

USO DE LA TÉCNICA DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO COMO HERRAMIENTA PARA EL ESTUDIO DE LIBERACIÓN DE MINERALES

M. Andara, M. Conde , G. Gómez, J.R. Rus Romero (*)

Fundación Instituto de Ingeniería, Centro de Tecnología de Materiales. Unidad de Procesos Metalúrgicos. Apartado Postal 40200, Caracas, 1040-A, Venezuela.

*Autor de correspondencia E-mail: jrus@fii.gob.ve, tlf: +58 212 9034652.

Recibido: Diciembre 2010. Aprobado: Mayo 2011.

Publicado: Mayo 2011.

RESUMEN

Cuando los componentes de una mena, el mineral de interés y la ganga, requieren ser separados por procesos físicos, es importante tener un grado correcto de liberación de los diferentes minerales entre sí, a fin de permitir la adecuada interacción de los mismos con los agentes físicos o químicos que permitan su extracción. Los estudios de liberación por microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) son indispensables para determinar las rutas de procesamiento de minerales, así como optimizar las mismas. En el presente trabajo se muestran varios estudios realizados, a fin de demostrar las aplicaciones de la microscopía electrónica de barrido, acoplado al análisis puntal por energía de dispersión de rayos X (EDS) en la determinación el grado de liberación de los componentes de diferentes menas y su uso en el diseño, control y optimización de procesos de extracción mineral.

Palabras claves: grado de liberación, minerales, mena, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido.

THE USE OF SCANNING ELECTRON MICROSCOPY AS A TOOL FOR MINERALS GRADE LIBERATION STUDIES.

ABSTRACT

When ore components, valuable and gangue minerals, require separation by means of physical processing, it is important to obtain a suitable liberation grade among such mineral species, which in turn will allow the adequate interaction of them with the physical and chemical agents for extraction. Liberation grade studies by mean of ore microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) are important for design of mineral processing flow sheets, as well as for optimization of processes. In this paper several studies performed are shown, to demonstrate the uses of the scanning electron microscopy (SEM) with energy dispersion spectroscopic (EDS) analysis to obtain the liberation degree of the minerals of an ore and its application for design, control and optimization in mineral processing.

Keywords: liberation grade, minerals, ore, optical microscopy, scanning electron microscopy.

INTRODUCCIÓN

La evaluación de la eficiencia de los procesos de beneficio mineral y la definición de la ruta de procesamiento se ha basado esencialmente en los resultados de los análisis químicos de los elementos de interés (composición química de la mena), si bien este es uno de los análisis principales e indispensables, no se puede limitar únicamente a éste [1]. Por lo tanto hay que considerar los actores principales de estos procesos como lo son las especies minerales presentes, tamaño de grano, su morfología, dimensiones y especialmente si se encuentran asociadas o no [2, 3]. Estas determinaciones solo pueden ser realizadas mediante estudios

microscópicos. Como definición se tiene que “El GRADO DE LIBERACION, es una expresión cuantitativa de la magnitud en que la molienda es capaz de obtener partículas minerales “libres”; su determinación solo es posible mediante la utilización de estudios microscópicos, y dado que es un parámetro de importancia decisiva tal determinación debe basarse en una metodología técnica y científicamente bien fundamentada” [1]. También se puede describir como el porcentaje de un mineral específico que existe en la forma de partículas libres, es decir, partículas que contienen sólo ese mineral. Las partículas están compuestas a su vez por los minerales de valor y de

ganga que se conocen como partículas no liberadas o asociadas (Figura 1). Gran parte de las dificultades que se experimentan en la separación de minerales radica en el tratamiento físico de estas partículas [4].

