

# Virtuelle Fraktionierung bei der Mineral Liberation Analysis (MLA) von Yttriumerzen

R. Gerhard Merker, Gemünden\*

Yttrium (Y) gehörte während der letzten Jahre zu den sogenannten „Kritischen Seltenen Erden“ (CREE). Erze der Seltene Erden (REE), die reich sind an CREE, bleiben wahrscheinlich auch nach dem Abflauen des REE-hypes im Fokus des Interesses.

Bei Aufbereitungsuntersuchungen an Flotationsbergen mit relativ komplizierter Mineralogie, die Y-Minerale in geringer Konzentration enthalten, wurde die Mineral Liberation Analysis (MLA) genutzt, um auf der Basis von Korngrößenfraktionen mineralogische Charakteristika für eine Aufbereitung des Y-Minerals Xenotym herauszuarbeiten.

Dabei wurden Korngrößenfraktionen sowohl durch herkömmliche mechanischen Siebung („reale Siebung“ oder „real screening“) als auch durch virtuelle Siebung der ungesiebten Aufgabeproben mittels entsprechender MLA-Softwarefilter („virtual screening“) hergestellt und vergleichend untersucht.

Das Herangehen mittels „virtueller Fraktionierung“ („virtual-sizing-approach“) ist dabei geprägt durch eine einfachere Probenvorbereitung und beträchtlich geringere Untersuchungskosten, wenn eine korngrößenabhängige Untersuchung gewünscht ist. Dies gilt besonders für sehr fein verwachsene Erze im Körnungsreich unter 25 µ.

Allerdings ist die praktische Nutzung dieser vereinfachten Arbeitsweise in der Literatur teils umstritten hinsichtlich der Vertrauenswürdigkeit der Ergebnisse.

Im Ergebnis der Untersuchungen zeigte sich, dass der Repräsentativität der Proben, der Genauigkeit der Probenvorbereitung und einer statistisch ausreichenden Anzahl an ausgezählten Partikeln entscheidende Bedeutung zukommt. Wenn alle notwendigen Voraussetzungen gegeben sind, kann man auch von virtuell erzeugten Fraktionen zuverlässige Trends für Modale Mineralogie, Aufschluss und Korngrößenverteilung (PSD) ablesen.

Der Autor ermutigt alle Aufbereiter und Mineralogen dazu, die virtuelle Fraktionierung zu benutzen. Er schlägt praktische Maßnahmen vor, die Zuverlässigkeit der MLA-Ergebnisse zu verbessern, widersprüchliche Ergebnisse zu erkennen und ihnen vorzubeugen, und Probleme bei der Bewertung zu reduzieren wenn diese auftreten.

## Schlagworte

Seltene Erden, Automatisierte Mineralogie, Xenotym, Aufbereitung von Yttriumerz, Virtuelle Siebfractionen, Partikelstatistik, Entmischung.

## Einleitung

Der Begriff **Seltene Erden** (REE) umfasst die chemischen Elemente der Gruppe der Lanthanide unter Einbeziehung von Yttrium und meist auch Scandium. Der Markt der REE und ihrer Verbindungen wird seit Jahren beherrscht durch den Marktführer China, das mit ca. 90 % der Weltproduktion den Preistrend diktiert.

Der letzte REE-Hype der Jahre 2011/12 ist vorüber und viele Erkundungsprojekte aus dieser Zeit sind auf Eis gelegt bzw. gestoppt. Nur eine kleine Gruppe von knappen REE, die einige Zeit als „**Kritische Seltene Erden**“ (CREE) bezeichnet wurden, konnte ein erhöhtes Preisniveau halten. Im Jahr 2014 umfassten die CREE die Metalle Nd, Eu, Tb, Dy und Y (Bogner 2014). Die Bewegung des REE-Marktes kann diese Definition jedoch laufend verändern.

Neuerdings werden z. B. die am meisten gesuchten REE zur Gruppe der MF-REE (Magnet feed REE = Nd+Pr+Dy+Tb) zusammengefasst (Smith 2017).

REE-Erze welche erhöhte Gehalte an CREE enthalten sollten jedoch auch weiterhin von Interesse für die Rohstoffindustrie bleiben, insbesondere dann, wenn die

REE-Mineralien als Nebenprodukt einer ohnehin laufenden Anlage anfallen.

Die Entwicklung der sogenannte „automated mineralogy“ startete in den 1970er Jahren (Petruck, 2000). Seit dieser Zeit wurden leistungsstarke Analysemaschinen entwickelt, die in der Lage sind, bis zu einige 100.000 Mineralpartikel pro Dünnschliff auszuzählen und zu bewerten. Diese Analysatoren bestehen im Prinzip aus einem Elektronenmikroskop (SEM) mit „angeflanschter“, energiedispersiver Röntgen-Fluoreszenz-Analytik (EDS) und/oder einer Mikrosonde.

Bekannte Handelsmarken solcher Analysatoren mitsamt Auswertesoftware sind QuemScan und MLA (von FEI), RoqSCAN (Zeiss), INCAMineral (Oxford Instr.), IMA (Tescan) etc.

Die **automatisierte Mineralogie** ist heute weltweit ein mächtiges Instrument in der Hand der Geologen, Mineralogen, Aufbereiter und Metallurgen sowie aller anderen Bearbeiter, die an aufbereitungstechnischen Problemstellungen in der Mineralindustrie arbeiten. Dem Autor sind Anwendungsfälle bekannt für Erze der Buntmetalle (Pb, Zn, Cu, etc.), Edelmetalle (PGM, Au, Ag) und Seltene Metalle (REE+Y, Nb/Ta, Sn/W, Li etc.), aber auch für Industriemineralien (Fluorit, Baryt, Feldspat, Apatit, etc.), Kohle, Aufbereitungsrückstände und sogar Recyclingprodukte.

Eine „umfassende mineralogische Charakterisierung löst die meisten Aufbereitungsprobleme“ (Petruck, 2000) aufbauend auf Daten, welche jenseits der herkömmlichen chemischen Analytik liegen und mannigfaltige Informationen über Mineralgehalt, Verwachsung, geochemische Elementverteilung, Schadstoffverteilung, freie und verunreinigte Oberflächen etc. liefern. Diese Art von Information schließt oft eine korngrößenabhängige Trend-Analyse von Prozessen und Produkten ein, welche auf der Basis von fraktionierten Rohstoffproben erfolgt.

Dazu notwendige Untersuchungen auf Basis von Partikelfraktionen können in der heutigen Zeit bequem und zuverlässig mittels automatisierter Mineralogie, z. B. unter Anwendung der MLA (Mineral Liberation Analysis) durchgeführt werden. Insbesondere bei Aufbereitungsuntersuchungen an fein verwachsenen und armen Erzen ist die notwendige Herstellung der entsprechenden Kornfraktionen durch mechanische Siebung im Bereich von 5 bis 20 µ allerdings keine einfache Routinearbeit.

