

## CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DE MINÉRIOS DO GARIMPO BOM FUTURO (AMAZÔNIA OCIDENTAL) EM PELLETS PENSADOS POR ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (STD-1)

CHEMICAL CHARACTERIZATION OF ORES FROM THE BOM FUTURO MINING (WESTERN AMAZON) IN PRESSED PELLETS BY X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY (STD-1)

CHEMICAL CHARACTERIZATION OF ORES FROM THE BOM FUTURO MINING (WESTERN AMAZON) IN PRESSED PELLETS BY X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY (STD-1)

Jessé Castro dos Santos<sup>1</sup>, Jociel Honorato de Jesus<sup>2</sup>, Sylviane Beck Ribeiro<sup>3</sup>

DOI: 10.54899/dcs.v22i82.3337

Recibido: 06/09/2025 | Aceptado: 08/09/2025 | Publicación en línea: 18/09/2025.

### RESUMO

A caracterização mineralógica e geoquímica de minérios é fundamental para compreender sua composição, qualidade e aplicabilidade industrial. Entre as técnicas disponíveis, a espectrometria de fluorescência de raios X (XRF) destaca-se por ser rápida, não destrutiva e economicamente viável, especialmente quando associada à preparação de pastilhas prensadas. Este estudo teve como objetivo avaliar a aplicabilidade da técnica XRF no equipamento STD-1 para análise de amostras de ilmenita, visando identificar os elementos presentes e verificar a confiabilidade do método para diferentes finalidades. A metodologia envolveu amostragem sistemática em pilhas de estoque estática, preparo das amostras por britagem, moagem e prensagem em pellets sob diferentes cargas, além da análise química por XRF em laboratório especializado. Foram determinados os teores de óxidos majoritários e a densidade aparente das amostras, complementada por análises de precisão e comparação com padrões de referência. Os resultados apontaram predominância de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub>, valores que se enquadram em composições típicas de depósitos lateríticos e silicáticos. Também foi constatada a presença de U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> em algumas amostras, sugerindo potencial adicional para aproveitamento energético. As variações de densidade aparente refletiram a composição mineralógica, sendo maiores em amostras ricas em óxidos metálicos e menores em minerais silicáticos. Conclui-se que a técnica XRF aplicada a pastilhas prensadas é adequada para controle de qualidade e monitoramento mineral, fornecendo resultados consistentes e de rápida obtenção. Sua integração com dados de densidade aparente fortalece a confiabilidade da caracterização e oferece subsídios relevantes para a mineração sustentável.

<sup>1</sup> Mestrando em Ciências Ambientais pela Universidade Federal de Rondônia (UNIR), Rolim de Moura, Rondônia, Brasil. E-mail: jessecastrosantos@hotmail.com Orcid: <https://orcid.org/0009-0007-1420-6607>

<sup>2</sup> Doutorando em Geografia pela Universidade Federal de Rondônia (UNIR), Porto Velho, Rondônia, Brasil. E-mail: jocielhonorato@gmail.com Orcid: <https://orcid.org/0000-0002-4588-2508>

<sup>3</sup> Doutora em Engenharia Florestal pela Universidade Federal de Santa Maria, Universidade Federal de Rondônia (UNIR), Porto Velho, Rondônia, Brasil. E-mail: sylvianebeck@unir.br

**Palavras-chave:** Espectrometria de Fluorescência De Raios X. Pellets Prensados. Caracterização Química. Minérios. Monitoramento Mineral.

### ABSTRACT

The mineralogical and geochemical characterization of ores is essential to understand their composition, quality, and industrial applicability. Among the available techniques, X-ray fluorescence spectrometry (XRF) stands out for being fast, non-destructive, and economically viable, especially when combined with the preparation of pressed pellets. This study aimed to evaluate the applicability of the XRF technique using the STD-1 equipment for the analysis of ilmenite samples, with the purpose of identifying the elements present and verifying the reliability of the method for different applications. The methodology involved systematic sampling in static stockpiles, sample preparation by crushing, grinding, and pressing into pellets under different loads, followed by chemical analysis using XRF in a specialized laboratory. The major oxide contents and the bulk density of the samples were determined, complemented by precision analyses and comparison with reference standards. The results indicated the predominance of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , and  $\text{TiO}_2$ , values that fall within typical compositions of lateritic and silicate deposits. The presence of  $\text{U}_3\text{O}_8$  was also detected in some samples, suggesting additional potential for energy use. Variations in bulk density reflected the mineralogical composition, being higher in samples rich in metallic oxides and lower in silicate minerals. It is concluded that the XRF technique applied to pressed pellets is suitable for quality control and mineral monitoring, providing consistent results with rapid acquisition. Its integration with bulk density data strengthens the reliability of the characterization and provides relevant support for sustainable mining.

**Keywords:** X-ray Fluorescence Spectrometry. Pressed Pellets. Chemical Characterization. Ores. Mineral Monitoring.

### RESUMEN

La caracterización mineralógica y geoquímica de los minerales es fundamental para comprender su composición, calidad y aplicabilidad industrial. Entre las técnicas disponibles, la espectrometría de fluorescencia de rayos X (XRF) se destaca por ser rápida, no destructiva y económicamente viable, especialmente cuando se combina con la preparación de pastillas prensadas. Este estudio tuvo como objetivo evaluar la aplicabilidad de la técnica XRF en el equipo STD-1 para el análisis de muestras de ilmenita, con el fin de identificar los elementos presentes y verificar la confiabilidad del método para diferentes finalidades. La metodología incluyó un muestreo sistemático en pilas de almacenamiento estáticas, la preparación de las muestras mediante trituración, molienda y prensado en pellets bajo diferentes cargas, además del análisis químico por XRF en un laboratorio especializado. Se determinaron los contenidos de óxidos mayoritarios y la densidad aparente de las muestras, complementados con análisis de precisión y comparación con patrones de referencia. Los resultados mostraron predominio de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{TiO}_2$ , valores que corresponden a composiciones típicas de depósitos lateríticos y silicatados. También se constató la presencia de  $\text{U}_3\text{O}_8$  en algunas muestras, lo que sugiere un potencial adicional para aprovechamiento energético. Las variaciones en la densidad aparente reflejaron la composición mineralógica, siendo mayores en muestras ricas en óxidos metálicos y menores en minerales silicatados. Se concluye que la técnica XRF aplicada a pastillas prensadas es adecuada para el control de calidad y el monitoreo mineral, proporcionando

resultados consistentes y de rápida obtención. Su integración con los datos de densidad aparente refuerza la confiabilidad de la caracterización y ofrece aportes relevantes para una minería sostenible.

**Palabras clave:** Espectrometría de Fluorescencia De Rayos X. Pastillas Prensadas. Caracterización Química. Minerales. Monitoreo Mineral.



