregado hematítico do domínio leste foi o tamanho relativamente pequeno dos grãos, comparando-se com as outras regiões analisadas. Para a realização da análise ao EBSD obtendo-se resultados satisfatórios, foi utilizada uma magnificação igual a 750x para essa localidade, enquanto que a magnificação utilizada para as outras amostras foi de 500x (valores obtidos experimentalmente). Comparando-se os histogramas obtidos para os agregados hematíticos/magnetíticos, foi observado que os cristais de magnetita apresentam maior dimensão em relação aos de hematita para as seções X-Z observadas.

Apesar da inexistência de variações dos tamanhos dos grãos para os diferentes domínios, os padrões de distribuição dos valores de RA são diferentes para os diferentes domínios, refletindo as características morfológicas dos agregados de cada região. Para o domínio oeste, onde há predominância de cristais equidimensionais, a maior porcentagem de valores de RA encontra-se em torno do valor unitário. Em direção ao domínio leste, onde há aumento da proporção de cristais tabulares, os valores máximos das curvas de freqüência relativa tendem a se deslocar para a direita, indicando maior alongamento dos cristais (Figura 5).

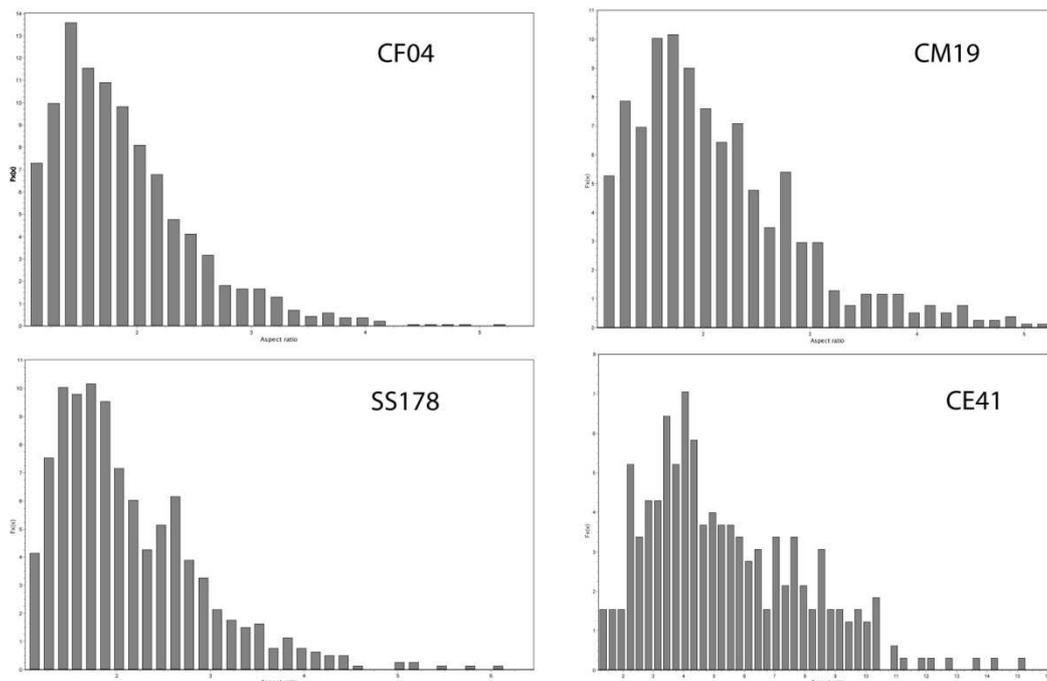


Figura 5: Histogramas Frequencia Relativa (%) x Razão Axial, representando os diferentes domínios tectono-metamórficos. Explicações encontram-se no texto.

4 DISCUSSÃO

Como descrito anteriormente, as características mineralógicas, microestruturais e texturais das diferentes amostras analisadas variam de acordo com seu posicionamento no QF, sendo reflexo da polaridade das condições deformacionais e metamórficas. Um estudo mais detalhado dessas características, principalmente no que se diz respeito à correlação dos dados microestruturais e de orientação cristalográfica, que refletem os sucessivos eventos deformacionais aos quais a região foi submetida, permitirá a interpretação dos mecanismos

deformacionais envolvidos. Os resultados apresentados nesse trabalho são preliminares, e ainda não permitem uma interpretação conclusiva acerca da influência das diferentes condições tectono-metamórficas nas características dos minérios, focando apenas na caracterização e descrição dos tipos de minério típicos de cada domínio deformacional.

5 CONCLUSÃO

A partir dos resultados preliminares obtidos nesse trabalho, através da caracterização microestrutural e das texturas cristalográficas dos agregados hematíticos/magnetíticos característicos dos diferentes domínios tectono/metamórficos do QF através da técnica EBSD, pôde-se concluir que esses apresentam características mineralógicas e morfológicas contrastantes, de acordo com a magnitude da deformação e grau metamórfico. No domínio oeste predominam hematita e magnetita granulares equidimensionais com fraca ou nenhuma CPO. Já no domínio leste, há o predomínio de hematitas tabulares e placóides apresentando CPO e SPO fortemente desenvolvidas. Os exemplares dos domínios centrais apresentam características intermediárias às dos domínios leste e oeste. Essas características refletem as condições deformacionais às quais o QF foi submetido, e serão de grande importância para uma futura interpretação dos mecanismos deformacionais aos quais a região foi submetida.

Agradecimentos

A CAPES, pelo fornecimento da bolsa de estudos.

REFERENCIAS

- 1 Dorr, J.N. 2nd. 1969. Physiographic, stratigraphic and structural development of the Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais. U.S. Geol. Surv. Prof. Pap., 641-A: 1-110.
- 2 Rosière, C.A., Quade, H., Brokmeier, H. G., Jansen, E. M., 2001. Microstructures, textures and deformation mechanisms in hematite. *Journal of Structural Geology* 23: 1429-1440.
- 3 Lagoeiro, L. 1998. Transformation of magnetite to hematite and its influence on the dissolution of iron oxide minerals. *Journal of Metamorphic Geology*, 16: 415-423.
- 4 Lagoeiro, L., 2002. Deformation mechanisms, crystallographic fabrics and rheology of quartz-iron oxide rocks. *Materials Science Forum*, 408-412: 1681-1686.
- 5 Lagoeiro, L., Hippertt, J., Lana, C., 2003. Deformation partitioning during folding and transposition of quartz layers. *Tectonophysics* 361: 171-186.
- 6 Morales, L.F.G.; Lagoeiro, L.E.; Endo, I. 2008a. Development of crystallographic fabric along folded polycrystalline hematite. *Journal of Structural Geology* (submetido).
- 7 Prior, D.J.; Boyle, A.P.; Brenker, F.; Cheadle, M.C.; Day, A.; Lopez, G.; Potts, G.J.; Reddy, S.; Spiess, R.; Timms, N.; Trimby, P.; Wheeler, J.; Zetterstrom, L. 1999. The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. *American Mineralogist*, 84: 1741-1759.
- 8 Mainprice, D., 2007. ftp://www.gm.univ-ontp2.fr/mainprice//CareWare_Unicef_Programs