\* R. Gerhard Merker  
Aufbereitungingenieur  
Merker Mineral Processing  
Mineralische Rohstoffe, Beratung, Aufbereitung,  
Recycling, Projekt-Management  
Örtenröder Str. 21  
35329 Gemünden (Elpenrod)  
Tel.: +49 6634/9188560  
Mobil geschäftl.: +49 173/5355 828  
E-Mail: merker@merker-mineral-processing.de  
Internet: www.merker-mineral-processing.de

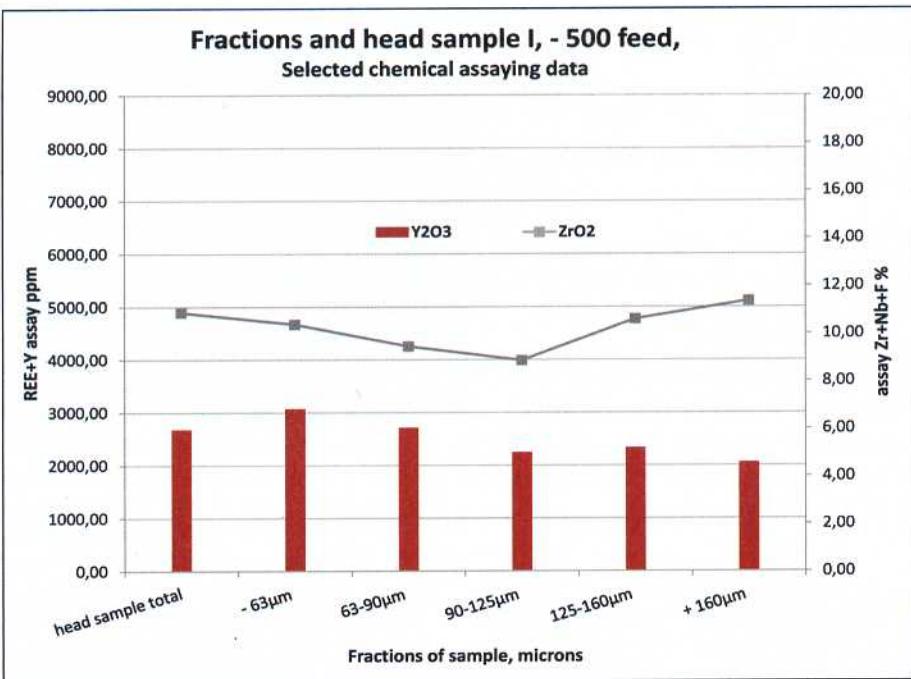


Bild 1: Yttrium- u. Zirkongehalt der Probe „-500 feed“, Ausgangsprobe und reale Fraktionen

Man stößt dabei z.B. auf Probleme wie leicht reißende Siebdrähte und muss einen hohen Zeitaufwand in Kauf nehmen, um genügend Material für polierte Dünnschliffe jeder einzelnen Fraktion herzustellen. Aufbereitungingenieure und Mineralogen haben daher nach einem vereinfachten Verfahren gesucht, welches die erheblichen Kosten einspart, die bei Herstellung und Untersuchung einer Vielzahl von Fraktionen pro Probe entstehen. Dabei werden durch Anwendung von Softwarefiltern auf ungesiebte Ausgangsproben Daten für „virtuelle Siebfractionen“ erzeugt und ausgewertet.

Dieses vereinfachte, „virtuelle“ Herangehen ist allerdings nicht unumstritten. Petruk (2000) schlussfolgerte, dass eine Untersuchung virtueller Siebfractionen ungesiebter Proben „nicht so genau wäre wie eine solche auf Basis von tatsächlich mechanisch erzeugten Siebfractionen, aber wohl ausreichend gut sei für Routineanalysen von Aufbereitungsproblemen“. (Greet, 2013), der an einem Golderz arbeitete, empfahl dagegen, keine virtuelle Fraktionsierung anzuwenden, da dieser Weg verfälschte Aufschlussdaten liefern könnte, die zur Auslegung überdimensionierter Mahlstufen führen würden. Eine zeitnahe

Studie von Lastra und Petruk (2014) zeigte wiederum, dass ungesiebte Ausgangsproben durchaus für vergleichende Analysen an Aufbereitungsknotenpunkten genutzt werden können.

In diesem Artikel beabsichtigt der Autor, durch Gegenüberstellung von Ergebnissen vergleichender Untersuchungen, die zu erwartenden Differenzen zwischen mineralogischen Ergebnissen nach „realer Siebung“ durch mechanische Siebfaktionsierung (real screening) und „virtueller Siebung“ durch MLA-Softwarefilter (virtual screening) für den speziellen Fall eines armen Yttrium-Erzes herauszuarbeiten.

Aus den dargelegten Ergebnissen sollen eigene Schlussfolgerungen gezogen werden hinsichtlich Zuverlässigkeit und Anwendbarkeit der „virtuellen Siebung“ für ungesiebtes Probenmaterial als ein einfacherer Weg der mineralogischen Untersuchung an Partikelfractionen.

Ausgewählte Probleme dieses kosten-sparenden Herangehens, die möglicherweise auftauchen, werden herausgestellt und praktische Empfehlungen für Erkennen, Bewerten, Beheben und Vermeiden von widersprüchlichen Ergebnissen werden vorgeschlagen.

## Methodik

Für die notwendigen Tests wurden geringhaltige Aufbereitungsabgänge mit einem absoluten Gehalt von 0,2 bis 0,3 % Y2O3 genutzt, die einen beträchtlichen Anteil an Yttrium (Y) von etwa einem Drittel an den gesamten Seltene Erden Elementen (TREE) enthalten (Bild 1). Die Mineralogie des Erzes wird charakterisiert durch Xenotym (Xtm) und Y-Fluorit als Wertmineralien, die vor allem von verschiedenen Silikaten wie Quarz und Zirkon als Gangart begleitet werden.

Eine Vorstellung des Untersuchungsablaufes zeigt das Fließbild in Bild 2. Zunächst wurden zwei ungesiebte Ausgangsproben durch Probeteilung hergestellt. Die erste war das Originalmaterial der für Aufbereitungstests verwendeten Flotationsabgänge (genannt „-500 feed“). Die zweite war eine Grobfraktion + 125 µ des Originalmaterials, welche durch trockene Mahlung in einer Siebkugelmühle weiter zerkleinert worden war und als „+125 regrind“ bezeichnet wird. Eine weitere repräsentative Teilprobe beider Ausgangsproben wurde nachfolgend mechanisch auf Sieben klassiert.

Von beiden Ausgangsproben wurden jeweils sowohl die mechanisch hergestellten Siebfractionen („reale Fraktionen“) als auch das ungesiebte Ausgangsmaterial für die Herstellung von polierten Dünnschliffen aus Körnerpräparaten für eine nachfolgende MLA-Untersuchung eingesetzt.