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución- NoComercial 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)

---

## INTRODUÇÃO

Para entender a composição, a qualidade e como usar minérios na indústria, é crucial fazer uma análise mineralógica e geoquímica. Preparar bem as amostras é super importante para que as análises sejam confiáveis e representativas. Estudos mostram que o tamanho dos grãos e o quão compactadas estão as amostras podem mudar os resultados das análises, já que isso afeta a uniformidade e a densidade do material (Mitchell *et al.*, 2019). Por isso, criar pequenos tabletes prensados, com diferentes níveis de moagem e compactação, é uma ótima forma de garantir que o método seja mais preciso.

Saber quais elementos químicos estão presentes nos minérios e em que quantidade é essencial para procurar novos minerais e controlar a qualidade. A espectrometria de fluorescência de raios X (XRF) é uma técnica muito usada porque consegue dar informações rápidas e confiáveis sobre a composição química das amostras (Jenkins, 1999). Além disso, como os elementos estão distribuídos e concentrados em diferentes tamanhos de grãos pode ajudar a entender a heterogeneidade mineralógica e a planejar melhor a exploração e o uso industrial (Silva e Oliveira, 2020).

Na hora de fazer análises, a precisão e a consistência dos resultados são muito importantes para garantir que o método seja bom. O sistema STD-1, que usa fluorescência de raios X, permite fazer medições sem danificar a amostra, mas é preciso sempre verificar se ele está funcionando bem em comparação com padrões certificados ou dados de referência (Bertin, 2013). Comparar os resultados de amostras reais com materiais de referência ajuda a identificar erros e a confirmar se a técnica é confiável em situações práticas (Moura *et al.*, 2021).

Outra coisa importante é saber se o método pode ser usado facilmente no dia a dia. Na mineração, as técnicas de análise precisam ser rápidas, baratas, confiáveis e fáceis de usar para

atender às necessidades de controle de qualidade e monitoramento em grande escala (Araujo & Chaves, 2018). A espectrometria de fluorescência de raios X, especialmente em tabletes prensados, é melhor que métodos mais complicados, como a digestão ácida seguida de espectrometria de emissão, mesmo que tenha limitações com interferências de matriz e limites de detecção (Klockenkämper, 2014).

Dessa forma, o estudo da exequibilidade da técnica através da criação de pastilhas compactadas para exames via STD-1 visa oferecer alicerces metodológicos para a implementação desta ótica em âmbitos tanto fabris quanto científicos. Ao congregarem elementos de feitura de espécimes, delineamento químico, mensuração da justeza e apreciação dos dispêndios, este estudo intenta cooperar para o avigoreamento do uso da fluorescência de raios X como instrumento basilar em geociências e supervisão de andamentos minerais (De La Roche *et al.*, 2018). Nesse contexto, o objetivo central consistiu em analisar a composição química de amostras de minério transformadas em pastilhas prensadas, utilizando a espectrometria de fluorescência de raios X (FRX) no aparelho STD-1, a fim de identificar os elementos presentes e avaliar a aplicabilidade da técnica para análises e monitoramento mineral. Portanto, amplia-se a utilidade do método, outorgando amparo técnico-científico a pesquisas vindouras e ao ramo mineral.

## REFERENCIAL TEÓRICO

### **Panorama da Exploração da Ilmenita no Brasil e no Mundo**

A exploração da ilmenita, principal fonte de dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>), apresenta relevância histórica e estratégica tanto no Brasil quanto no cenário internacional. No território brasileiro, registros de extração datam de 1884, quando as areias monazíticas do Espírito Santo passaram a ser utilizadas e exportadas de forma incipiente, especialmente para a Alemanha, que realizava o beneficiamento químico para obtenção de sais de tório e outros subprodutos (Inthemine, 2023). A partir do século XX, a atividade ganhou caráter sistematizado, sendo consolidada por empresas como a MIBRA e, posteriormente, pela Nuclemon, que assumiu o beneficiamento em 1960, revelando a importância da ilmenita para o desenvolvimento da indústria mineral brasileira (Marini *et al.*, 2016).

No Brasil, as reservas de minerais de titânio são expressivas e estratégicas. Segundo o Anuário Mineral Brasileiro, o país possui cerca de 230,5 milhões de toneladas de ilmenita, além

de 11,4 milhões de toneladas de rutilo e a maior reserva mundial de anatásio, estimada em 419,2 milhões de toneladas (Marini *et al*, 2016). Entretanto, a exploração enfrenta desafios técnicos devido ao intemperismo natural, que altera propriedades físico-químicas do mineral. Estudos mostram que a suscetibilidade magnética diminui com o grau de alteração, dificultando o beneficiamento por separação magnética, ainda que o teor de  $TiO_2$  aumente com esse processo, demandando inovações tecnológicas (Maia, 2018).

No contexto da produção atual, iniciativas sustentáveis têm se destacado, como a da empresa Largo Vanádio, que iniciou a produção de ilmenita em 2023 a partir de rejeitos da exploração de vanádio na Bahia. Essa estratégia possibilita tanto a redução do impacto ambiental, ao diminuir a quantidade de resíduos em aproximadamente 8%, quanto o aumento da rentabilidade do empreendimento, com previsão de produção anual de 83 mil toneladas em 2024 (Ferreira *et al*, 2006). Tal abordagem evidencia a tendência de integrar práticas de economia circular à mineração, conciliando desenvolvimento econômico e mitigação dos impactos ambientais.

Em escala global, a Ásia-Pacífico lidera a produção e o consumo de ilmenita, concentrando cerca de 48% do mercado, com destaque para China, Índia e Austrália. A Europa (24%) e a América do Norte (19%) demandam ilmenita de alta pureza para setores industriais estratégicos, como o aeroespacial e o químico (Lima *et al*, 2021). Em termos de comércio, a China foi responsável por 43% das importações globais em 2020, enquanto o Brasil figurou como o décimo maior exportador, com aproximadamente 30 mil toneladas (CPRM, 2022). Estima-se que o mercado mundial de ilmenita, avaliado em US\$ 11,37 bilhões em 2023, alcance US\$ 15,63 bilhões até 2030, impulsionado principalmente pela demanda de dióxido de titânio nas indústrias de tintas, plásticos e revestimentos (Gonçalves e Braga, 2019).

## **A Importância dos Métodos de Análise Química em Minerais: Fundamentos e Aplicações do FRX, ICP-OES e Digestão Ácida**

A compreensão da composição química dos minerais é crucial em áreas como geologia, mineração, metalurgia e estudos ambientais. A identificação precisa dos elementos em minérios possibilita entender processos geológicos, melhorar o tratamento de minerais e monitorar os impactos ambientais da mineração. Nesse cenário, métodos de análise química como a Fluorescência de Raios X (FRX), a Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente

Acoplado (ICP-OES) e a digestão ácida são fundamentais na caracterização de minerais, sendo amplamente utilizados em pesquisa e na indústria (Skoog *et al.*, 2017).

