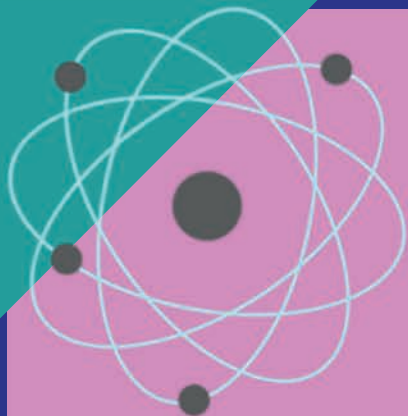




ANAIIS



XXXIV Jornada de Iniciação Científica e
X Jornada de Iniciação em Desenvolvimento
Tecnológico e Inovação

XXXIV *JIC & JIDTI* **X**

CETEM - Centro de Tecnologia Mineral
Rio de Janeiro - RJ

19 e 20
AGOSTO



CETEM
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO



PRESIDÊNCIA DA REPÚBLICA

Luiz Inácio Lula da Silva

Presidente

MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO

Luciana Santos

Ministra de Estado

Luis Manuel Rebelo Fernandes

Secretário Executivo

Isa Assef dos Santos

Subsecretária de Unidades de Pesquisa e Organizações Sociais

CETEM – CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

Silvia Cristina Alves França

Diretora

Robson Araujo D'Avila

Coordenador de Administração - COADM

Andréa Camardella de Lima Rizzo

Coordenadora de Planejamento, Gestão e Inovação - COPGI

Paulo Fernando Almeida Braga

Coordenador de Processamento e Tecnologias Minerais - COPTM

Marisa Nascimento

Coordenadora de Processos Metalúrgicos e Ambientais - COPMA

Leonardo Luiz Lyrrio da Silveira

Coordenador de Rochas Ornamentais - CORON

Arnaldo Alcover Neto

Coordenador de Análises Minerais - COAMI

CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL

**XXXIV JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E
X JORNADA DE INICIAÇÃO EM
DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
E INOVAÇÃO**

34 anos incentivando novos talentos para o setor mineral

Rio de Janeiro, 19 e 20 de agosto de 2026.

Copyright © 2026 CETEM/MCTI

Todos os direitos reservados.
Qualquer parte desta publicação pode ser reproduzida, desde que citada a fonte e atribuídos os devidos créditos. (Lei n. 9.610, de 19/2/1998).

COMISSÃO INSTITUCIONAL DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

COORDENADOR

Dr. Luiz Carlos Bertolino

MEMBROS

Thatyana Pimentel Rodrigo de Freitas
Caroline Rodrigues dos Santos Brigido
Felipe Emerson Andre Alves
Kayrone Marvila de Almeida
Marcelo de Luccas Dourado

COMISSÃO EXTERNA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

Dr. Rogério Ribeiro Pinto (Escola de Engenharia de São Carlos/USP) - Presidente da Banca
Dr. Fabiano R. Faulstich (Museu Nacional/UFRJ)
Dra. Fernanda Veronesi (Instituto de Química/UFRJ)
Dr. Francisco M. Santos Garrido (Instituto de Química/UFRJ)
Dr. José Antônio Sena (IBGE)
Dra. Kátia Leite Mansur (Instituto de Geociências/UFRJ)
Dr. Leonardo da Costa Bastos (CETEM)
Dr. Pedro Paulo Medeiros Ribeiro (Escola Politécnica e COPPE/UFRJ)

DIGITAÇÃO

Todos os textos, resultados e informações apresentadas nesta edição são de inteira responsabilidade de seu(s) autor(es)

EDITORACÃO

Valéria Cristina de Souza

ARTE GRÁFICA

André Luiz Costa Alves

Informações:

CETEM – Centro de Tecnologia Mineral
Av. Pedro Calmon, 900 – Cidade Universitária
21941-908 – Rio de Janeiro – RJ
Homepage: <https://www.gov.br/cetem/pt-br>

CIP – Catalogação na Publicação

J82

Jornada de Iniciação Científica (34.: 2026: Rio de Janeiro, RJ)
Anais da XXXIV Jornada de Iniciação Científica e X Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação [recurso eletrônico] / Luiz Carlos Bertolino (coord.). – Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2026.