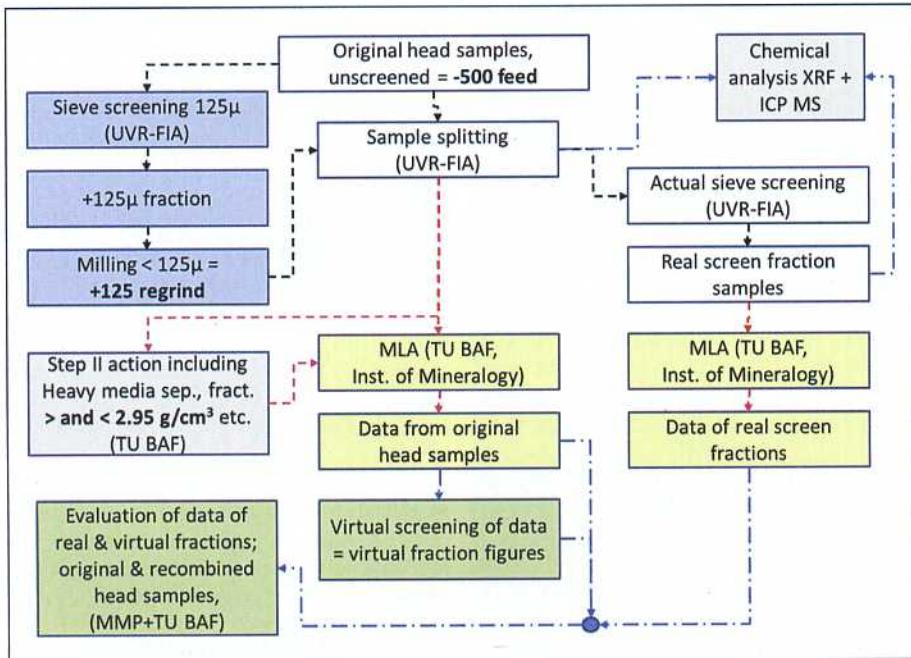


Bild 2: Fließbild der Probenvorbereitung und Untersuchung, Arbeitsstufen I und II

Zunächst wurde eine vergleichende Bewertung der MLA-Daten der mechanisch gesiebten realen Fraktionen (real fractions) mit den virtuellen Fraktionen (virtual fractions) der ungesiebten Ausgangsproben mit Fokus auf dem Y-Mineral Xenotym durchgeführt.

Nach der ersten Arbeitsstufe wurden bei dieser Bewertung teils folgende Schwierigkeiten festgestellt:

- Statistisch unsichere Auswertung durch zu wenige Xenotym-Partikel in den virtuellen Korngrößenfraktionen der ungesiebten Ausgangsproben einerseits und
- Offensichtliche Abweichungen zwischen den Resultaten der realen und virtuellen Fraktionen andererseits.

Es wurde daher eine zweite Arbeitsstufe entworfen und durchgeführt, um die Ursachen der scheinbar verfälschten bzw. unsicheren Resultate heraus zu finden. Diese Arbeiten umfassten folgende Maßnahmen:

- Dichtesortierung mit Schwerflüssigkeit an der Probe „-500 feed“ und getrennte MLA-Messung sowohl der Leicht- als auch der Schwerfraktion, um eine verbesserte Statistik für Xenotym durch einen vergrößerten Partikelpool zu erreichen.
- Ein zweiter, tiefergehender Anschliff („second cut“) auf dem ersten Dünnenschliff („first cut“) der Ausgangsprobe „+125 regrid“, um zu überprüfen, ob die festgestellten Abweichungen durch eine Entmischung der Mineralien gemäß ihrer Dichte bzw. Korngröße im Harzbett während der Probenpräparation für die MLA verursacht wurden und,
- Eine Wiederholung der Präparation und MLA-Messung an beiden Ausgangsproben, um zu prüfen, ob irgendwelche Abweichungen durch Probeteilungsfehler hervorgerufen wurden (insbesondere bei der Probe „+125 regrid“).

Die Schwerflüssigkeits-Separation wurde am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik der TU Bergakademie Freiberg mit Na-Polywolframat bei einer Dichte von  $2.95 \text{ g/cm}^3$  durchgeführt. Alle mechanischen Siebarbeiten erfolgten bei UVR-FIA GmbH Freiberg auf einer Retsch AS-200 Rotap-Siebmaschine mit DIN-Sieben der Maschenweiten 32; 63; 90; 125 und  $160 \mu\text{m}$ .

Alle hergestellten polierten Epoxidharzblöcke mit den Körnern der Siebfractionen bzw. der ungesiebten Ausgangsproben waren Gegenstand einer MLA-Messung im Geometallurgie-Labor des Institutes für Mineralogie der TU Bergakademie Freiberg (TU BAF). Als Software wurde die MLA-Suite 2.907 von FEI mit einem Standard-Datensatz für die EDX-Spektren genutzt. Die Zuordnung der EDX-Spektren zu Mineralien erfolgte mit Hilfe den Datenbanklisten von Minldent, Webmineral und IMA sowie eigener EDX Analysen.

An Ausgangsproben und realen Siebfractionen wurden chemische Analysen mittels XRF und ICP-MS durchgeführt, um den Gehalt an Seltenen Erden (REE) und Yttrium (Y) etc. zu bestimmen.

## Ergebnisse und Diskussion

Nachfolgend werden ausgewählte Zwischenresultate der ersten Arbeitsstufe zusammen mit den Ergebnissen der zweiten Stufe dargestellt, welche die Untersuchungen mittels Schwerflüssigkeits-Vorsortierung der Ausgangsprobe „-500 feed“, einen zweiten Anschliff des ersten Dünnenschliffes von „+125 regrid“ und eine Wiederholung der kompletten Probenvorbereitung und MLA-Messung an neuen Teilproben beider ungesiebten Ausgangsproben enthält (vergleiche dazu Kapitel Methodik).

Dabei werden widersprüchliche und voneinander abweichende Ergebnisse, so weit sie auftreten, auf Kosten von sonstigen, konfliktfreien Daten in den Vordergrund gestellt. Untersuchungen, die durchgeführt wurden, um Bewertungsprobleme zu erkennen und zu lösen werden ebenfalls bevorzugt ausgewertet.

### Unzureichende Xenotym-Partikel-Pools bei Probe „-500 feed“

Aus den Ergebnissen der Arbeitsstufe I an der ersten Ausgangsprobe „-500 feed“ konnte eine ziemlich gute Übereinstimmung hinsichtlich der Werte für Mineralogie und Korngrößenverteilung (PSD) nach realer und virtueller Siebung festgestellt werden (Bild 3). Eine geringe Differenz wurde beim Vergleich der virtuellen („virtual“) PSD-Kurve mit derjenigen der realen Siebfractionen von tatsächlich gesiebten

Proben (real screening) gefunden. Die PSD der realen Fraktionen und die mittels Rekombination aus den Dichtesortierprodukten errechnete zeigten sogar eine sehr gute Übereinstimmung.

Geringe Verschiebungen dieser Größenordnung mit anscheinend mehr Feinkorn bei der PSD der virtuellen Siebung sind vermutlich auf die so genannte PSD-Unterschätzung (PSD-underestimation gemäß *Mermilliod-Blondin*, 2016) bei Verwendung virtueller Fraktionen zurückzuführen. Die Lücke zwischen den Kurven könnte wahrscheinlich durch eine stereologische Transformation geschlossen werden.

Bei der Auswertung der Aufschlusscharakteristik traten dagegen statistische Probleme bei den virtuellen Fraktionen auf, die im Fall von Xenotym, welches mit einem Gehalt von maximal nur etwa 0,7 Massen-% enthalten war, offenbar durch eine zu geringe Anzahl an auswertbaren Mineral-Partikeln verursacht wurden.

