

# **Comparação da determinação de perda ao fogo por analisador termogravimétrico e forno-mufla**

## **Comparison of loss on ignition determination by thermogravimetric analyzer and muffle furnace**

**Matheus Rodrigues Muniz**

Bolsista PCI, Técnico em química.

**Arnaldo Alcover Neto**

Supervisor, Químico, D. Sc.

### **Resumo**

Os minerais estratégicos, essenciais para a economia, são classificados pelo "Plano Nacional de Mineração" (PNM-2030) em três categorias: dependência de importação, tecnologias avançadas e relevância econômica regional. A caracterização química desses minerais é fundamental, sendo a espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) uma técnica eficiente para essa finalidade. A análise por FRX exige a preparação da amostra e o cálculo da perda por calcinação (PPC) para determinar a presença de elementos voláteis. O uso de analisadores termogravimétricos (TGA) é mais conveniente que o uso de fornos-mufla, permitindo o controle preciso da temperatura e da atmosfera. Este estudo teve como objetivo comparar a determinação da PPC em materiais de referência certificados (MRCs) de amostras geológicas e de minérios, utilizando um analisador termogravimétrico e um forno-mufla, a fim de validar os resultados obtidos pelo TGA. Recuperações satisfatórias (entre 90% e 110%) para as duas técnicas foram observadas para os MRCs estudados, além de valores satisfatórios de RSD (abaixo de 10%).

**Palavras-chaves:** minerais estratégicos, perda por calcinação, analisador termogravimétrico, fluorescência de raios-X.

### **Abstract**

Strategic minerals, essential for the economy, are classified by the "National Mining Plan" (PNM-2030) into three categories: import dependency, advanced technologies, and regional economic importance. The chemical characterization of these minerals is crucial, with X-ray fluorescence spectrometry (XRF) being an efficient technique for this purpose. XRF analysis requires sample preparation and the calculation of loss on ignition (LOI) to account for volatile elements. The use of thermogravimetric analyzers (TGA) is more practical than muffle furnaces, as it allows precise control of temperature and atmosphere. This study aimed to compare the determination of LOI in certified reference materials (CRM) of geological and ore samples, using a thermogravimetric analyzer and a muffle furnace, to validate the results obtained by TGA. Satisfactory recoveries (between 90% and 110%) for both techniques were observed for the CRM studied, in addition to satisfactory RSD values (below 10%).

**Keywords:** strategic minerals, loss on ignition, thermogravimetric analyzer, X-ray fluorescence.

## 1. Introdução

A caracterização química dos minerais estratégicos é fundamental dada sua importância. Para analisar amostras sólidas, líquidas ou em pó, utiliza-se amplamente a espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX), que abrange elementos desde o berílio até o urânio.

Para uma análise acurada de FRX, é crucial determinar o percentual de perda por calcinação (PPC) para identificar a quantidade de material volátil na amostra. Esse valor é, então, utilizado no cálculo dos teores dos elementos quantificados pela FRX. O procedimento de PPC mede a perda de massa ao aquecer a amostra a altas temperaturas, podendo ser feito em fornos-mufla ou analisadores termogravimétricos (TGA).

O TGA é considerado mais prático e automatizado, pois oferece controle preciso de temperatura e atmosfera. Já o forno-mufla, embora tenha um custo menor, exige várias etapas, tornando o processo mais laborioso, demorado e suscetível a erros.

## 2. Objetivos

Validar o método de determinação de PPC de amostras geológicas e de minério utilizando o analisador termogravimétrico, comparando com o procedimento tradicional utilizando o forno-mufla. Além disso, avaliar o motivo pelo qual o minério sulfetado tende a ter baixas recuperações quando analisados no TGA.