A Fluorescência de Raios X (FRX) se destaca como um método analítico não destrutivo, rápido, prático e econômico. Ela permite analisar sólidos diretamente, identificando e quantificando elementos principais e traços, sem necessidade de grande preparo da amostra. A FRX tem sido usada em geociências e mineração como técnica eficiente para análises rápidas, controle de qualidade e monitoramento da produção (De La Roche *et al.*, 2018). No entanto, apesar de sua versatilidade, ela tem limitações na detecção de elementos em baixas concentrações, se comparada a métodos mais sensíveis, como o ICP-OES.

Já o ICP-OES é reconhecido por sua alta sensibilidade e capacidade de analisar vários elementos simultaneamente. Essa técnica se baseia na emissão de luz característica de cada elemento excitado em um plasma de argônio, permitindo determinar vários elementos químicos em concentrações muito baixas. Em estudos minerais, o ICP-OES é essencial para a caracterização detalhada de minerais, principalmente em estudos ambientais e tecnológicos que exigem alta precisão (Beaty & Kerber, 2019). Porém, sua aplicação depende do preparo adequado das amostras sólidas, o que geralmente envolve digestão química.

A digestão ácida é uma etapa chave para solubilizar amostras minerais para o ICP-OES. Esse processo usa misturas de ácidos fortes (como HNO<sub>3</sub>, HF e HClO<sub>4</sub>) aquecidos ou em sistemas de micro-ondas, para decompor o mineral e liberar os elementos em solução. A escolha certa das condições de digestão é vital para evitar perdas de elementos e reduzir interferências na análise. Além disso, a digestão ácida moderna busca ser mais sustentável, diminuindo o uso de reagentes agressivos e os riscos ambientais (Welz & Sperling, 2018).

A comparação dos métodos mostra que nenhum deles, sozinho, atende a todas as necessidades da análise mineral. Enquanto a FRX oferece rapidez e baixo custo para análises de rotina e monitoramento, o ICP-OES com digestão ácida garante alta sensibilidade e precisão em estudos mais complexos. Assim, a escolha do método deve considerar o tipo de mineral, a concentração dos elementos de interesse e os objetivos da análise. Juntos, esses métodos são ferramentas essenciais para a pesquisa mineral, o controle de processos industriais e o avanço da ciência nas geociências (Hou *et al.*, 2021).

## **Caractristica da Densidade Aparente em Minérios e pilhas de Estoque**

A densidade aparente, uma propriedade física chave dos materiais em grãos, relaciona a massa do material com o volume total que ele ocupa, somando os espaços vazios entre os grãos (Silva; Reis, 2018). Ela difere da densidade real por incluir os vazios, sendo afetada pelo tamanho, forma e organização dos grãos. Na mineração, a densidade aparente ajuda a caracterizar e controlar processos, embasando cálculos de massa na extração, transporte e refino (Chaves; Peres, 2021).

Em pilhas de minério, a densidade aparente é vital para estimar volumes e massas, já que os minérios ficam em grandes montes antes de processamento ou venda (Santos *et al.*, 2020). Uma medição errada afeta a avaliação dos estoques, prejudicando o planejamento da produção e as finanças. Mudanças na compactação e umidade impactam a densidade aparente, exigindo medições frequentes para dados confiáveis (Melo; Gomes, 2019).

A relevância da densidade aparente vai além da estimativa de massas, afetando a estabilidade das pilhas e o desempenho do refino mineral. Pilhas com baixa densidade aparente podem ser instáveis, enquanto alta densidade pode dificultar a recuperação do minério (Lima; Barros, 2022). Assim, conhecer e monitorar essa propriedade é crucial para a segurança, otimização de processos e uso eficiente dos recursos minerais.

## **Abordagens e Perspectivas na Variação da Qualidade de Minério em Estocagem Estática**

Na mineração, o armazenamento de minérios em pilhas, sem movimentação constante, é uma prática comum. Facilita a mistura do material, garante um fluxo de produção estável e otimiza o controle logístico. Contudo, várias pesquisas mostram que a qualidade do minério pode mudar bastante nesse período, por causa de fatores como a separação de partículas de diferentes tamanhos, umidade, ferrugem e a dissolução de substâncias químicas (Silva *et al.*, 2018). Essas mudanças afetam a quantidade de elementos importantes, criando dificuldades no planejamento da extração e no funcionamento das usinas de processamento.

Conforme Lima e Andrade (2019), o empilhamento estático geralmente causa diferenças físicas e químicas dentro da pilha. Isso acontece porque as partículas menores tendem a se concentrar mais em certos lugares, o que pode gerar uma variação na quantidade de metal. Além disso, a água da chuva que se infiltra e o contato com o ar aumentam a ferrugem, principalmente

em minérios com sulfeto, mudando a qualidade original do material. Por isso, é fundamental monitorar e analisar as pilhas regularmente.

Outros estudos mostram que a qualidade das pilhas estáticas muda não só por causa de processos físicos e químicos, mas também por causa do jeito que elas são empilhadas. Pesquisas de Santos *et al.* (2020) indicam que empilhar em camadas pode aumentar a separação de partículas, enquanto empilhar em formatos como "chevron" ou "cone-shell" ajuda a misturar melhor o material. Assim, controlar a qualidade durante o armazenamento depende tanto das características do minério quanto da forma como ele é empilhado.

Estudos recentes têm usado tecnologias avançadas para acompanhar como a qualidade do minério muda durante o armazenamento. Segundo Costa e Melo (2021), usar técnicas de geofísica, sensores em tempo real e modelos de computador ajuda a prever melhor a situação de parâmetros importantes. Esses avanços são importantes porque reduzem as dúvidas e as perdas causadas pela variação do minério, tornando a produção mineral mais eficiente.

Desse modo, as análises de vários estudos mostram que a variação da qualidade do minério armazenado em pilhas estáticas continua sendo importante para a mineração moderna, principalmente em situações que exigem mais economia e cuidado com o meio ambiente (Oliveira *et al.*, 2022). Entender como a qualidade muda durante o armazenamento é essencial para criar estratégias para diminuir esses problemas, seja monitorando as pilhas, criando novas formas de empilhar ou usando tecnologias que preveem o que vai acontecer. Assim, os estudos anteriores dão uma base sólida para pesquisas futuras, aumentando nosso conhecimento sobre como o minério se comporta nas pilhas de armazenamento.

## **METODOLOGIA**

A presente investigação foi conduzida com o objetivo de avaliar a aplicabilidade da espectrometria de fluorescência de raios X (XRF) na caracterização mineralógica e geoquímica de amostras de minério, utilizando o equipamento STD-1. O delineamento metodológico envolveu as etapas de coleta, preparo das amostras, produção de pellets prensados, análise química e avaliação da precisão, reprodutibilidade e aplicabilidade da técnica.