Im Bild 4 wird dieses Problem der „niedrigen Partikelzahlen“ dargestellt. Es zeigt einen Überblick der Partikelzahlen von Xenotym für alle untersuchten Proben und Fraktionen im Vergleich mit einer statistisch vorgegebenen Mindest-Partikelanzahl N, die in diesem Fall 25 beträgt. Diese Zahl N errechnet sich auf der Basis der folgenden Gleichung, die von *Lamberg* (2007) angewendet wurde:

$$N = (100/CV)^2. \quad (1)$$

N repräsentiert dabei ein statistisch notwendiges Minimum an ausgezählten Mineralpartikeln, die einer MLA-Partikeldatei als „Partikel-Pool“ eines Dünnenschliffes zu Grunde liegen müssen, um einen Variati-

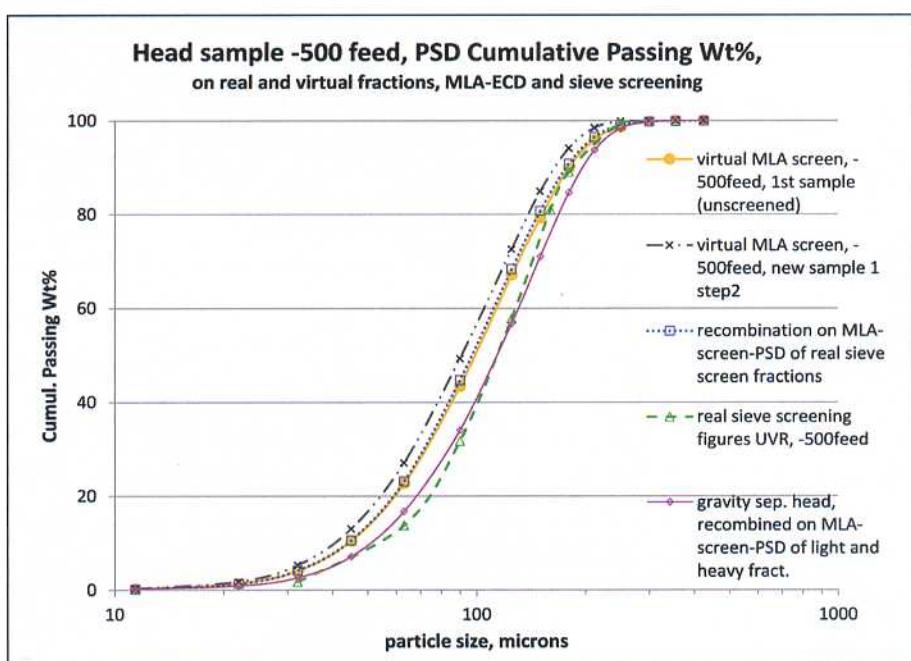


Bild 3: PSD-Vergleich nach realer und virtueller Siebung (-500 feed)

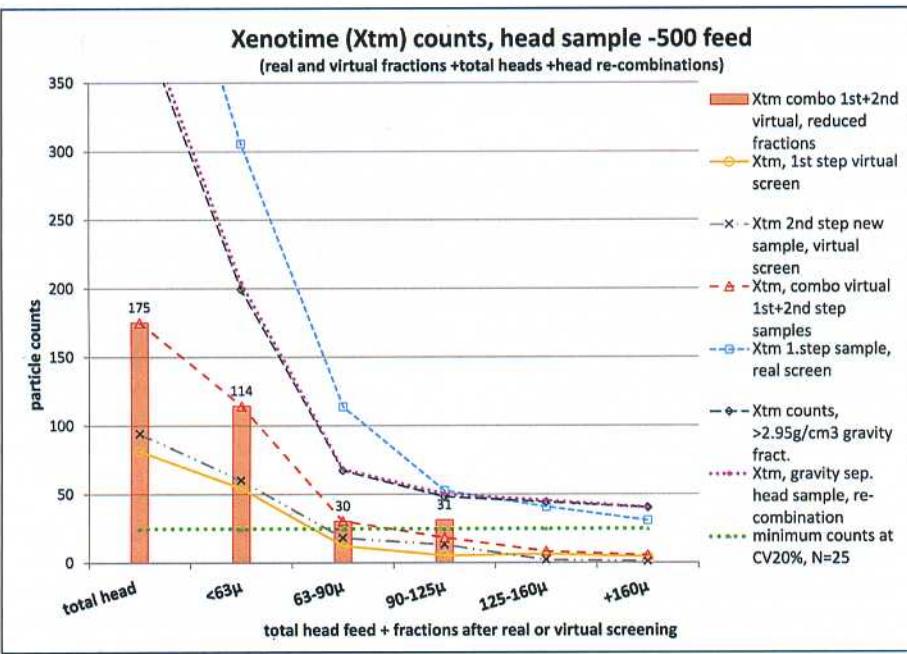


Bild 4: Partikelzahlen für Proben und Fraktionen nach virtueller und realer Siebung (-500 feed)

onskoeffizient CV von 20 % zu gewährleisten (Lamberg, 2007).

Wie man auf der linken Seite von Bild 4 sehen kann, starten alle Ausgangsproben (gesiebt und ungesiebt) generell mit einem ausreichend großen „Pool“ von Xenotym-Partikeln. Folgt man jedoch dem Trend der Kurven in Richtung der rechten Seite, so liegen alle realen Fraktionen von gesiebtem Aufgabematerial über der Basislinie  $N = 25$ . Das trifft auch generell zu auf alle Feinfraktionen unter  $63 \mu$ . Im Gegensatz dazu, beginnend mit der Fraktion  $63-90 \mu$ , tauchen die virtuell gesiebten Proben je-

doch mit zunehmender Partikelgröße unter die Linie  $N = 25$  ab.

Durch Maßnahmen wie Vorsortierung gemäß der Dichte vor der MLA-Messung (vgl. Kurve  $>2.95 \text{ g/cm}^3$  fraction), rechnerische Verschmelzung der Partikel pools von zwei Anschliffen mittels Software, als auch Reduzierung der Zahl der virtuellen Siebschnitte auf der groben Körnungsseite (ebenfalls mittels MLA-Software) konnte dieser nachteilige Trend abgeschwächt werden. Dabei wurde  $N$  zumindest teilweise über 25 gehalten, was die statistische Vertrauenswürdigkeit der Ergebnisse der

virtuellen Fraktionen verbesserte. Einige der negativen Effekte von statistisch zu kleinen Partikel pools werden beispielhaft in den nächsten Bildern sichtbar.

Die Serie von sechs Säulen auf der linken Seite von Bild 5 zeigt die wichtigsten binären Verwachsungen von Xenotym für Ausgangsprobe und reale Siebfraktionen der Probe „-500 feed“, mit einem statistisch ausreichend großen Partikelpool bei allen Fraktionen.

Rechts davon folgt eine Serie von weiteren 6 Säulen links der Mitte, die eine ziemlich sprunghafte Entwicklung der Verwachsungen mit der Korngröße bei den Fraktionen der ersten virtuellen Siebungsserie zeigt. Ein solch unregelmäßiger Verlauf ist ungewöhnlich und kann auf den verfälschenden Einfluss eines zu geringen Partikel pools für Xenotym hinweisen (Bild 4).