269p.

ISBN 978-65-5919-108-6

1. Ciência e Tecnologia. 2. Pesquisa. I. Centro de Tecnologia Mineral. II. Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (10.: 2026: Rio de Janeiro, RJ) III. Bertolino, Luiz Carlos. (coord.). IV. Título.

CDD 509.81

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca do CETEM/MCTI
Bibliotecário(a) Rosana Silva de Oliveira CRB7 – 5849

PREFÁCIO

É com satisfação que apresentamos os Anais da XXXIV Jornada de Iniciação Científica (JIC) e X Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (JIDTI), promovidas pelo Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) nos dias 19 e 20 de agosto de 2026, realizadas de forma presencial e on-line transmitidas para o público por meio do canal do CETEM, no YouTube. Foram 48 trabalhos apresentados. Desses, 48 foram de Iniciação Científica e Tecnológica, cinco de Estágio e quatro vinculados a projetos apoiados pelo CNPq e pela FAPES. Além disso, oito trabalhos foram exibidos no formato de pôster.

Os trabalhos apresentados abrangeram diversas áreas do conhecimento relacionadas ao tratamento, beneficiamento e caracterização química e mineralógica de minérios e de rejeitos da mineração, hidrometalurgia e bioprocessos, diagnósticos da mineração (avaliação do ciclo de vida e toxicologia), tecnologias ambientais e tecnologias para o desenvolvimento sustentável, patrimônio, alteração e rochas ornamentais entre outros. Os 48 autores envolvidos nesses trabalhos mostram a importância do desenvolvimento científico, com foco na inovação tecnológica para o setor minerometalúrgico, o que está de acordo com a missão institucional do CETEM.

Durante a XXXIV JIC & X JIDTI, as pesquisas realizadas pelos bolsistas de IC, IT e estagiários no CETEM foram divulgadas à comunidade na forma de comunicações orais públicas, constituindo-se num mecanismo de socialização do conhecimento e de aprimoramento das pesquisas, por meio das arguições realizadas pelos membros da banca, a qual foi composta pelos professores e pesquisadores Dr. Rogério Ribeiro Pinto (Escola de Engenharia de São Carlos/USP) - Presidente da Banca, Dr. Fabiano R. Faulstich (Museu Nacional/UFRJ), Dra. Fernanda Veronesi (Instituto de Química/UFRJ), Dr. Francisco M. Santos Garrido (Instituto de Química/UFRJ), Dr. José Antônio Sena (IBGE), Dra. Kátia Leite Mansur (Instituto de Geociências/UFRJ), Dr. Leonardo da Costa Bastos (CETEM) e Dr. Pedro Paulo Medeiros Ribeiro (Escola Politécnica e COPPE/UFRJ).

Os bolsistas são oriundos das seguintes instituições de ensino do estado do Rio de Janeiro e do Espírito Santo: Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ), Universidade Federal Fluminense (UFF), Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Instituto Federal do Espírito Santo (IFES).

Os melhores trabalhos da XXXIV JIC & X JIDTI de acordo com a banca avaliadora foram:

DESTAQUE DOS DESTAQUES

BOLSISTA:	EVANDRO FONSECA FILGUEIRAS.
TRABALHO:	MAPEAMENTO ESTRUTURAL DE MACIÇO ROCHOSO COM USO DE VEÍCULOS AÉREOS NÃO TRIPULADOS (VANTS) PARA APOIO AO PLANEJAMENTO DE LAVRA DE ROCHAS ORNAMENTAIS.
ORIENTADORES:	KAYRONE MARVILA DE ALMEIDA E LEONARDO LUIZ LYRIO DA SILVEIRA.

DESTAQUE METALURGIA EXTRATIVA E BIOPROCESSOS

BOLSISTA:	ANA BEATRIZ B. NOGUEIRA DA GAMA.
TRABALHO:	PRODUÇÃO E APLICAÇÃO DE BIOPOLÍMEROS NA BIOMINERAÇÃO.
ORIENTADORES:	CLÁUDIA DUARTE DA CUNHA E DANIELE LEONEL DA ROCHA.