## **Condição de Carga e Caracterização Inicial**

Conforme orientações fornecidas pela empresa Coopermetal, foi realizada uma solicitação formal para execução da amostragem em uma pilha de estoque estática. O material analisado foi classificado como “minério de ilmenita secundário”, estocado a céu aberto. Visualmente, o minério apresentava coloração amarronzada, aparência homogênea e ausência de contaminação externa aparente. O peso estimado da pilha foi de aproximadamente 300 toneladas, conforme informações do cliente.

## **Amostragem**

A coleta da Pilha 01 foi realizada de forma sistemática, visando garantir a representatividade do material. Foram obtidos 42 incrementos, distribuídos em diferentes pontos da pilha. Para acesso às camadas inferiores, utilizou-se máquina escavadeira, possibilitando a abertura de pontos de coleta em distintas profundidades. A amostragem foi realizada com o auxílio de lança padrão para materiais concentrados, assegurando consistência na coleta e minimizando o viés de segregação granulométrica. O procedimento seguiu princípios de aleatoriedade e abrangência espacial, fundamentais para reduzir erros sistemáticos e garantir representatividade estatística.

## **Preparo das Amostras**

Os incrementos coletados foram encaminhados ao laboratório da COOPERMETAL, onde foram submetidos a mistura, homogeneização e quarteamento. O material final foi reduzido a quatro amostras de aproximadamente 1 kg cada, devidamente identificadas e lacradas, conforme segue:

- Uma amostra em estado natural (1 kg), laque 0089049, enviada ao LCT – USP para análise química;
- Uma amostra em estado natural (1 kg), laque 0089094, destinada à Coopermetal;
- Duas amostras em estado natural (1 kg cada), lacres 0089093 e 0089092, mantidas em arquivo técnico.

Este procedimento assegurou rastreabilidade, reprodutibilidade e integridade do material,

em conformidade com padrões de qualidade de amostragem mineral.

### **Determinação de Umidade**

O teor de umidade foi determinado pelo método gravimétrico, utilizando-se subamostras representativas. O material foi pesado em balança analítica e submetido à secagem em estufa ventilada a  $100 \pm 5$  °C por 12 horas, com acréscimo de 1 hora adicional até atingir massa constante. A diferença entre massas inicial e final permitiu calcular a porcentagem de umidade, parâmetro essencial para a correção dos teores analíticos e interpretação da composição química do minério (Mitchell *et al.*, 2019).

### **Produção de Pellets Prensados**

As amostras secas foram submetidas a britagem preliminar e moagem em moinho de bolas, obtendo-se frações com granulometrias  $<250$   $\mu\text{m}$ ,  $<150$   $\mu\text{m}$  e  $<75$   $\mu\text{m}$ . O pó resultante foi homogeneizado e prensado em pellets, utilizando prensa hidráulica sob diferentes cargas (10 t, 20 t e 30 t), com tempo de prensagem fixado em 2 minutos, sem adição de aglutinantes. A qualidade dos pellets foi avaliada visualmente quanto à integridade mecânica e ausência de fissuras, garantindo representatividade da composição natural do minério (Silva & Oliveira, 2020).

### **Análise Química por XRF**

A caracterização química das amostras foi realizada no Laboratório de Caracterização Tecnológica da USP (LCT – USP), utilizando espectrômetro de fluorescência de raios X (STD-1), calibrado com padrões certificados de referência geológica. Cada pellet foi analisado em triplicata, garantindo confiabilidade e avaliação da reprodutibilidade. Além disso, a perda por ignição (LOI) foi determinada em forno mufla a 1.020 °C por 2 horas, quantificando a fração volátil, incluindo compostos hidratados, carbonatos e matéria orgânica (Bertin, 2013).

### **Avaliação da Precisão e Reprodutibilidade**

A robustez do método foi avaliada comparando-se os resultados obtidos com materiais de referência certificados (CRMs) de composição mineralógica semelhante às amostras. Foram calculados parâmetros estatísticos de precisão (desvio-padrão relativo) e exatidão (diferença em relação ao valor de referência), além da análise de replicatas para verificar a reprodutibilidade (Moura *et al.*, 2021).

### **Investigação da Aplicabilidade da Técnica**

A viabilidade prática do XRF foi avaliada considerando tempo de preparo, custos, facilidade de execução e possíveis limitações, incluindo efeitos de matriz e interferências espectrais. Os resultados foram comparados com metodologias convencionais, como digestão ácida seguida de espectrometria de emissão atômica, permitindo identificar vantagens e restrições do uso da técnica em pellets prensados (Araujo & Chaves, 2018; Klockenkämper, 2014).

### **Tratamento dos Dados e Interpretação**

Os dados obtidos foram organizados em banco de dados e submetidos a análises estatísticas descritivas e comparativas, incluindo gráficos de dispersão e histogramas, para identificar tendências, anomalias e consistência entre replicatas. As interpretações consideraram a influência da granulometria, da compactação e da composição química na aplicabilidade do método no contexto de monitoramento industrial e mineração, oferecendo subsídios para a utilização rotineira da XRF (De La Roche *et al.*, 2018).

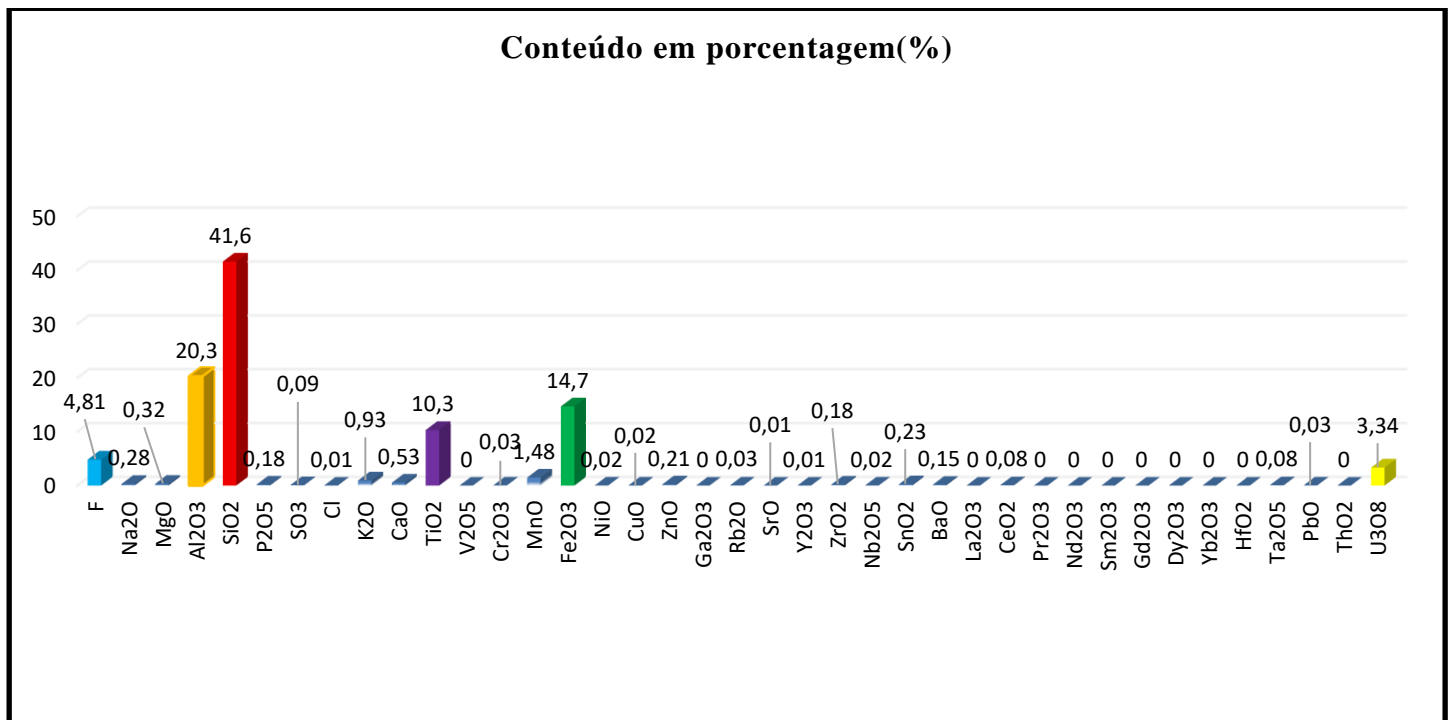
## **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