Rechts der Mitte zeigen die nächsten 4 Säulen den Effekt einer Kombination von erster und zweiter Messung der Ausgangsprobe der virtuellen Siebung. Durch diese Wiederholungsmessung bei gleichzeitiger Reduktion der Anzahl der groben Fraktionen konnte ein Pool von mehr als 25 gezählten Partikeln bei jeder Fraktion gesichert werden, was dann einen glaubhaften Trend wiederherstellte. Trotzdem, und selbst nach einigen Verbesserungen wiesen die meisten virtuellen Siebserien (an ungesiebten Ausgangsproben) einen etwas höheren Anteil an Verwachsungen auf als bei der realen Siebung. Das erinnert an ähnliche Trends, über die Greet (2013) berichtete.

Im Gegensatz dazu stehen jedoch die Ergebnisse der äußersten rechten Säulenreihe von Bild 5. Hier konnte dieser Trend nach virtueller Siebung der Dichtesortierfraktionen und nachfolgender rechnerischer Rekombination ( $< 2.95 + > 2.95 \text{ g/cm}^3 = < 2.95$ ) nicht bestätigt werden. Es wurden fast die gleichen Verwachsungsanteile gefunden wie bei der realen Siebung.

Als ein nachteiliger Nebeneffekt von zu kleinen Partikel pools konnte selbst nach Rekombination von Wiederholungsmessungen an virtuell gesiebten Proben („1st“ und „new1“), keine schlüssige theoretische Verwachsungskurve („grade versus recovery curve“) für die groben Fraktionen über  $125 \mu$  kalkuliert werden. Durch „Verschmelzung“ der drei grössten Fraktionen in einen Partikelpool ( $+90 \mu$ ) wurde hier jedoch eine akzeptable Trendkurve wiederhergestellt, was einfach auf den Effekt ausreichend vieler Xenotym-Partikel für eine sichere Auswertung zurückzuführen ist.

Die Tabelle 1 soll einen fraktionsweisen Vergleich des theoretischen kumulierten Xenotym-Ausbringens bei einem Mineralgehalt von 95 % im Konzentrat zeigen, wie

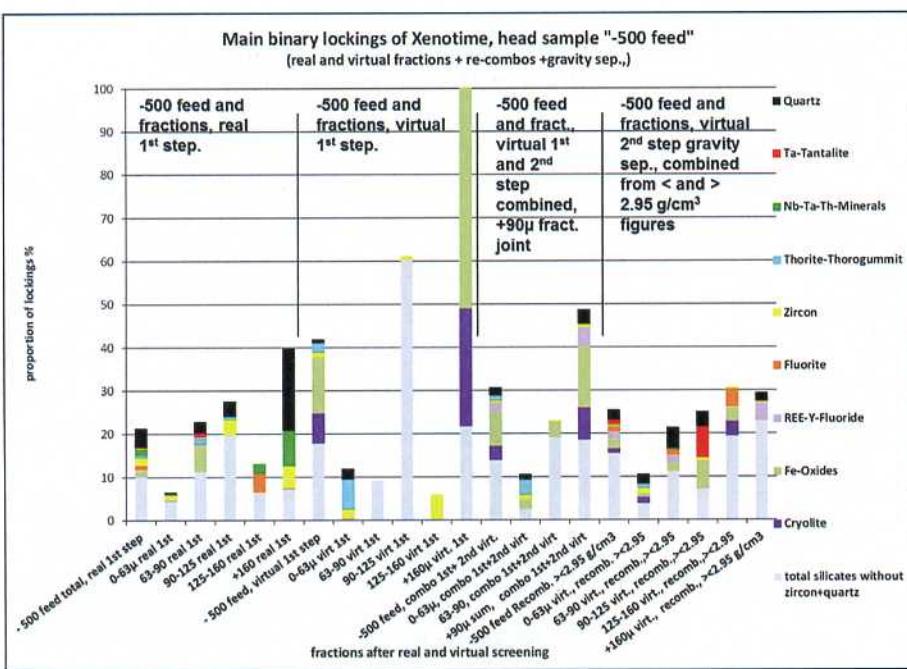


Bild 5: Hauptsächliche binäre Xenotym-Verwachsungen, gesiebte und ungesiebte Proben (-500 feed)

es aus den Verwachsungskurven abgelesen werden kann. Es zeigt sich, dass nur geringe Differenzen zwischen realer und virtueller Siebung im Bereich unter 90  $\mu$  auftreten. Bei den Fraktionen über 90  $\mu$  tritt jedoch ein Trend von generell geringerer Ausbringung bei virtueller gesiebten Proben auf, der offenbar übereinstimmt mit den scheinbar höheren Verwachungsanteilen, die z. B. auch in Bild 5 gezeigt wurden.

Dieser Trend der virtuellen Siebung von scheinbar etwas mehr Verwachsungen über 90  $\mu$  wird auch unterstrichen von Bild 6. Diese Grafik veranschaulicht außerdem gut, wie hilfreich eine Voranreicherungsstufe z. B. mittels Schwerflüssigkeit sein kann, um die Partikelzahlen bzw. den Partikelpool der Mineralien mit geringem Gehalt zu vergrößern und damit die Zuverlässigkeit der mineralogischen Ergebnisse nach virtueller Siebung zu verbessern.

Für alle virtuellen Fraktionen, die zum Schwermineralprodukt >2.95 g/cm<sup>3</sup> gehören, kann eine gute Übereinstimmung mit den Fraktionen der realen Siebung konstatiert werden hinsichtlich der Werte von Gehalts- und Ausbringensentwicklung (Bild 6).

Allerdings erforderte dieses Herangehen über eine Dichtefraktionierung mehr Arbeitsaufwand und zwei MLA-Aufnahmen zusätzlich.

Weiterhin war ein möglicher „Verlust“ von Xenotym-Wertmineral in der leichten Fraktion zu beachten. Es stellte sich heraus, dass 9 von insgesamt 407 Xenotymkörnern in die Leichtfraktion ausgetragen wurden, was einem geringen Verlust von ca. 2 Partikel-% entspricht. Für den entsprechenden elementaren Fehlaustrag von Y wurde aus den Element-Gehaltswerten der MLA-Daten errechnet, dass nur 0,8 % des Yttriums in die Leichtfraktion gewandert waren.

Im Bezug auf die Verwachsungs- bzw. theoretische Gehalts-Ausbringens-Charakteristik wurde praktisch nahezu keine Differenz zwischen den Werten der Ausgangsprobe der Dichtesortierung und der daraus abgetrennten Fraktion >2.95 g/cm<sup>3</sup> gefunden (Tabelle 1).

Nach rechnerischer Rekombination von Schwer- und Leichtfraktion der Dichtesortierung aus den MLA-Daten wurde außerdem die beste Übereinstimmung mit der PSD der realen Siebung erreicht, was in Bild 3 ersichtlich war.

### Repräsentativität und Entmischung bei Probe „+125 regind“

Bei der zweiten Probenserien („+125 regind“), die untersucht wurde, waren die Partikelpools im Gegensatz zur Probe „-500 feed“ für Xenotym statistisch ausreichend groß.