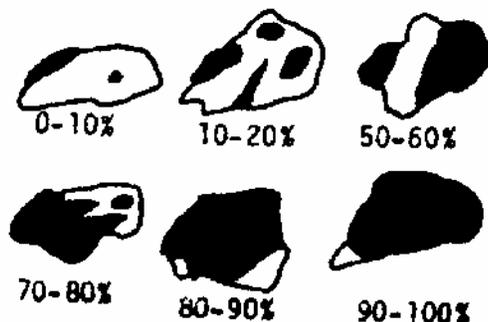


Fig. 1. Tenor de partículas libres y mixtas. (Petrus, W. *Applied Mineralogy in the Mining Industry*, Chapter 1, p13)

Las características minerales que deben ser investigadas en un estudio microscópico sobre minerales son:

- (1) Identificación de los minerales mayoritarios, minoritarios y trazas,
- (2) La composición de los minerales de importancia para el proceso de extracción,
- (3) La cantidad de estos minerales,
- (4) La distribución de tamaños de los granos y/o partículas, así como la textura de los minerales,
- (5) Grado de liberación de los minerales,
- (6) Capas cobertoras sobre las especies minerales de interés. [4]

El método tradicional para la determinación del grado de liberación a través del microscopio consiste en fragmentar previamente la muestra (trituration y molienda) y su clasificación según fracciones granulométricas predeterminadas y la observación macroscópica de cada una de dichas fracciones, durante el cual no solo se registra las partículas totalmente libres de las especies minerales presentes sino las diversas partículas mixtas en las cuales participa la determinación del grado de liberación de cada especie mineral [5].

Actualmente se utilizan técnicas de secciones pulidas para determinar el tamaño de partícula y el grado de liberación mediante microscopía óptica y/o microscopía electrónica de barrido (MEB). En ambos casos existen diversas técnicas que pueden resaltar la diferencia de contraste de las diferentes fases presentes (color, ángulo de extinción, birrefringencia en MO o escala de grises por BSE en MEB) y aplicar un análisis de imágenes mediante equipo automatizado [4, 5]. Un inconveniente importante de esta técnica es que el tamaño medido no es un tamaño verdadero, porque la cara pulida es un corte aleatorio que intercepta a la partícula en algún lugar situado entre el plano medio y el borde. Se han usado métodos teóricos y empíricos para correlacionar los tamaños aparentes con los reales.

En muestras representativas del mineral bajo estudio, en algunos casos se pueden encontrar dificultades para diferenciar las fases minerales mediante técnicas convencionales por microscopía óptica y electrónica de barrido (MEB), debido esencialmente al pequeño tamaño de las partículas y a la poca diferencia en el número atómico promedio (NAP) en dos minerales diferentes. Sin embargo, el análisis por MEB tiene dos ventajas, la primera es que tiene una profundidad de campo excepcionalmente amplia, lo que contribuye a que las partículas aparezcan en forma tridimensional. La segunda es la posibilidad de realizar el análisis elemental de las partículas mediante el dispositivo dispersión de energía de rayos X (EDS), de manera automatizada y evaluando una gran cantidad de partículas [5, 6]. Si a esto se agrega las ventajas de la microscopía correlativa, se pueden obtener soluciones completas al problema de caracterización.

El objetivo de este trabajo es mostrar varios estudios realizados en la liberación de diferentes minerales a través de la técnica de microscopía electrónica de barrido, asociado al análisis espectral por EDS, conteo y dimensionamiento de partículas en menas nacionales

tales como muestras de veta aurífera, mineral de hierro, laterita ferruginosa y roca fosfática.

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Las observaciones con microscopía electrónica, se llevaron a cabo sobre cuatro muestras diferentes de menas, a saber: veta aurífera, mineral de hierro, de fosfatos y lateritas ferruginosas, todas provenientes de yacimientos de Venezuela. Dichas muestras fueron sometidas a trituración en trituradoras de mandíbulas (1,25 cm), posteriormente homogeneizadas y cuarteadas para la toma de las submuestras para observación. El material seleccionado, fue sometido a secada a 110 °C por 24 horas, desbastadas en bandas abrasivas de carburo de silicio y posteriormente pulidas en paños con pasta de diamante, hasta la obtención de una superficie especular. Finalmente, las muestras fueron recubiertas con carbón y observadas por medio de electrones retrodispersados o “BSE”.