DESTAQUE PROCESSAMENTO MINERAL

BOLSISTA:	NICHOLAS MORSE WILLEMAN.
TRABALHO:	ESTUDO COMPARATIVO DA INTERAÇÃO AMINA-QUARTZO NA PRESENÇA DOS ÍONS Na^+ E Mg^{2+} .
ORIENTADORES:	MAIRA RIVERS NOGUEIRA ALVARES E MARISA BEZERRA DE MELLO MONTE.

DESTAQUE CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA, TECNOLÓGICA E QUÍMICA ANALÍTICA

BOLSISTA: PABLO TEIXEIRA DE MELLO.

TRABALHO: CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DO CARÁTER TECNOLÓGICO DE BENTONITAS DA REGIÃO DE SOSSEGO, PARAÍBA.

ORIENTADORES: LUIZ CARLOS BERTOLINO E ERNESTO ADLER LICURSI.

DESTAQUE PATRIMÔNIO, ALTERAÇÃO E ROCHAS ORNAMENTAIS

BOLSISTA: LÍVIA MANUELA GOMES CAETANO.

TRABALHO: PEDRA CARIRI: REGISTRO GEOLÓGICO E IDENTIDADE DE UM POVO.

ORIENTADORES: NÚRIA FERNÁNDEZ CASTRO, ISMAR DE SOUZA CARVALHO E ROBERTO CARLOS DA CONCEIÇÃO RIBEIRO.

DESTAQUE MEIO AMBIENTE, ECONOMIA CIRCULAR E POLÍTICA MINERAL

BOLSISTA: KEVIN DELINSK BOMFIM STADLER.

TRABALHO: METODOLOGIA DO FLUXO LTBT NA ANÁLISE DA CFEM E DA GESTÃO TERRITORIAL: PROPOSTA E APLICAÇÃO AO CIRCUITO DO CAULIM EM VITÓRIA DO JARI-AP.

ORIENTADORES: FÁBIO GIUSTI AZEVEDO DE BRITTO E LUCIANA MARELLI MOFATI.

Com a realização da XXXIV JIC & X JIDTI e publicação destes anais, encerramos mais um ciclo de aprendizado e desenvolvimento científico e tecnológico pelos bolsistas do CETEM, que culmina na disseminação do conhecimento e colabora na formação de alunos aptos, tanto para a carreira científica, quanto para o mercado de trabalho. A coordenação dos programas institucionais PIBIC e PIBITI e a diretoria do CETEM parabenizam a todos os envolvidos pela dedicação e pelos excelentes trabalhos apresentados.

Dra. Silvia Cristina Alves França
Diretora do CETEM

Dr. Luiz Carlos Bertolino
Coordenador do Programa Institucional PIBIC e PIBITI

A INFLUÊNCIA DA PORCENTAGEM DE SÓLIDOS NA DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE BOLHAS EM FLOTAÇÃO

THE INFLUENCE OF SOLIDS CONTENT ON BUBBLE SIZE DISTRIBUTION IN FLOTATION

Aline Silva Costa

Aluno de Graduação em química industrial, 7º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro UFRJ
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026
aline_costa510@eq.ufrj.br