Bezüglich der Xenotym-Verwachsung wurde eine leicht erhöhte Verwachsungs-

Sample -500 feed, cu- mul. Rc at 95% Xenotime grade,	sieved real screening	unscreened 1st step virtual screen	new sample 2nd step, virt. screen	combo 1st + 2nd step virtual	density fract. >2.95 g/cm <sup>3</sup> , virtual	gravity head recombined, >< 2.95, virt.
total head	92	86	87	87	90	90
0-63 $\mu$	100	99	99	98	99	99
63-90 $\mu$	96	98	95	95	98	98
90-125 $\mu$	91	99	around 70	around 80	93	92
+80 $\mu$ combo		72	63	68		
+90 $\mu$ combo	86	74	58	68		
125-160 $\mu$	88	around 93	?	around 92	88	88
+125 combo	82	62	?	52		
+ 160 $\mu$	around 77	around 50	?	< 40	78	79

Anmerkung 1 in Tabelle1: Fragezeichen „?“ bedeutet, keine Daten verfügbar;

Anmerkung 2: Kursive Zahlen zeigen Resultate nach virtueller Siebung und rechnerischer Verschmelzung von Grobfraktionen.

Tabelle 1: Kumulatives Xenotym-Ausbringen bei einem Mineralgehalt von 95 % (-500 feed)

rate beim ersten Anschliff der ungesiebten Ausgangsprobe (Bild 7) (mittlere Säulengruppe; „virtual first cut“) festgestellt. Diese Differenz von ungefähr 6 % zwischen realer und virtueller Siebung konnte auf ca. 4 % reduziert werden durch rechnerische Kombination der Daten von erstem und zweitem Anschliff, wie in Bild 7 gezeigt wird (rechte Säulengruppe).

Beim Vergleich der Ergebnisse für die realen und virtuellen Fraktionen trat jedoch ein deutlicher Unterschied auf hinsichtlich Mineralogie und PSD, der nachfolgend dargelegt wird.

In der Grafik von Bild 8 kann man z. B. eine beträchtliche Abweichung zwischen 4 der 5 gezeigten PSD-Kurven der +125 regind-Proben sehen. Dabei erinnert der differierende Verlauf der PSD von ungesiebten (virtuelle Fraktionen) und real ge-

siebten Proben (reale Fraktionen) im Prinzip an die Resultate von Petruk (2000) und Lastra (2014). Die Ursachen der Unterschiede konnte in der Arbeitsstufe I nicht im Detail herausgearbeitet werden, es wurde zunächst aber ein Probeteilungs- oder Probenpräparationsfehler vermutet.

Nach Durchführung eines zweiten, tiefer gehenden Anschliffes („second cut“) auf dem ersten Anschliff („first cut“) der ungesiebten Probe in der Arbeitsstufe II, muss als Hauptursache der Abweichungen eine Entmischung der Partikel nach Größe und Dichte geschlussfolgert werden. Die Korngrößenunterschiede zwischen erstem und zweitem Anschliff (1st und 2nd cut) können klar in Bild 8 gesehen werden, wobei der zweite Anschliff deutlich mehr Feinkorn zeigt. Eine PSD-Verschiebung dieser Art kann gut durch eine Entmischung gemäß

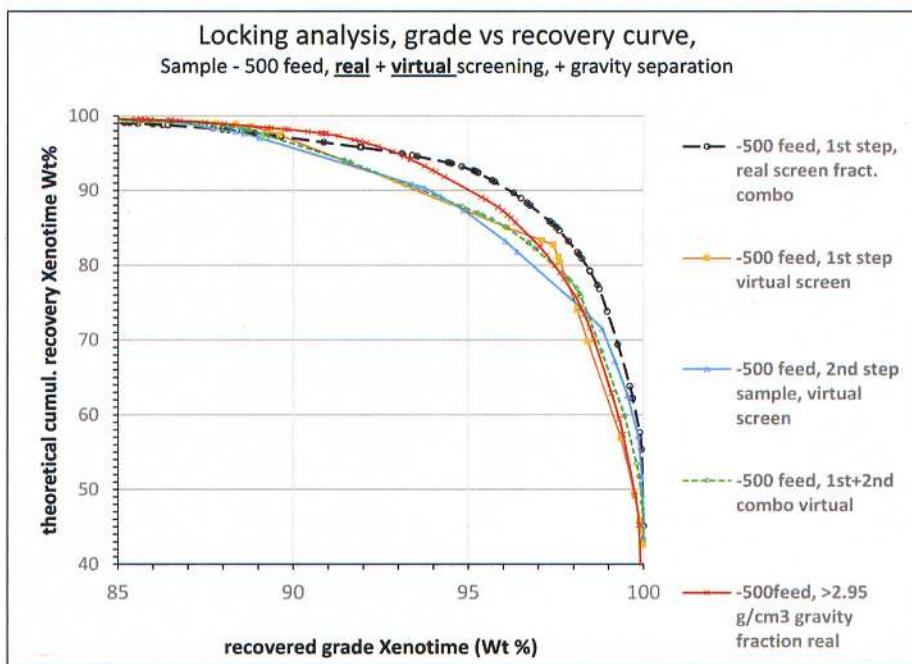


Bild 6: Verwachsungskurven von Xenotym für ausgewählte Proben (-500 feed)

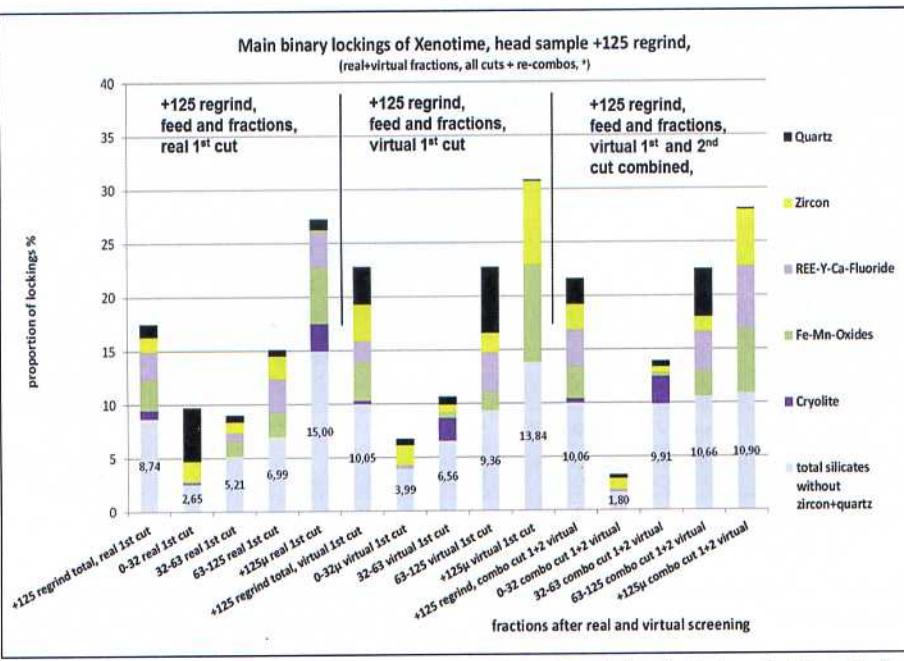


Bild 7: Vergleich von binären Xenotyp-Verwachsungen für reale und virtuelle Siebung (+125 regrind)

der Partikelgröße erklärt werden, wobei die größeren Fraktionen in Richtung des Harzblockbodens angereichert werden.