Los equipos utilizados son un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), marca Philips, modelo SEM 505, acoplado con espectrofotómetro de dispersión de energía de rayos X (EDS) INCA OXFORD, modelo 6801 con filamento de emisión de campo tungsteno (menas auríferas, de hierro y fosfáticas) y un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), marca Philips, modelo XL30 con filamento de tungsteno, acoplado con un espectrómetro EDAX, modelo DX4 con ventana ultradelgada (UTW) con capacidad de detección de elementos químicos a partir del Boro (lateritas ferruginosas). Los análisis puntuales por EDS se realizaron a 20 Kv y 40 nA.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Menas Auríferas

En las menas de oro bajo estudio se encontraron distribuciones de tamaños bimodales, esto es oro fino entre 10 y 40 μm , laminar, asociado a minerales como la

sericita (figura 2a) y en otros casos con tamaños de hasta 250 μm , de forma subredondeadas, asociado al cuarzo (figura2b). Los análisis químicos puntuales de las figuras 2a y 2b se presentan en la tabla 1.

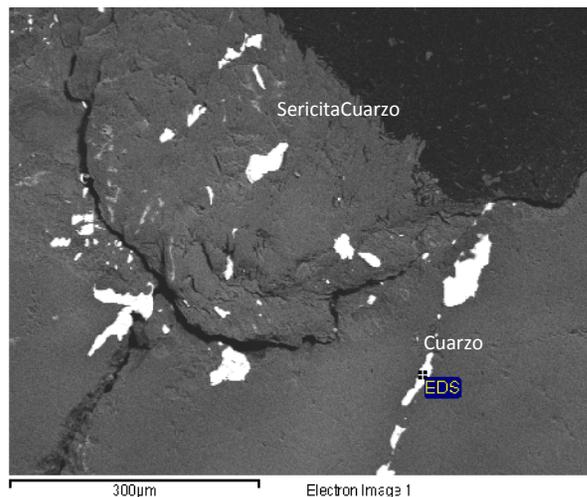


Fig. 2a. Veta aurífera. Oro medio y fino asociado ganga de mica sericita.

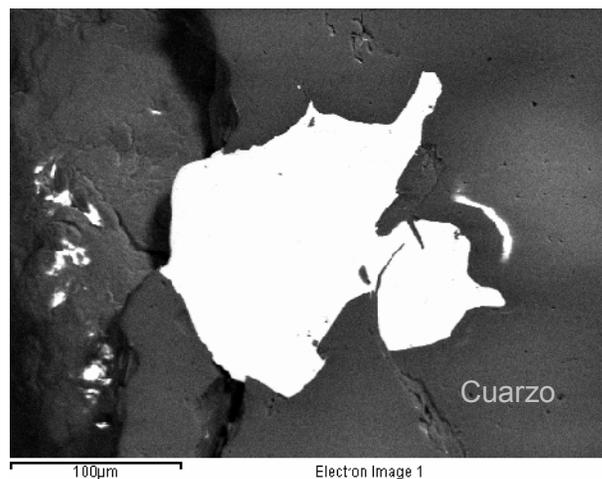


Fig. 2b. Veta aurífera. Oro grueso asociado a la ganga de cuarzo.

Tabla 1. Resultados de los análisis por EDX de la veta aurífera (figuras 2a y 2b).

Spectrum processing : Figura 2a
 No peaks omitted
 Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 3
 Standard :
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ag Ag 1-Jun-1999 12:00 AM
 Au Au 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	14.46	63.46
Al K	1.75	4.55
Ag L	7.17	4.67
Au M	76.63	27.32
Totals	100.00	

Spectrum processing : Figura 2b
 No peaks omitted
 Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

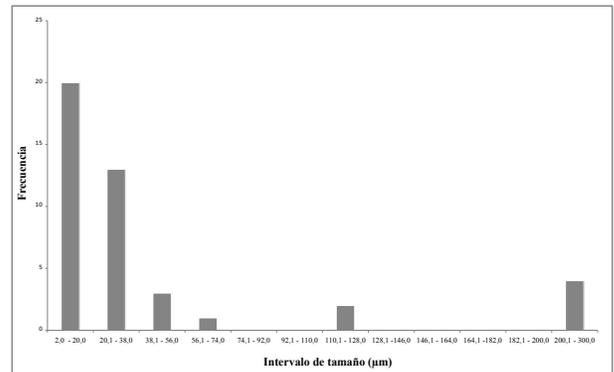
Standard :
 Ag Ag 1-Jun-1999 12:00 AM
 Au Au 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
Ag L	5.64	9.83
Au M	94.36	90.17
Totals	100.00	