Hudson Jean Bianquini Couto

Orientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
hcouto@cetem.gov.br

RESUMO

A distribuição do tamanho de bolhas (DTB) desempenha papel fundamental no desempenho da flotação, uma vez que influencia a interação entre partículas minerais e bolhas de ar. Entre os fatores que afetam esse parâmetro, destaca-se a porcentagem de sólidos da polpa, capaz de modificar propriedades físico-hidrodinâmicas do meio e, consequentemente, os mecanismos de quebra e coalescência das bolhas. Nesse contexto, o presente trabalho analisou a influência da porcentagem de sólidos sobre a DTB em uma célula mecânica de flotação *Magotteaux*, considerando as porcentagens de sólidos de 0, 10, 20, 30 e 40% e comparou o desempenho dos espumantes CADM 24-350 e Senfroth 100. As imagens das bolhas foram obtidas utilizando o equipamento *Anglo Platinum Bubble Sizer* (APBS) e posteriormente processadas no *software* APBS para a determinação da distribuição do tamanho de bolhas e do diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$). Os resultados mostraram que o aumento da porcentagem de sólidos promoveu o aumento do $D_{3,2}$ para ambos os espumantes até a condição de 30%. O espumante CADM 24-350 apresentou maior sensibilidade evidenciada pelo aumento mais acentuado do $D_{3,2}$ (0,61 para 1,02 mm) e pela extensa faixa de distribuição do tamanho de bolhas, enquanto o Senfroth 100 apresentou comportamento mais estável, com variações concentrada entre 0,25 e 0,50 mm na DTB ao longo das condições avaliadas. Na condição de 40% (m/m), observou-se uma redução do $D_{3,2}$ para ambos os espumantes.

Palavras chave: Bolhas; sistema trifásico; análise de imagens; porcentagem de sólidos; distribuição de tamanho de bolha; espumante.

ABSTRACT

Bubble size distribution (BSD) plays a fundamental role in flotation performance, as it directly influences the interaction between mineral particles and air bubbles. Among the factors affecting this parameter, the pulp solids concentration stands out due to its influence on the hydrodynamic properties of the system and, consequently, on the mechanisms of bubble breakup and coalescence. In this context, the present study evaluated the influence of solids concentration on BSD in a *Magotteaux* mechanical flotation cell, considering solids contents of 0, 10, 20, 30, and 40%, and compared the performance of the furthers CADM 24-350 and Senfroth 100. Bubble images were acquired using the *Anglo Platinum Bubble Sizer* (APBS) system and subsequently processed with the APBS software to determine the bubble size distribution and the Sauter mean diameter ($D_{3,2}$). The results showed that increasing the solids concentration promoted an increase in $D_{3,2}$ for both furthers up to 30% solids. CADM 24-350 exhibited greater sensitivity to solids concentration, as evidenced by the more pronounced

increase in $D_{3,2}$ (from 0.61 to 1.02 mm) and the broader bubble size distribution. In contrast, Senfroth 100 showed a more stable behavior, with most bubbles remaining within the 0.25-0.50 mm size range throughout the evaluated conditions. At 40% solids, a reduction in $D_{3,2}$ was observed for both frothers.

Keywords: Bubble size; three-phase system; image analysis; solids concentration; bubble size distribution; frother.

1. INTRODUÇÃO

A flotação é um dos principais processos empregados na concentração de minérios, sendo amplamente utilizada para promover a separação de partículas com diferentes propriedades de superfície. O processo baseia-se na interação entre partículas hidrofóbicas e bolhas de ar, que transportam essas partículas para a espuma, enquanto as partículas hidrofílicas permanecem na polpa e são removidas como rejeito (ATA et al., 2004; SANTANA et al., 2008). A eficiência dessa separação depende principalmente do sucesso da interação entre a partícula e a bolha, dividida em três etapas essenciais: a colisão, a adesão e a estabilidade do agregado partícula-bolha (BASAROVÁ; HUBICKA, 2014; CHENG et al., 2017; XING et al., 2017).

Essa interação é influenciada por fatores físicos e químicos. O tamanho das bolhas e das partículas determina a chance de colisão, enquanto a adição de reagentes modifica a superfície do mineral para garantir a sua adesão à bolha (ESKANLOU et al., 2018). Paralelamente, a formação e o tamanho das bolhas são controlados por variáveis como a entrada de ar, a velocidade de agitação, a dosagem de espumante e as características da própria polpa (CHO; LASKOWSKI, 2002).

Nesse contexto, a porcentagem de sólidos na polpa desempenha um papel fundamental, pois altera a viscosidade, a densidade e a turbulência do meio, afetando diretamente os mecanismos de quebra e de coalescência das bolhas e, conseqüentemente, a distribuição do tamanho de bolhas. Embora diversos estudos tenham investigado os fatores que afetam a DTB, a influência da porcentagem de sólidos em células mecânicas de flotação, ainda permanece pouco explorada na literatura (ZHANG; FINCH, 2014).