Eine ebenfalls in Sufe II vorgenommene, komplett neue Probenpräparation unter Wiederholung des ersten Anschliffes brachte keine erwähnenswerte Änderung der PSD-Unterschiede. Ein Probeteilungsfehler wird daher als Ursache der beobachteten Abweichungen ausgeschlossen.

Um einen weiteren, mineralogischen Beweis der Entmischung zu liefern, ist der deutlich voneinander abweichende Zirkon-

gehalt des ersten und zweiten Anschliffes (1st and 2nd virtual cut) in der folgenden Grafik (Bild 9) u. a. zusammen mit den Ergebnissen der realen Siebfractionen dargestellt.

Hier zeigt der erste Anschliff (1st cut virtual) ein generell erhöhtes Gehaltsniveau mit bis zu über 20 % mehr Zirkon. Das kann ebenfalls erklärt werden mit einer anscheinend eingetretenen Seigerung des schwereren Zirkons und anderer Schwermineralien auf Kosten der leichteren Silikate wie Quarz während des Einbettens der

Körner in Harz. Der Gehalt an Xenotyp war daher im ersten Anschliff gleichfalls angehoben.

Die auftretende mineralogische Differenz zwischen realer und virtueller Siebung konnte hier deutlich (wenn auch nicht vollständig) insbesondere für die feineren Fraktionen reduziert werden durch eine rechnerische Kombination der Partikel-pools des ersten und zweiten Anschliffes (combo cut 1+2).

Die Schlussfolgerung, dass eine Segregation Ursache der festgestellten systematischen Fehler ist, wird abschließend in der Grafik von Bild 10 zweifelsfrei bestätigt.

Gestützt auf einen Dichtefilter der MLA-Software, zeigt sich hier für die Anteile an Leicht- und Schwermineralien eine beträchtliche Differenz vor allem zwischen den ungesiebten Ausgangsproben für die virtuelle Siebung (virtual cut 1 und 2) aber auch zu der errechneten Aufgabeprobe der realen Fraktionen.

Der zweite (tiefere) Anschliff zeigt zum Beispiel 41 % Mineralien > 4g/cm<sup>3</sup> während der erste Anschliff fast 64 % davon aufweist.

## Schlussfolgerungen und Empfehlungen

Aus den dargestellten Ergebnissen wird geschlussfolgert, dass ein Herangehen auf der Basis einer virtuellen Korngrößenfraktionierung ungesiebter Proben durchaus bei der MLA genutzt werden kann, wenn die auszählbaren Partikelpools für jede einzelne gewählte Fraktion statistisch ausreichend groß sind für das jeweils betrachtete Mineral. Als Maß kann dabei die Einhaltung eines Variationskoeffizienten von maximal 20 % angesetzt werden, wie es von Lamberg (2007) empfohlen wurde.

Dabei muss jegliche Entmischung gemäß Körnung oder/und Dichte im Harzbett für den Anschliff bei der Körnerprobenpräparation vermieden werden.

Diese Voraussetzungen sind besonders kritisch sowohl bei armen Erzen mit Wertmineralgehalten weit unter 1 % als auch bei Körnungsfaktionen > 90  $\mu$ .

Insgesamt befürwortet der Autor die Anwendung des leichteren und gewöhnlich preiswerteren Herangehens der virtuellen Fraktionierung an ungesiebten Ausgangsproben. Dies gilt besonders dann, wenn fein verwachsene Erze untersucht werden sollen.

In Übereinstimmung mit Petruk (2014) wird bestätigt, dass eine virtuelle Fraktionierung geeignet ist für vergleichende mineralogische Studien, wobei Schlussfolgerungen erzielt werden, die denen auf Basis von realen, mechanisch hergestellten Siebfaktionen entsprechen.

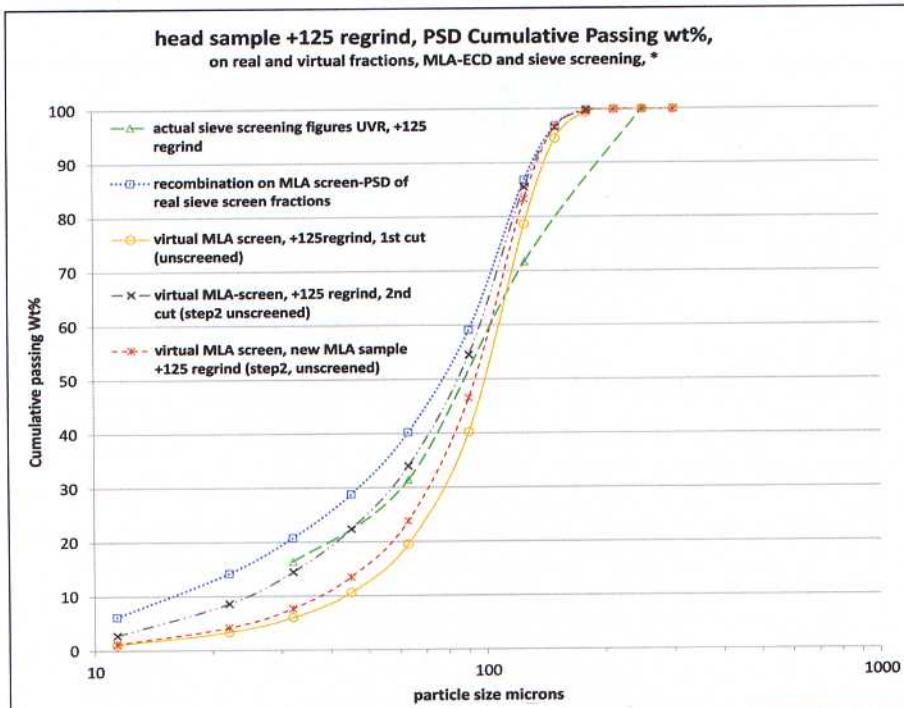


Bild 8: Vergleich der PSD nach realer und virtueller Siebung (+125 regrind)

In Fällen, wo zweifelhafte bzw. widersprüchliche mineralogische Ergebnisse und/oder Bewertungsprobleme auftauchen sollten, werden die folgenden praktischen Maßnahmen empfohlen, um die Zuverlässigkeit der Untersuchungen zu prüfen bzw. zu verbessern:

- Wiederhole die MLA-Messung an einer repräsentativen Zweitprobe. Diese Maßnahme sollte im Fall statistisch geringer Zählraten den Partikelpool des betreffenden Minerals etwa verdoppeln, wenn man einfach beide MLA-Ergebnisse rechnerisch kombiniert.
- Versuche eine Voranreicherung mittels geeigneter Sortierprozesse wie z. B. Dichtesortierung, wenn anwendbar. Diese Maßnahme kann den Partikelpool der virtuellen Fraktionen im Fall von armen Erzen z. B. mit wertvollen Schwermineralien erheblich vergrößern.
- Reduziere die Anzahl der virtuell erzeugten Partikelfraktionen soweit als möglich, um den jeweiligen Partikelpool pro Fraktion zu maximieren. Dies gilt besonders für die groben Fraktionen. Passe die Schrittweite der Partikelfraktionen aus dem gleichen Grund ggf. an.
- Erzeuge einen zweiten Anschliff auf dem Originaldünnschliff im Fall von vermuteten Verfälschungen durch Entmischung nach der Dichte und/oder Korngröße während der Probenpräparation. Kombiniere ggf. die Ergebnisse beider Schliffe rechnerisch per Software.
- Im Fall von drohenden Entmischungsfehlern kann alternativ von Beginn an einer Empfehlung von Heinig (2015) gefolgt werden. Dabei werden die Harzblöcke mit den Körnerpräparaten senkrecht zur Grundfläche also in Richtung der Schwerkraft-Seigerung geschnitten und dann poliert.