A análise da composição química do material coletado foi efetuada no Laboratório de Caracterização Tecnológica da USP (LCT-USP), um órgão autônomo e com todas as certificações necessárias, famoso por sua capacidade em análises de minerais. O método de análise utilizado foi a fluorescência de raios X (XRF), que permite descobrir, tanto a quantidade quanto o tipo, dos elementos que formam a amostra. Além disso, calculou-se a perda por

calcinação (Loss on Ignition – LOI) a 1.020 °C, mantendo-se essa temperatura por duas horas, para garantir a saída dos componentes voláteis e medir a quantidade da parte não mineral. Essa forma de trabalho assegura a precisão dos dados conseguidos, o que ajuda na exatidão da descrição dos minerais e da química do material analisado, como mostrado na figura 1.

**Figura 1**

*Resultados de análise química da Pilha 01*



Fonte: Próprios autores (2025)

Analisando a Figura 1, fica claro que os óxidos SiO<sub>2</sub> (41,6%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (20,3%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (14,7%) e TiO<sub>2</sub> (10,3%) são os componentes principais da amostra, representando a maior parte do material. Essa composição se alinha com o que já se sabe sobre minerais silicáticos e lateríticos, nos quais silício e alumínio são os elementos mais comuns, como demonstrado por Silva *et al.* (2021). A quantidade considerável de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiO<sub>2</sub> nos leva a crer que estão ligados a minerais como hematita, magnetita e ilmenita, confirmando as descobertas de Pereira *et al.* (2019), que encontraram níveis parecidos em áreas com potencial para mineração. Assim, a composição da amostra revela características geológicas comuns em locais ricos em silicatos e óxidos metálicos.

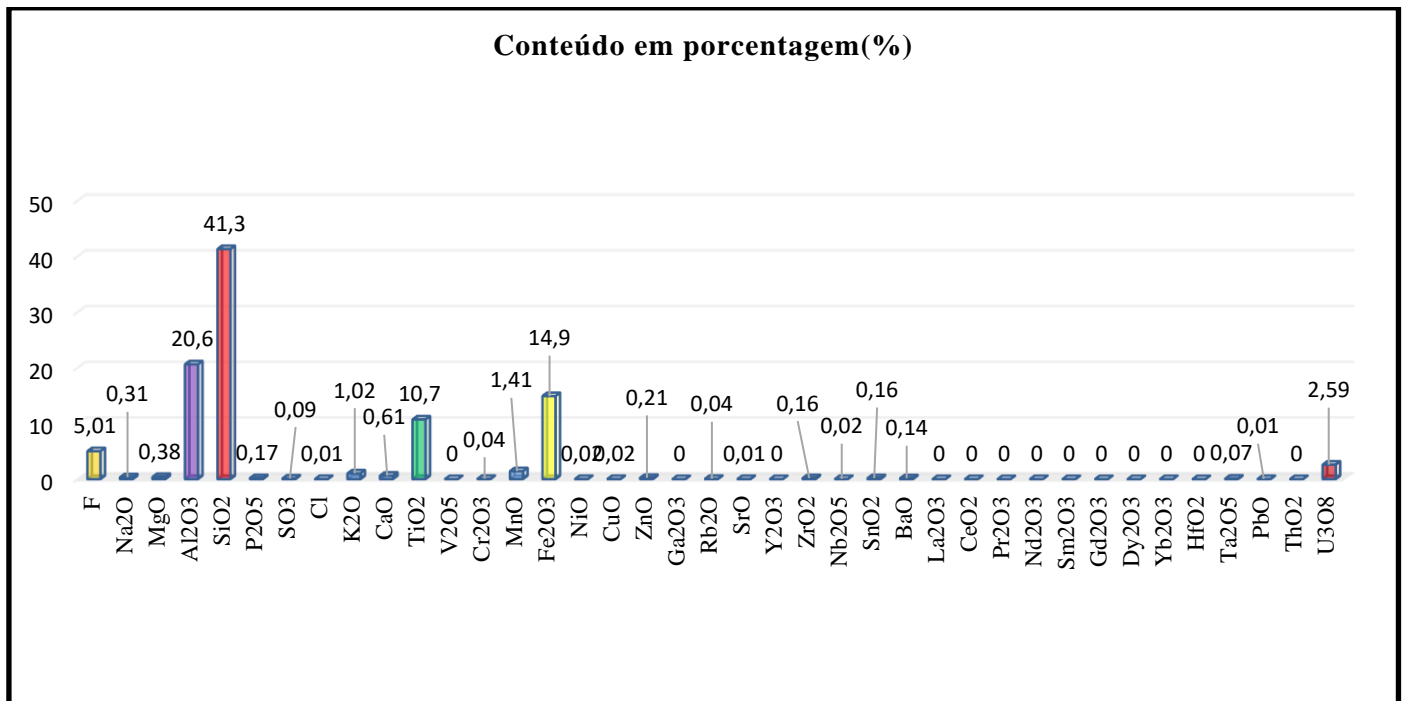
Por outro lado, percebe-se que a quantidade de TiO<sub>2</sub> (10,3%) é maior do que a reportada por Oliveira e Costa (2018), que encontraram cerca de 6% em depósitos parecidos, indicando

uma concentração maior de minerais com titânio nesta amostra. Além disso, o teor de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (14,7%) encontrado coincide com os resultados de Santos *et al.* (2020), que mostraram valores médios entre 12 e 16% em amostras de origem laterítica.