2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência da porcentagem de sólidos na distribuição do tamanho de bolhas (DTB) em um sistema trifásico de flotação, utilizando técnicas de análise de imagens para determinar o diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) e comparar o desempenho dos espumantes CADM 24-350 e Senfroth 100.

3. METODOLOGIA

3.1 Amostras e Reagentes

Para a realização deste estudo, foi utilizado um rejeito *rougher* + *scavenger* proveniente de uma planta de beneficiamento de minério de cobre. A amostra foi caracterizada por difração de raios X (DRX), análise granulométrica e picnometria. Nos ensaios de flotação, foram usados os espumantes CADM 24-350 (1%) e Senfroth 100 (1%), além do coletor PAX (1%). O pH da polpa foi ajustado para 10,5 por meio da adição de uma solução de hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2) a 5%.

3.2 Teste de Flotação

Os ensaios foram conduzidos em uma célula de flotação mecânica Magotteaux, modelo FM001, pertencente ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM). Inicialmente, a polpa foi condicionada por 3 minutos com o coletor PAX, na dosagem de 25 g/t, e com o espumante, na dosagem de 20 mg/L. Em seguida, o pH foi ajustado para 10,5 por meio da adição de uma solução de hidróxido de cálcio (Ca(OH)_2). Em todos os ensaios, as condições operacionais foram mantidas constantes, adotando-se rotação do impelidor de 800 rpm, vazão de ar de 5 L/min e dosagens

fixas dos reagentes. As variáveis experimentais avaliadas foram o espumante utilizado (CADM 24-350 e Senfroth 100) e a porcentagem de sólidos da polpa (0, 10, 20, 30 e 40%). Após a estabilização do sistema, foram adquiridas imagens das bolhas para posterior determinação da distribuição do tamanho de bolhas (DTB) e do diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$).

3.3 Captura e Análise das Imagens

A aquisição das imagens das bolhas foi realizada utilizando o equipamento Anglo Platinum Bubble Sizer (APBS), desenvolvido pela Stone Three Mining (África do Sul), acoplado a uma câmera digital Canon PowerShot S95. Para cada condição experimental, foram obtidas, no mínimo, três imagens, posteriormente processadas e analisadas no software APBS (Bubble Sizer), que permite a identificação e a medição do diâmetro das bolhas.

A distribuição do tamanho de bolhas (DTB) foi avaliada por meio da análise das imagens obtidas, sendo o diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) adotado como parâmetro representativo da distribuição, conforme a Equação 1, em que n representa o número total de bolhas, i corresponde à i -ésima classe de diâmetro, n_i é o número de bolhas com diâmetro D_i e D_i representa o diâmetro da respectiva classe.

$$D_{3,2} = \frac{\sum_{i=1}^n n_i \cdot D_i^3}{\sum_{i=1}^n n_i \cdot D_i^2} \quad (1)$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta a distribuição do tamanho de bolhas em função da porcentagem de sólidos (0 - 40%) para os espumantes CADM 24-350 (a) e Senfroth 100 (b), ambos na concentração de 20 mg/L. Observam-se comportamentos distintos entre os espumantes à medida que a porcentagem de sólidos aumenta. Para o CADM 24-350 (Figura 1.a), as distribuições obtidas em 0% e 10% de sólidos apresentaram elevada concentração de bolhas na faixa de 0,25-0,353 mm, correspondendo a aproximadamente 39% e 36% da frequência relativa, respectivamente. Contudo, a partir de 20% de sólidos, o pico de frequência deslocou-se para a faixa de 0,5 a 0,707 mm e atingiu aproximadamente 31%, evidenciando um alargamento da distribuição. Além disso, nas condições de 30% e 40% de sólidos observou-se maior ocorrência de bolhas com diâmetros superiores a 1 mm, indicando o surgimento de uma distribuição mais heterogênea. Em contraste, o Senfroth 100 (Figura 1.b) apresentou menor sensibilidade ao aumento da porcentagem de sólidos. Embora, em sistema bifásico (0%), sua distribuição tenha sido ligeiramente mais ampla quando comparada à do CADM 24-350, para todas as condições avaliadas, a maior parte das bolhas permaneceu concentrada entre 0,25 e 0,50 mm, não sendo observado aumento expressivo da frequência de bolhas com diâmetro superior a 1 mm, mesmo na condição de 40% de sólidos. Esses resultados indicam que o Senfroth 100 manteve uma distribuição mais estável ao longo das diferentes condições experimentais.