La distribución de los tamaños de partículas de oro encontradas en las muestras caracterizadas se presenta en la Figura 3, bajo la forma de histograma. Del conteo de partículas (73) se tiene que el tamaño promedio estadístico es de 33 μm , donde el mayor número de partículas están en el rango de 20 a 38 μm . Este histograma presenta una distribución sesgada a la izquierda y simetría hacia la derecha (200 μm), pero de menor frecuencia, lo cual confirma la distribución bimodal de la veta aurífera.

En este caso se propone una molienda diferencial, esto es molienda a tamaños alrededor de 250 a 300 μm (48 a 60 Tyler) seguido de clasificación para separar la fracción que contiene al oro grueso seguido de concentración gravimétrica. El resto de la mena continuaría en molienda hasta el tamaño promedio de liberación (38 μm). Ambos productos serían sometidos a procesos de cianuración, una intensiva y otra convencional o con

carbón activado, a fin de aprovechar completamente el recurso aurífero.

**Fig. 3.** Histograma de distribución de partículas de oro.

Menas de hierro

En las figuras 4a y 4b, se presenta un ejemplo de menas de lateritas ferruginosas donde se encuentra hematita, goethita y cuarzo, diferenciadas por su contraste de grises. La mena de carácter sedimentario, presenta la hematita (H) de forma oolítica, con tamaño de aproximadamente 1.500 μm , con partículas de cuarzo de alrededor de 15 a 25 μm , rodeada de un cemento de goethita (G) que también contiene granos subredondeados de cuarzo de 200 μm . La figura 4b muestra un detalle de la hematita que presenta microtubos entre 5 y 30 μm en tamaño, lo que sugiere la presencia de invertebrados durante la formación secundaria del mineral. Esta distribución indica que una separación a 1,5 mm permitirá la obtención de un concentrado, pero que inevitablemente contendrá cuarzo, dado el tamaño de liberación y asociaciones minerales del mismo.

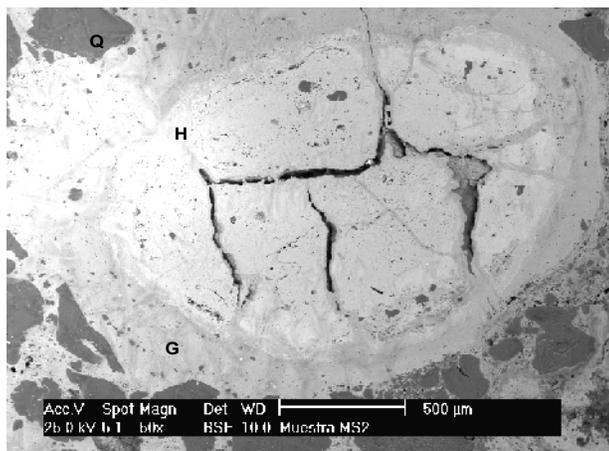


Fig. 4a. Laterita ferruginosa, de origen sedimentario. Oolito de hematita (H), rodeado de goethita (G)

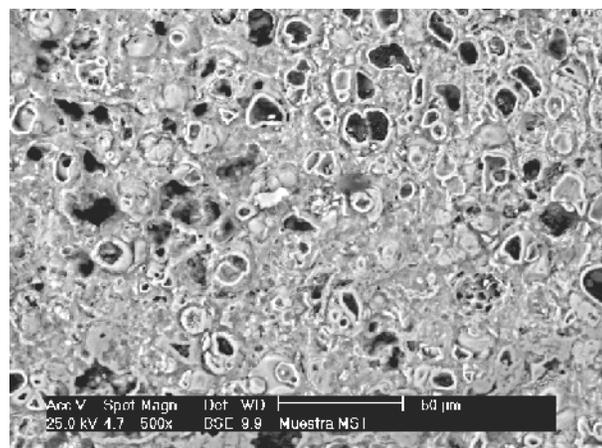


Fig. 4b. Detalle foto anterior. Mineral hematítico secundario depositado en estructuras de origen animal o vegetal

similitud de NAP de ambas especies. En el caso de la goethita, es posible evidenciar la diferencia en vista que el NAP de este mineral es cerca de tres unidades menor. En la tabla 2, se presentan los números atómicos promedio de los minerales de hierro observados.