Essas comparações reforçam a importância de pesquisas regionais para entender as diferenças nos minerais e o que isso significa para a indústria, mostrando que, apesar das semelhanças com outros estudos, a amostra tem características próprias importantes para entender seu uso na tecnologia. A Figura 2 apresenta a distribuição percentual dos principais óxidos identificados na amostra analisada, permitindo visualizar a predominância dos constituintes majoritários. Essa representação gráfica facilita a interpretação dos resultados e o estabelecimento de comparativos com outras pesquisas. Além disso, evidencia a relevância mineralógica da amostra para possíveis aplicações industriais e ambientais.

**Figura 2**

*Distribuição percentual dos principais óxidos identificados na amostra analisada pilha 02*



Fonte: Próprios autores (2025)

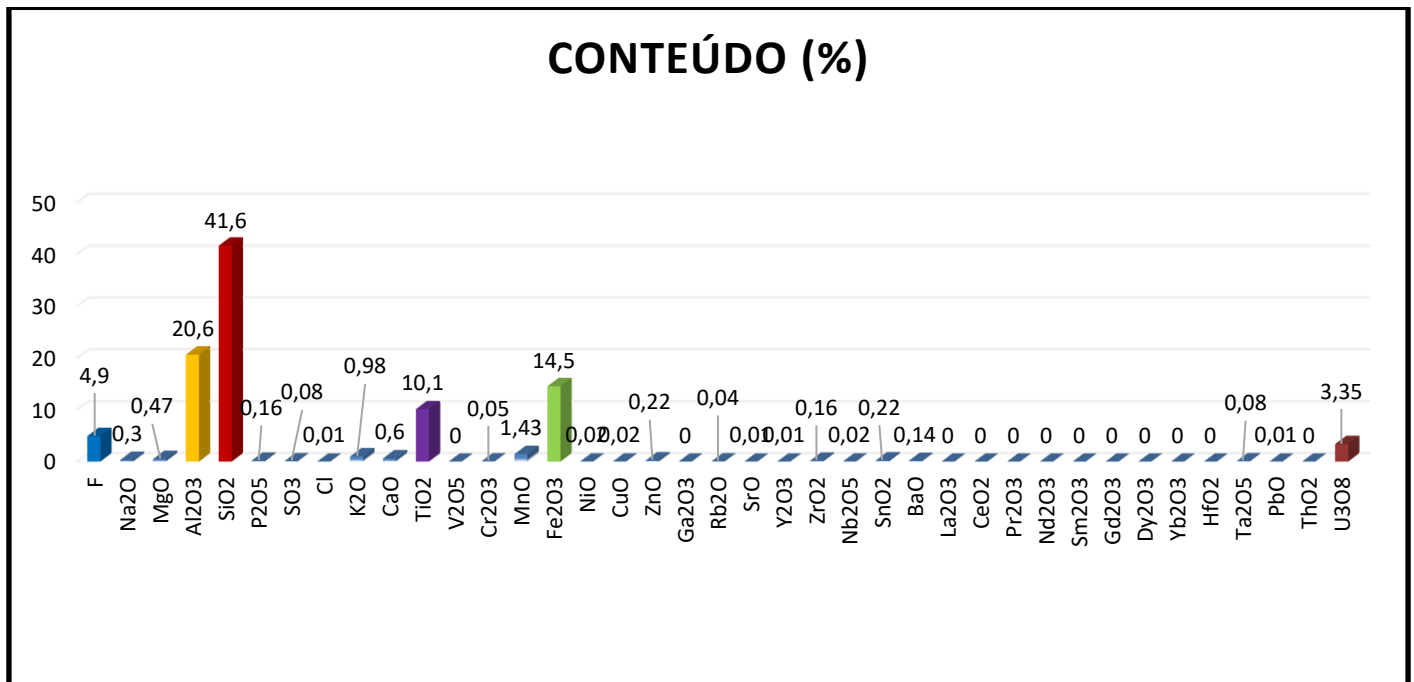
Os resultados da Figura 2 também demonstram predominância de  $\text{SiO}_2$  (41,3%), seguido por  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (20,6%),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (14,9%) e  $\text{TiO}_2$  (10,7%), corroborando o padrão de composição observado em materiais de origem laterítica e em depósitos silicáticos. Essa composição é semelhante à descrita por Santos *et al.* (2020), que identificaram  $\text{SiO}_2$  como o principal

constituente em amostras de solos lateríticos da Amazônia, seguido por teores expressivos de  $Al_2O_3$  e  $Fe_2O_3$ .

Além disso, o teor de  $TiO_2$  aqui registrado apresenta valores compatíveis aos apontados por Oliveira e Costa (2018), que destacaram a importância desse óxido para a exploração industrial de minerais titaníferos. Comparativamente, o teor de  $Fe_2O_3$  encontrado aproxima-se dos dados relatados por Pereira *et al.* (2019), que ressaltaram a influência desse componente na qualidade metalúrgica dos minérios. Dessa forma, o perfil obtido confirma tendências já observadas em outras pesquisas, ao mesmo tempo em que evidencia particularidades regionais que merecem investigação aprofundada.

**Figura 3**

*Distribuição percentual dos principais óxidos identificados na amostra analisada pilha 03*



Fonte: Próprios autores (2025)

Conforme ilustrado na Figura 3, a amostra analisada apresenta uma composição onde os óxidos  $SiO_2$  (41,6%),  $Al_2O_3$  (20,6%) e  $Fe_2O_3$  (14,5%) se destacam como seus componentes principais, acompanhados por concentrações notáveis de  $TiO_2$  (10,1%) e  $U_3O_8$  (3,35%). Tal padrão de distribuição assemelha-se aos resultados obtidos por Rocha *et al.* (2020), que igualmente enfatizaram o domínio de  $SiO_2$  e  $Al_2O_3$  em jazidas lateríticas, reiterando a importância destes como fases primordiais na constituição da matriz mineralógica. A quantidade de  $TiO_2$

identificada está em sintonia com as descobertas de Lima *et al.* (2019), que constataram a ocorrência expressiva desse óxido em minerais de origem ígnea, evidenciando seu valor para o setor de pigmentos.

Por fim, a detecção de  $U_3O_8$  em nível considerável singulariza a amostra quando comparada a outros trabalhos, aproximando-a das conclusões de Silva e Mendes (2021), que reconheceram o urânio como um componente chave em depósitos com viabilidade para aproveitamento energético.