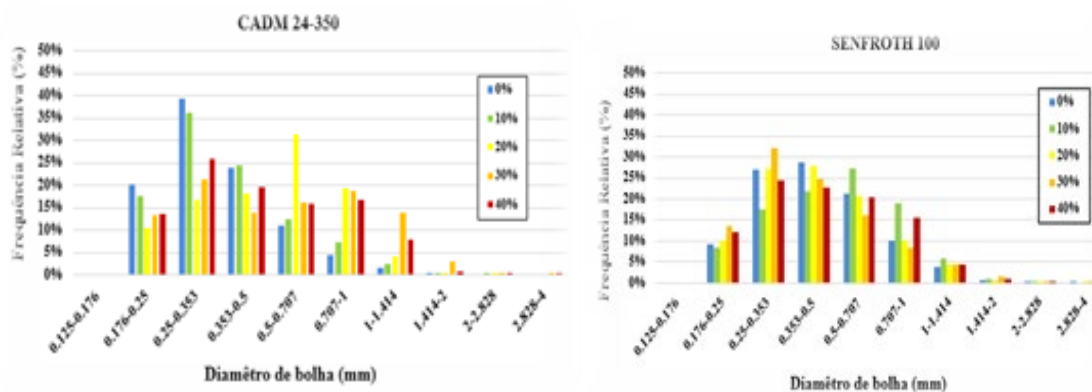


Figura 1: Distribuição de tamanho de bolha sob diferentes porcentagens de sólidos(m/m%) para 20 mg/L dos espumantes CADM 24-350 (a) e do Senfroth 100 (b).

Segundo Kuan e Finch (2010) e Vazirizadeh et al. (2016), a presença de partículas minerais pode favorecer a coalescência das bolhas por meio da adsorção de moléculas de espumante sobre a superfície dos sólidos, reduzindo a concentração de reagente disponível na interface gás-líquido. Além disso, a presença das partículas pode favorecer a formação de pontes entre bolhas, intensificando os mecanismos de coalescência. Dessa forma, os resultados obtidos corroboram os mecanismos descritos na literatura, evidenciando que o aumento da porcentagem de sólidos influencia a distribuição do tamanho de bolhas, sendo esse efeito mais pronunciado para o espumante CADM 24-350.

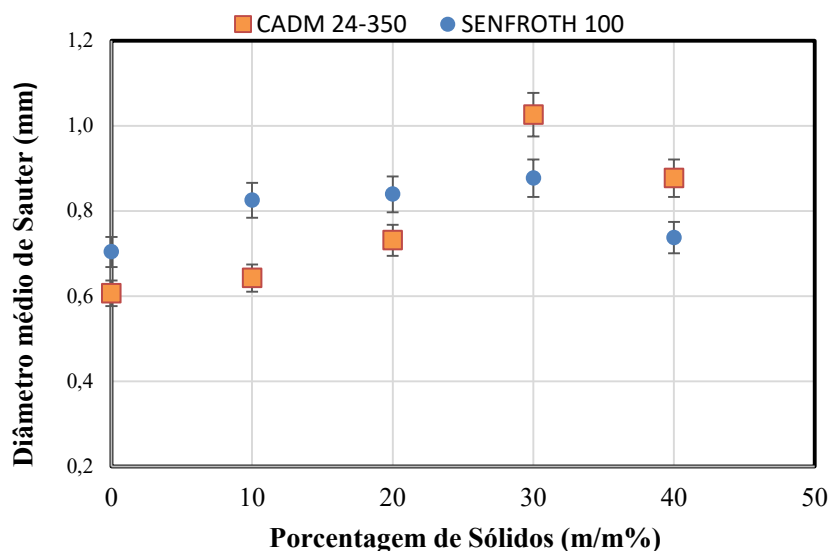


Figura 2: Diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) em função da concentração de sólidos para os espumantes CADM 24-350 e Senfroth 100.