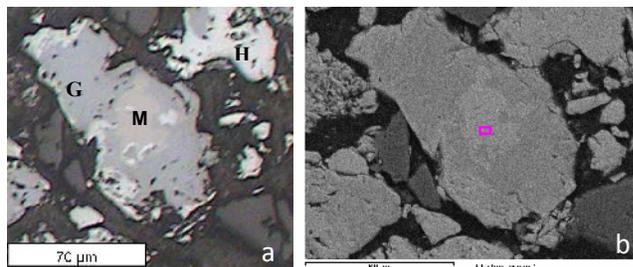


Fig. 5. Mena de hierro. (a) Imagen por microscopía óptica (b) Imagen correspondiente de electrones retrodispersados. (M=magnetita; G=goethita; H= Hematita)

Tabla 2. Valores del número atómico promedio (NAP) de minerales de hierro

Especie mineral	Número atómico promedio (NAP)
Magnetita	21
Hematita	20,6
Goethita	17,5

(Tomado de Petrus, W. Applied Mineralogy in the Mining Industry, Chapter 2, p32)

La diferenciación se realizó por medio microscopía correlativa, así como de análisis por EDS que muestra pequeñas, pero apreciables diferencias composicionales. Para este caso sería fácil la liberación de las especies de hierro de la ganga de cuarzo, con una molienda alrededor de 200 µm y posterior separación magnética, sin embargo no se pueden separar las especies de hierro, pues se encontró que las partículas de hematita, tienen ocluidas granos de magnetita y goethita, y se requerirá un molienda fina (alrededor de 35 µm) y posterior concentración magnética a fin de lograr una liberación de las tres especies (caso de concentrado de hematita).

En la figura 5, se muestra otro ejemplo de una mena de hierro, donde se aplicó microscopía correlativa a fin de caracterizar completamente las especies minerales presentes.

En el caso de la imagen por microscopía óptica (Figura 5a) y la correspondiente de electrones retrodispersados (Figura 5b), se puede diferenciar la goethita (G) de la magnetita (M) y hematita (H) por color bajo luz polarizada (nicoses cruzados); para el caso de la microscopía electrónica la diferenciación se basa en la escala de grises de los BSE, sin embargo la diferencia entre magnetita y hematita es casi imperceptible dada la

Menas de roca fosfática

En este caso se presenta la imagen correspondiente a de una muestra de roca fosfática, figura 6 y el correspondiente análisis por EDS en la tabla 3. De la imagen se observa la morfología típica de pellets y oolitos para el apatito y fluoroapatito, con tamaños que varían entre 150 a 220 µm y hasta 800 micrones (observado en otros campos). También se detecta que dichos pellets contienen otros minerales accesorios tales como cuarzo fino y yeso (determinado por resultados EDS), así como las formas subangulares del cuarzo.

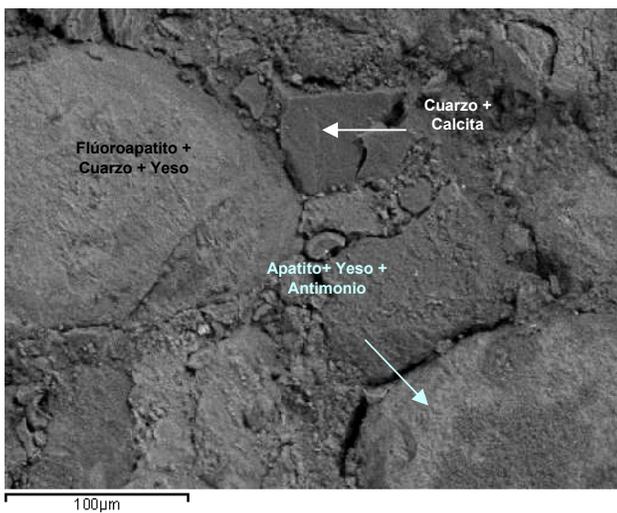


Fig. 6. Roca fosfática de origen sedimentario. Imagen por electrones retrodispersados (BSE).