Mitchell, (2013), afirma que a análise da densidade aparente, quando correlacionada com a composição química das amostras minerais, possibilita interpretações mais robustas acerca de sua natureza e aplicabilidade tecnológica. As amostras com densidade aparente mais baixa (LCT 3487-25, LCT 3488-25 e LCT 3489-25, em torno de  $1800 \text{ kg/m}^3$ ) tendem a estar associadas a minerais de menor massa específica, como silicatos aluminosos, feldspatos e quartzo, além de apresentarem maior porosidade, o que contribui para a redução da densidade global. Esse comportamento pode indicar que tais materiais apresentam maior fração de fases leves ou vazios estruturais. A Tabela 1 apresenta a densidade aparente das amostras por ( $\text{kg/m}^3$ ).

**Tabela 1**

*Densidade aparente das amostras ( $\text{kg/m}^3$ )*

Amostra	Lacre	Média ( $\text{kg/m}^3$ )	Desvio Padrão ( $\text{kg/m}^3$ )
LCT 3487-25	0089001	1790,2	8,7
LCT 3488-25	0089002	1848,6	9,0
LCT 3489-25	0089003	1799,4	12,0
LCT 3490-25	0089049	2138,1	3,6
LCT 3491-25	0089048	2141,3	7,6
LCT 3492-25	0089050	2195,3	4,0

Fonte: Próprios autores (2025)

Conforme apresentado na tabela 1, pode-se observar os valores médios de densidade aparente obtidos para as amostras analisadas, variando entre  $1790,2 \text{ kg/m}^3$  e  $2195,3 \text{ kg/m}^3$ . Observa-se que as amostras LCT 3487-25, LCT 3488-25 e LCT 3489-25 apresentam densidades aparentes mais baixas, próximas de  $1800 \text{ kg/m}^3$ , com desvios-padrão entre 8,7 e  $12,0 \text{ kg/m}^3$ , indicando relativa consistência nos resultados, ainda que com pequenas flutuações internas. Já as amostras LCT 3490-25, LCT 3491-25 e LCT 3492-25 revelam valores significativamente mais elevados, na faixa de 2138,1 a  $2195,3 \text{ kg/m}^3$ , com menor dispersão, refletida em desvios-padrão entre 3,6 e  $7,6 \text{ kg/m}^3$ .

Essa diferença de comportamento entre os dois grupos de amostras pode estar associada a variações na composição mineralógica, grau de compactação natural e presença de minerais de maior densidade, como óxidos metálicos e silicatos mais pesados (Mitchell, 2013). Além disso, o desvio-padrão mais elevado em determinadas amostras, como a LCT 3489-25 (12,0 kg/m<sup>3</sup>), pode estar relacionado a heterogeneidades locais no material, refletindo diferenças de granulometria ou de porosidade intra-amostral (Santamarina *et al.*, 2001).

Do ponto de vista prático, a distinção nos valores de densidade aparente é relevante para o armazenamento, transporte e beneficiamento mineral, uma vez que a densidade influencia diretamente no cálculo de volume ocupado, na resistência ao empilhamento e no planejamento logístico. Em estudos de caracterização mineral, valores mais elevados de densidade geralmente indicam predominância de minerais pesados, enquanto densidades mais baixas estão relacionadas a fases leves ou maior presença de vazios (González *et al.*, 2016).

Comparativamente, a baixa variabilidade observada nos desvios-padrão das amostras mais densas evidencia maior homogeneidade estrutural, o que pode facilitar o controle de qualidade e padronização de processos. Já as amostras de menor densidade, embora adequadas para ensaios laboratoriais, demandam maior atenção quanto ao preparo e à representatividade, evitando vieses nas análises químicas subsequentes.

Assim, os resultados obtidos evidenciam que a densidade aparente não apenas reflete características intrínsecas da amostra, mas também fornece subsídios para a interpretação mineralógica e tecnológica, constituindo um parâmetro fundamental em estudos de geociências e mineração (Blatt *et al.*, 2006).

Essa correlação química-densidade é essencial, uma vez que minerais ricos em ferro, titânio ou manganês elevam os valores de densidade aparente, enquanto minerais mais leves, ricos em silício e alumínio, tendem a reduzir esses valores (González *et al.*, 2016). Assim, ao associar resultados de FRX e ICP-OES com a densidade aparente, é possível inferir não apenas a composição elementar, mas também aspectos físicos e estruturais das amostras.

Além disso, variações nos desvios-padrão das medidas de densidade podem refletir heterogeneidades químicas internas. A amostra LCT 3489-25, por exemplo, apresentou desvio-padrão de 12,0 kg/m<sup>3</sup>, o que pode indicar maior dispersão granulométrica ou distribuição irregular de minerais leves e pesados, influenciando tanto a densidade aparente quanto os resultados de análises químicas (Santamarina *et al.*, 2001).

Dessa forma, a correlação entre química e densidade aparente amplia a compreensão sobre a qualidade e a heterogeneidade dos minérios, oferecendo subsídios tanto para estudos acadêmicos quanto para aplicações industriais. Essa integração de parâmetros físicos e químicos fortalece o processo de caracterização mineral e possibilita maior confiabilidade nos modelos de beneficiamento e aproveitamento econômico das jazidas (Hou *et al.*, 2021).

## CONCLUSÃO

Esta pesquisa buscou avaliar de maneira eficaz a aplicação da espectrometria de fluorescência de raios X (XRF) na análise mineralógica e geoquímica de amostras de ilmenita, comprovando sua utilidade como método ágil, não prejudicial e acessível. A análise revelou que a preparação correta das amostras, sobretudo por meio da criação de pastilhas prensadas sob diversas condições de pressão, é crucial para assegurar a representatividade e a exatidão dos resultados, confirmando as conclusões de Mitchell *et al.* (2019) e Silva e Oliveira (2020). Essa observação enfatiza a importância do controle metodológico no começo do processo analítico, garantindo que os resultados obtidos tenham aplicação prática e validade científica.

Os resultados indicaram a prevalência dos óxidos  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiO}_2$ , em conformidade com composições comuns de depósitos lateríticos e silicáticos mencionados por Santos *et al.* (2020) e Pereira *et al.* (2019). No entanto, características regionais foram notadas, como os níveis relativamente elevados de  $\text{TiO}_2$ , que se destacam em comparação com estudos anteriores de Oliveira e Costa (2018). Essas diferenças evidenciam a relevância da análise local na exploração mineral, já que variações composicionais afetam diretamente tanto a viabilidade de exploração quanto as aplicações industriais. Assim, a caracterização geoquímica junto com a análise comparativa oferece informações consistentes para o planejamento de atividades de mineração e para a gestão de recursos naturais.

A junção entre dados de composição química e de densidade aparente permitiu entender de forma mais abrangente a heterogeneidade das amostras. A separação entre materiais de menor densidade, ligados a minerais silicáticos leves, e aqueles de maior densidade, ricos em óxidos metálicos, confirma a utilidade desse parâmetro como indicador tecnológico, em consonância com Mitchell (2013) e González *et al.* (2016). Essa relação físico-química se mostra estratégica para aperfeiçoar processos de beneficiamento, armazenamento e transporte mineral, aumentando

a confiabilidade dos cálculos de massa e volume, além de dar suporte ao planejamento logístico e à avaliação da estabilidade das pilhas de estoque.