A Figura 2 apresenta a variação do diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) em função da porcentagem de sólidos para os dois reagentes. Para ambos os espumantes, observou-se a elevação do $D_{3,2}$ com o aumento da porcentagem de sólidos até 30%, indicando a formação de bolhas de maior diâmetro. O CADM 24-350 apresentou a maior variação, com aumento de aproximadamente 0,61 para 1,02 mm, enquanto o Senfroth 100 exibiu um aumento mais moderado, variando de 0,70 para 0,88 mm, corroborando as tendências observadas na Figura 1. Na condição de 40%, verificou-se redução do $D_{3,2}$ para ambos os espumantes (0,88 mm para o CADM 24-350 e 0,73 mm para o Senfroth 100). Esse comportamento pode estar relacionado às alterações hidrodinâmicas do sistema em elevadas porcentagem de sólidos, que afetam simultaneamente os mecanismos de coalescência e quebra de bolhas.

5. CONCLUSÃO

O presente estudo avaliou a influência da porcentagem de sólidos sobre a distribuição do tamanho de bolhas em um sistema trifásico de flotação utilizando os espumantes CADM 24-350 e Senfroth 100. Os resultados demonstraram que o aumento da porcentagem de sólidos promoveu a elevação do diâmetro médio de Sauter ($D_{3,2}$) para ambos os espumantes até a condição de 30%. O CADM 24-350 apresentou maior sensibilidade ao aumento da porcentagem de sólidos, evidenciada pelo acréscimo mais acentuado do $D_{3,2}$ (0,61 para 1,02 mm) e pelo alargamento da distribuição do tamanho de bolhas (0,176 a 4 mm). Em contrapartida, o Senfroth 100 mostrou uma distribuição mais homogênea (entre 0,25 e 0,50 mm) e menor variação do $D_{3,2}$ ao longo das condições avaliadas (0,70 para 0,82 mm), indicando maior estabilidade frente ao aumento da porcentagem de sólidos. Na condição de 40%, observou-se uma redução do $D_{3,2}$ para ambos os espumantes, sugerindo que, em elevadas concentrações de sólidos, alterações nas condições hidrodinâmicas da polpa podem influenciar simultaneamente os mecanismos de coalescência e quebra de bolhas.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador Dr. Hudson J.B. Couto, ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, ao Dr. Elves Matiole e todo a equipe do CETEM pelo apoio e ao CETEM pela infraestrutura.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ATA, S.; AHMED, N.; JAMESON, G. J. The effect of hydrophobicity on the drainage of gangue minerals in flotation froths. *Minerals Engineering*, Oxford, v. 17, n. 7-8, p. 897-901, 2004. DOI: 10.1016/j.mineng.2004.04.005.

BASAŘOVÁ, P.; HUBIČKA, M. The collision efficiency of small bubbles with large particles. *Minerals Engineering*, Oxford, v. 66, p. 230-233, 2014. DOI: 10.1016/j.mineng.2014.06.006.

CHENG, G.; SHI, C.; YAN, X.; ZHANG, Z.; XU, H.; LU, Y. A study of bubble-particle interactions in a column flotation process. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, Wrocław, v. 53, n. 1, p. 18-30, 2017. DOI: 10.5277/ppmp170102.

CHO, Y. S.; LASKOWSKI, J. S. Effect of flotation frothers on bubble size and foam stability. *International Journal of Mineral Processing*, Amsterdam, v. 64, n. 2-3, p. 69-80, 2002. DOI: 10.1016/S0301-7516(01)00064-3.

ESKANLOU, A.; KHALESİ, M. R.; ABDOLLAHY, M. Bubble loading profiles in a flotation column. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, Wrocław, v. 54, n. 2, p. 355-362, 2018. DOI: 10.5277/ppmp1819.