Allerdings wird auch empfohlen, im Fall von armen Erzen, die eine ziemlich grobe Körnungsscharakteristik aufweisen (z. B. beträchtliche Anteile >90 µ) dem traditionellen Weg der realen Siebfractionen (nach Siebung des Aufgabematerials) bevorzugt zu folgen.

Für die Kalkulation von wichtigen Prozessbilanzen sollten bevorzugt keine MLA-Mineralgehalte, sondern Ergebnisse geeigneter chemischer Analysenverfahren als Basis genutzt werden.

## Danksagung

Der Autor dankt für die großzügige Unterstützung durch die Technische Universität Bergakademie Freiberg (TU BAF) durch MLA-Aufnahmen und Dichtesortiertests. Dabei geht ein besonderer Dank an Dr. Thomas Leißner (Institut für Mechanische Aufbereitungstechnik, Agricolastraße 1, D-09599 Freiberg / Germany) und Prof. Dr.

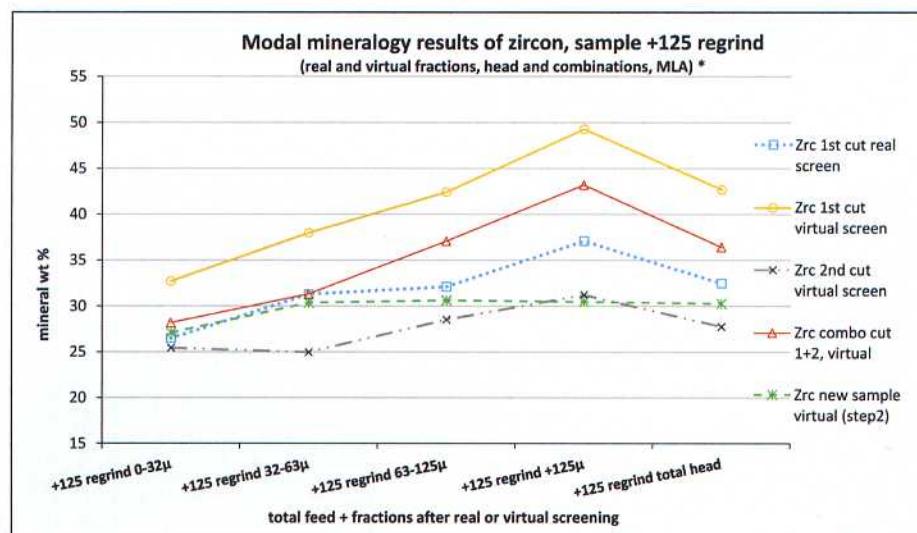


Bild 9: Vergleich des Zirkongehaltes der virtuellen und realen Fraktionen (+125 regindrind)

Bernhard Schulz (Institut für Mineralogie, Brennhausgasse 14, D-09596 Freiberg / Germany), die zusätzlich wertvolle und hilfreiche Kommentare zur Auswertung der Ergebnisse und Verfassung des ursprünglichen Manuskripts, welches beim IMPC 2016 veröffentlicht wurde, lieferten. Weiterhin dankt der Autor besonders dem ungenannten Lieferanten der Erzproben und dessen Erlaubnis, die in diesem Artikel vorgestellten Daten zu veröffentlichen.

Heinig, T., Bachmann, K., Tolosana-Delgado, R., van den Boogaart, G., & Gutzmer, J. (2015). Monitoring gravitational and particle shape settling effects on MLA sampling preparation; Proceedings of the 17th annual conference of the International Association for Mathematical Geosciences 2015

Lamberg, P., & Viana, S. (2007, Nov.). A technique for tracking multiphase mineral particles in flotation circuits, XXII ENTMME Ouro Preto-MG 2007

Lastra, R., & Petruk, W. (2014). Mineralogical Characterization of Sieved and Un-sieves Samples. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering 2, pp 40-48

Mermilliod-Blondin, R., Ré, E., Bouazahzah, H., Wilhelm, J.-F., Benzaazoua, M., Chopard, A. (2016): Process mineralogy of copper and lead concentrates: uncertainties and metallurgical decisions; IMPC 2016, Quebec City, (presentation No. 551)

Petruk, W. (2000). Applied mineralogy in the mining industry. Elsevier B.V.

Schubert, H. (2002). Handbuch der MVT Bd. 2, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim

Schulz, B. (2014). Personal information from the Institute of Mineralogy of the Mining School Freiberg (TU BAF)

Smith, D. (2017). Personal information from the company Commerce Resource Corporation, Vancouver/Canada, March 2017

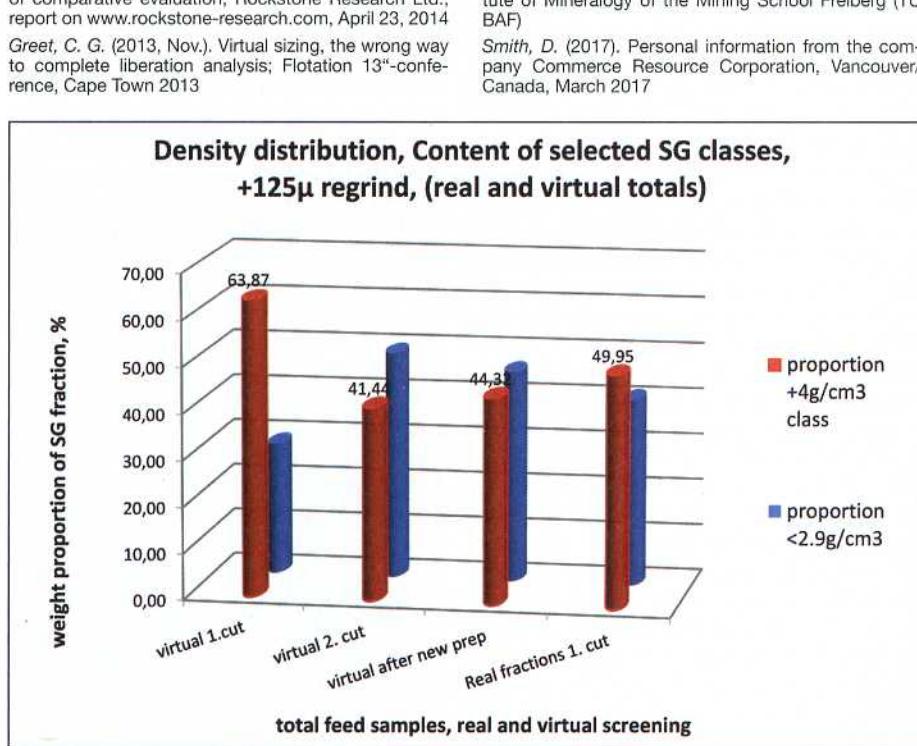


Bild 10: Anteile an Leicht- und Schwermineralfraktion der Ausgangsproben (+125 regindrind)