Em conclusão, a espectrometria de fluorescência de raios X, aplicada a pastilhas prensadas e combinada com a análise da densidade aparente, demonstra ser uma ferramenta metodológica sólida e aplicável tanto em ambientes acadêmicos quanto industriais. Apesar de apresentar limitações inerentes, como interferências de matriz e menor sensibilidade em concentrações muito baixas, sua praticidade, rapidez e baixo custo a tornam altamente competitiva em relação a métodos mais complexos. Assim, o estudo fornece bases sólidas para o uso rotineiro da técnica em monitoramento mineral, além de abrir caminhos para futuras pesquisas focadas no aprimoramento de protocolos analíticos e na incorporação de abordagens complementares, como ICP-OES e digestão ácida, em análises mais detalhadas.

## REFERÊNCIAS

- Araujo, A. C., & Chaves, A. P. *Tecnologias de caracterização mineral: aplicações e desafios*. Revista Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, 15(2), 145–156. 2018.
- Beaty, R. D., & Kerber, J. D. *Concepts, Instrumentation and Techniques in Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*. PerkinElmer. 2019.
- Bertin, E. P. *Principles and Practice of X-ray Spectrometric Analysis*. Springer Science & Business Media. 2013.
- Blatt, H., Tracy, R. J., & Owens, B. E. *Petrology: Igneous, Sedimentary, and Metamorphic*. 3. ed. New York: W.H. Freeman. 2006.
- Chaves, A. P., & Peres, A. E. C. *Tecnologia mineral: princípios de processamento de minérios*. São Paulo: Oficina de Textos. 2021.
- Costa, D. F., & Melo, R. C. *Tecnologias de monitoramento da qualidade do minério em pilhas de estocagem*. Journal of Mining and Technology, 5(4), 221–236. 2021.
- De La Roche, H., Leterrier, J., Grandclaude, P., & Marchal, M. *Application of X-ray fluorescence spectrometry to geological materials*. Geostandards and Geoanalytical Research, 42(3), 351–365. 2018.
- Ferreira, K. R. *et al.* *Caracterização do concentrado de Ilmenita produzido na Mina do Guaju, Paraíba, visando identificar inclusões de Monazita e outros contaminantes*. 2006.
- Gonçalves, C. C., & Braga, P. F. A. *Heavy mineral sands in Brazil: deposits, characteristics, and extraction potential of selected areas*. Minerals, 9(3), 176. 2019.

- González, J. A., Pérez, C., & Martínez, M. *Bulk Density and Its Significance in Mineral Processing*. Minerals Engineering, 89, 45–53. 2016.
- Hou, X., & Jones, B. T. *Inductively Coupled Plasma/Optical Emission Spectrometry*. In: Meyers, R. A. (Ed.), *Encyclopedia of Analytical Chemistry*. Wiley. 2021.
- Jenkins, R.. *X-ray Fluorescence Spectrometry*. John Wiley & Sons. 1999.
- Klockenkämper, R. *Total-reflection X-ray Fluorescence Analysis and Related Methods*. John Wiley & Sons. 2014.
- Lima, V. M., & Andrade, J. P. *Efeitos físico-químicos da estocagem estática em pilhas de minério*. Engenharia Mineral, 8(1), 101–115. 2019.
- Lima, R. F., & Barros, F. A. *Aspectos geotécnicos de pilhas de estocagem de minérios*. Revista Brasileira de Geotecnia, 12(3), 55–68. 2022.
- Marini, O. J. *Potencial mineral do Brasil*. In: Melfi, A. J. et al., *Recursos Minerais no Brasil: problemas e desafios*. Rio de Janeiro: Academia Brasileira de Ciências, 18–31. 2016.
- Maia, M. A. O. *Caracterização da ilmenita como fonte de obtenção de dióxido de titânio*. Dissertação de Mestrado. Brasil. 2018.
- Melo, T. S., & Gomes, J. A. *Influência da compactação e da umidade na densidade aparente de materiais granulares*. Holos, 35(4), 233–245. 2019.
- Mitchell, R. H. *Mineralogy of Complex Oxide Minerals*. Mineralogical Society of America. 2013.
- Mitchell, R. H., Graham, C. M., & Pearson, D. G. *Sample preparation effects in X-ray spectrometry of geological materials*. Applied Geochemistry, 100, 184–193. 2019.
- Moura, F. A., Santos, J. R., & Nascimento, M. R. *Avaliação de técnicas analíticas para quantificação de elementos em minérios*. Revista Brasileira de Geoquímica, 34(2), 89–103. 2021.
- Oliveira, F. R., & Costa, M. A. *Caracterização geoquímica de concentrados minerais contendo titânio*. Revista Matéria, 23(1), 1–9. 2018.
- Oliveira, P. R., Martins, J. L., & Souza, C. A. *Varição da qualidade de minérios em estocagem estática: uma revisão sistemática*. Revista Tecnologia Mineral, 10(1), 67–82. 2022.
- Pereira, A. M., Lima, R. S., & Ferreira, D. R. *Teores de óxidos metálicos em minérios de ferro e titânio: implicações para a indústria metalúrgica*. REM: Revista Escola de Minas, 72(3), 415–423. 2019.
- Santamarina, J. C., Klein, K., & Fam, M. *Soil Behavior: The Role of Particle Size, Density, and Structure*. Journal of Geotechnical Engineering, 127(4), 309–317. 2001.

- Santos, H. R. *et al.* *Estimativa de massa em pilhas de minério: aplicação da densidade aparente em estudos de estoque*. REM: Revista Escola de Minas, 73(2), 215–223. 2020.
- Santos, T. R., Oliveira, G. S., & Cardoso, A. P. *Impactos dos métodos de empilhamento na homogeneização de minérios*. REM: Revista Escola de Minas, 73(3), 339–348. 2020.
- Silva, J. P., & Reis, R. A. *Propriedades físicas de minérios: fundamentos e aplicações*. Belo Horizonte: UFMG. 2018.
- Silva, J. R., Almeida, P. C., & Souza, L. F. *Caracterização mineralógica e química de depósitos lateríticos do Brasil Central*. Revista Brasileira de Geociências, 51(2), 1–12. 2021.
- Silva, R. A., Pereira, F. C., & Gomes, L. H. *Influência da estocagem na qualidade de minérios metálicos: um estudo de caso*. Revista Brasileira de Engenharia de Minas, 72(2), 45–58. 2018.
- Silva, R. M., & Oliveira, L. F. *Distribuição elementar em diferentes*. 2020.
- Welz, B., & Sperling, M. *Atomic Absorption Spectrometry*. Wiley. 2018.
- Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 9. ed. Cengage Learning. 2017.