## 3. Material e Métodos

Um analisador termogravimétrico, modelo TGA 701 da LECO e um forno-mufla da JUNG, foram utilizados para a determinação da perda por calcinação a 1000°C de cinco diferentes materiais de referência certificados (MRCs). Os materiais de referências selecionados foram uma rocha Andesita (CGL 009), um minério sulfetado (CBPA-1), uma bauxita (BXPA-3), um minério não-sulfetado (DC86303) e um minério de terras raras (DC86312). Foram consideradas recuperações satisfatórias aquelas entre 90 e 110% e desvios padrão relativos (RSD) satisfatórios aqueles abaixo de 10%.

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

Para a determinação de PPC no forno-mufla, os cadinhos de porcelana foram aquecidos a 1000°C por 1 hora para obter a tara, seguidos de arrefecimento em dessecador e pesagem. Cinco réplicas de cada amostra foram secas a 105°C por 1 hora, arrefecidas em dessecador e pesadas nos cadinhos tarados. A seguir, os cadinhos contendo as amostras foram novamente aquecidos a 1000°C por 1 hora, arrefecidos em dessecador e pesados para a determinação do PPC, que é calculado pela razão entre a massa perdida e a massa inicial, multiplicada por 100. Para a análise de TGA, foi feita uma mudança nos parâmetros do método utilizado no projeto anterior, que é a utilização de um gás inerte (nitrogênio) durante a análise, buscando evitar a oxidação do sulfeto. Os cadinhos vazios foram pesados e tarados pelo próprio equipamento. Em seguida, 1,0 g de cada amostra foi pesada em quintuplicata nos cadinhos tarados. O aquecimento consistiu em uma primeira rampa até 105°C para determinar a umidade, seguido por uma segunda rampa até 1000°C para calcinar as amostras e determinar o PPC até peso constante.

#### 4. Resultados e Discussão

Os valores de PPC certificados e os resultados de PPC medidos na mufla e no TGA, representados por suas médias, desvios padrões relativos e as recuperações são mostrados nas Tabelas 1 e 2, respectivamente.

Tabela 1. Resultados de PPC certificados e medidos no forno-mufla.

MRC	Certificado (PPC %)	Medido (PPC %)	Recuperação (%)	RSD (%)
CGL 009	1,39	1,38	99,3	3,1
CBPA-1	3,80	3,52	93	0,77
BXPA-3	28,2	27,6	98	0,78
DC86303	1,48	1,52	103	2,1
DC86312	6,80	6,93	102	0,98

Tabela 2. Resultados de PPC certificados e medidos no TGA.

MRC	Certificado (PPC %)	Medido (PPC %)	Recuperação (%)	RSD (%)
CGL 009	1,39	1,30	93,2	3,7
CBPA-1	3,80	3,80	100,1	0,68
BXPA-3	28,2	28,4	101	< 0,1
DC86303	1,48	1,44	97,2	1,93
DC86312	6,80	6,66	98	0,57

Ambas as metodologias demonstraram ser eficazes e robustas para a determinação de PPC na maioria das amostras geológicas e de minérios analisadas. De acordo com os critérios de aceitação definidos, todos os resultados foram considerados satisfatórios. Embora ambas as técnicas tenham fornecido resultados válidos para os demais MRCs, a superioridade do TGA para a amostra sulfetada é clara. Além da exatidão comprovada, o método TGA apresenta vantagens operacionais, como o controle preciso da atmosfera e da temperatura e a automação do processo, em contraste com o procedimento manual, demorado e mais suscetível a erros do forno-mufla.

#### 5. Conclusão

Os resultados indicaram que recuperações satisfatórias para as duas técnicas foram observadas para os MRCs estudados. Todos os valores de RSD foram satisfatórios para ambas as técnicas. Logo, isso confirma a importância de se utilizar um gás inerte para as análises feitas no TGA.

#### 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: 10/10/2025.

CRICHTON, T. G., & FINNIE, G. A. (2016). *Thermogravimetric analysis of geological samples: A comparison of TGA and LOI techniques for determining volatile contents*. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 124, 89-95.

MÁRIA FOLDVÁRI. Handbook of thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice. Budapest: Geological Institute Of Hungary, 2011.