Spectrum processing :
 No peaks omitted
 Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 4
 Standard :
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 P GaP 1-Jun-1999 12:00 AM
 S FeS2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ca Wollastonite 1-Jun-1999 12:00 AM
 Sb Sb 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	47.49	68.03
Al K	0.51	0.43
Si K	2.88	2.35
P K	14.06	10.40
S K	0.65	0.46
Ca K	30.87	17.65
Sb L	3.54	0.67
Totals	100.00	

Tabla 3. Resultados de los análisis por EDX de la muestra de roca fosfática (figura 6).

De la tabla 3, se tiene que el elemento antimonio fue detectado en la región más brillante de un pellet de apatito, aunque es posible que este resultado sea un interferencia espectral proveniente de calcio. Por otra parte, en la literatura [7] se encuentra que este elemento es reportado como traza, junto a otros metales tales como uranio, cadmio, plomo, cobre, vanadio y en yacimientos sedimentarios como el Permian Phosphoria Formation. Dado este resultado, se estima conveniente realizar análisis químicos cuantitativos a los fines de confirmar o descartar el resultado obtenido por MEB-EDS.

En este caso el tamaño práctico de liberación serían 200 µm, lo cual implica una molienda diferencial para esta malla y posterior separación vía clasificación, pero sin poder eliminar probablemente otros elementos como el Sb. La ganga de cuarzo estaría asociada al cemento arcilloso y liberaría aproximadamente a 80 µm, después del apatito. Dada las características del cemento interpartículas, las dimensiones de los pellets y oolitos de apatito y fluoroapatito y el tamaño del cuarzo, se estima que por medio de molienda por atrición en húmedo podría lograrse la separación de las partículas de fosfato y ganga.

CONCLUSIONES

La microscopía electrónica de barrido permite no solo conocer la morfología y tamaño práctico de liberación de las especies minerales presentes en una MENA, sino que estos resultados permiten inferir en los métodos de tratamiento físico-químico del recurso, molienda diferencial o de atrición, concentración gravimétrica o magnética, cianuración intensiva o convencional, así como realizar mineralogía vía EDS del mineral de interés y de la ganga, asociaciones y conocer la presencia de elementos contaminantes del producto (concentrado) final.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al TSU Henry del Castillo por sus aportes en la preparación de muestras, así como a instituciones y empresas tales como INGEOMIN, PEQUIVEN, CVG FERROMINERA DEL ORINOCO Y GRANZÓN MENITO que solicitaron los trabajos de investigación reportados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Universidad del Centro del Perú, Huancayo. *Microscopia óptica y sus aplicaciones en metalurgia. La determinación del grado de liberación mineralógica.* Curso Ingeniería Metalúrgica. [Documento en línea] Disponible:<http://www.monografias.com/trabajos-pdf2/determinacion-grado-liberacion-mineralogica/determinacion-grado-liberacion-mineralogica>. [Consulta: 2010, Noviembre]
- [2] Gasparrini C. (1983) “The Mineralogy of Gold and its Significance in Metal Extraction”, *CIM Bulletin*, 76: 144-153.
- [3] Richard D Hagni. (1978) “Ore microscopy applied to beneficiation” *Technical Papers Mining Engineering*, July-Dec XXX: 1437-1447.
- [4] W. Petruk (2000) *Applied Mineralogy in the Mining Industry*, First Edition, ELSEIVER. Ottawa, Canada, pp. 2.
- [5] Veiga, M. (1989) “Caracterização tecnológica de mineiros de ouro”. *Brasil Mineral*, (72):124-136.
- [6] Yin, G. (2003) “Automated scanning electron microscope based mineral liberation analysis. An introduction to JKMC/FEI mineral liberation analyzer”. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 2(1): 33-41.
- [7] Maurice Slansky, (1986) *Geology of sedimentary Phosphates*. Bureau de Recherches Géologiques et Minières. North Oxford Academic,. English Translation. Great Britain, pp. 73-74.