

# **Padronização de determinação de perda ao fogo por balanças termogravimétricas automatizadas**

## **Standardization of loss on ignition determination using automated thermogravimetric analyzers**

**Matheus Rodrigues Muniz**  
Bolsista PCI, Técnico em química

**Arnaldo Alcover Neto**  
Supervisor, Químico, D.Sc.

### **Resumo**

Os minerais estratégicos, essenciais para a economia, são definidos pelo "Plano Nacional de Mineração" (PNM-2030) em três categorias: importação, tecnologias avançadas e importância econômica local. A caracterização química desses minerais é crucial, sendo a espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) uma técnica eficaz. A análise por FRX exige preparação da amostra, o cálculo do percentual de perda por calcinação (PPC) para elementos voláteis. O uso de analisadores termogravimétricos (TGA) é mais prático que fornos-mufla, controlando temperatura e atmosfera. O estudo buscou comparar a determinação de PPC em materiais de referência certificados de amostras geológicas e de minério, utilizando um analisador termogravimétrico LECO TGA 701 e mufla, a fim de validar os resultados obtidos por TGA. Resultados concordantes entre duas técnicas foram obtidos apenas para valores de PPC %5.

**Palavras-chaves:** minerais estratégicos, perda por calcinação (PPC), analisador termogravimétrico (TGA), fluorescência de raios-x (FRX).

### **Abstract**

Strategic minerals, essential for the economy, are defined by the "National Mining Plan" (PNM-2030) in three categories: importation, advanced technologies, and local economic importance. The chemical characterization of these minerals is crucial, with X-ray fluorescence spectrometry (XRF) being an effective technique. XRF analysis requires sample preparation, and the calculation of the percentage of loss on ignition (LOI) for volatile elements. The use of thermogravimetric analyzers (TGA) is more practical than muffle furnaces, controlling temperature and atmosphere. The study aimed to compare the determination of LOI in standard reference materials of geological and ore samples, using a LECO thermogravimetric analyzer, model TGA 701 and muffle furnace to validate the results obtained by TGA. Concordant results between the two techniques were only obtained for LOI values above 5%.

**Keywords:** strategic minerals, loss on ignition (LOI), thermogravimetric analyzer (TGA), X-ray fluorescence (XRF).

## **1. Introdução**

Devido à importância dos minerais estratégicos, a caracterização química é crucial. A espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) é utilizada para análise de amostras sólidas, líquidas e pós, abrangendo elementos do sódio ao urânio. Para análises por FRX, a amostra sólida geralmente passa por fusão ou prensagem. Além disso, é essencial determinar o percentual de perda por calcinação (PPC) para elementos voláteis não detectados pela FRX. A análise de PPC envolve o aquecimento da amostra para separar materiais voláteis, podendo ser realizada por fornos-mufla ou analisadores termogravimétricos (TGA). O TGA, mais prático e automatizado, controla temperatura e atmosfera, enquanto a mufla tem custo reduzido, mas requer etapas adicionais e é mais morosa.

## **2. Objetivos**

Validar o método de determinação de PPC em balança analítica automatizada em amostras geológica e de minério, comparando com o procedimento tradicional utilizando o forno-mufla.

## **3. Material e Métodos**

Um analisador termogravimétrico da LECO, modelo TGA 701 e um forno-mufla da JUNG, foram utilizados para a determinação da perda por calcinação a 1000°C de diferentes MRC's existentes nos arquivos do CETEM. Os materiais de referências selecionados foram uma bauxita (BXMG-2), uma argila (IPT-28), uma rocha Greisen (CGL 022), um calcário (BCS-CRM No. 513) e um minério sulfetado (HV-2).

### **3.1. Procedimento analítico para determinação de PPC em forno-mufla e em TGA:**

Os cadinhos de porcelana foram aquecidos a 1000°C por 1 hora para obter a tara, seguido por resfriamento e pesagem. Cinco amostras foram secas a 105°C por 1h30, pesadas em cadinhos tarados após resfriamento. Os cadinhos foram aquecidos a 1000°C por 1 hora para determinar o PPC, calculado como a razão da massa perdida para a massa inicial multiplicada por 100. No método TGA, a secagem prévia não foi necessária, e cadinhos vazios foram pesados para a tara. Em seguida, 1,0 g de cada amostra foram pesados em quintuplicata em cadinhos tarados. Realizou-se uma rampa de aquecimento até 107°C para determinar a umidade, seguida por uma nova rampa até 1000°C para determinar o PPC.

## **4. Resultados e Discussão**

Abaixo estão os valores certificados dos MRC's e os resultados das determinações de PPC na mufla e no TGA, representado por suas médias, os desvios padrões e as recuperações.

#### 4.1. Mufla:

MRC	Certificado (PPC %)	Medido (PPC %)	Recuperação (%)	RSD (%)
BXMG-2	27,50	27,76	101,0	1,73
IPT-28	13,90	14,78	106,3	0,19
CGL 022	1,46	1,54	105,2	1,18
BCS-CRM No. 513	43,61	43,04	98,7	0,38
HV-2	4,72	4,42	93,7	1,44

#### 4.2. TGA:

MRC	Certificado (PPC %)	Medido (PPC %)	Recuperação (%)	RSD (%)
BXMG-2	27,50	28,10	102,2	0,75
IPT-28	13,90	13,89	99,9	0,33
CGL 022	1,46	1,22	83,4	7,10
BCS-CRM No. 513	43,61	43,47	99,7	0,78
HV-2	4,72	3,42	72,4	3,69

Os resultados nas tabelas indicam que MRCs com PPC acima de 5% (BXMG-2, IPT-28 e BCS-CRM No. 513) tiveram boas recuperações em ambas as metodologias, enquanto aqueles com PPC abaixo de 5% (CGL 022 e HV-2) mostraram recuperações insatisfatórias no TGA. Para os materiais de referência com baixo PPC, novos experimentos são recomendados para justificar esses resultados. A precisão foi satisfatória (RSD <7,10%) para todos os MRCs na mufla e no TGA.

### 5. Conclusão

Concluiu-se que o procedimento avaliado de perda por calcinação no TGA em materiais com valores altos de PPC (>5%) foi satisfatório. Por outro lado, para os materiais com baixos valores de PPC (<5%) baixas recuperações foram observadas. Por conta disso, esses materiais serão melhores estudados na continuidade deste trabalho com o intuito em descobrir o motivo de não ficarem com bons resultados.

### 6. Agradecimentos

Agradeço ao CNPq pela oportunidade de bolsa concedida por meio do processo seletivo, ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pelas excelentes condições e infraestrutura da empresa, ao meu supervisor Dr. Arnaldo Alcover Neto e companheiros de trabalho da COAMI.

### 7. Referências Bibliográficas

Plano Nacional de Mineração 2030, Ministério de Minas e Energia, Brasil, 2011. Disponível em: <https://www.gov.br/mme/pt-br> Acesso em: 02/01/2023.