KUAN, S. H.; FINCH, J. A. Impact of talc on pulp and froth properties in F150 and 1-pentanol frother systems. *Minerals Engineering*, Oxford, v. 23, n. 12, p. 1003-1009, 2010.

SANTANA, R. C.; FARNESE, A. C.; FORTES, M. C.; ATAÍDE, C. H.; BARROZO, M. A. S. Influence of particle size and reagent dosage on the performance of apatite flotation. *Separation and Purification Technology*, Amsterdam, v. 64, n. 1, p. 8-15, 2008. DOI: 10.1016/j.seppur.2008.09.004.

XING, Y.; GUI, X.; CAO, Y. Effect of bubble size on bubble-particle attachment and film drainage kinetics: A theoretical study. *Powder Technology*, Lausanne, v. 322, p. 140-146, 2017. DOI: 10.1016/j.powtec.2017.09.007.

ZHANG, W.; FINCH, J. A. Effect of solids on pulp and froth properties in flotation. *Journal of Central South University*, Changsha, v. 21, n. 4, p. 1461-1469, 2014. DOI: 10.1007/s11771-014-2086-1.

PRODUÇÃO E APLICAÇÃO DE BIOPOLÍMEROS NA BIOMINERAÇÃO

PRODUCTION AND APPLICATION OF BIOPOLYMERS IN BIOMINING

Ana Beatriz Barcelos Nogueira da Gama

Aluno de Graduação em Química Industrial 10º período, Universidade UFRJ

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: abril de 2026 a agosto de 2026

biabarcelos2000@gmail.com

Cláudia Duarte da Cunha

Orientadora, Engenharia Química, D.Sc.

ccunha@cetem.gov.br

Daniele Leonel da Rocha

Coorientadora, Química, D.Sc.

dleonel@cetem.gov.br

RESUMO

Os biopolímeros microbianos, como as substâncias poliméricas extracelulares (EPS), apresentam elevado potencial biotecnológico para aplicação industrial em biomineração, biolixiviação e bioissorção seletiva de metais no setor minerometalúrgico. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivo a produção e recuperação de EPS sintetizado pela bactéria *Paenibacillus polymyxa* em meio líquido simplificado composto por sacarose e extrato de levedura. Para a avaliação dos componentes nutricionais, foi realizado um planejamento experimental fatorial 2^2 , variando as concentrações de fontes de carbono e nitrogênio sob agitação constante pelo período de 24h. Ao final do ensaio, a biomassa foi centrifugada e a EPS foi recuperada do sobrenadante, sendo obtida por precipitação imediata com etanol, confirmando a síntese do polímero. A maior produção do biopolímero ocorreu na presença das maiores concentrações de sacarose (250 g/L), alcançando a produção máxima de 46,8 g/L de EPS. O resultado foi confirmado pela análise estatística realizada no software Statistica, indicando que a concentração de sacarose foi a única variável com efeito significativo e que o aumento da concentração promoveu maior produção de EPS, confirmando análises preliminares de triagem e direcionando as próximas etapas de otimização.

Palavras-chave: EPS, *Paenibacillus polymyxa*, biomineração, bioissorção.

ABSTRACT

Microbial biopolymers, such as extracellular polymeric substances (EPS), exhibit high biotechnological potential for industrial applications in biomining, bioleaching, and selective metal biosorption in the mining sector. In this context, this work aimed to produce and recover EPS using the bacterium *Paenibacillus polymyxa* grown in a simplified liquid medium containing sucrose and yeast extract. A 2^2 factorial experimental design was conducted, systematically varying the concentrations of carbon and nitrogen sources under constant agitation over a 24-hour period. At the end of the assay, cell biomass was removed and EPS was recovered from the supernatant, obtaining immediate precipitation with ethanol that confirmed polymer synthesis. The highest biopolymer production occurred at the highest sucrose concentration tested (250 g/L), reaching a maximum yield of 46.8 g/L of EPS. This result was supported by statistical analysis conducted using Statistica software, which indicated that sucrose concentration was the only variable with a significant effect and that increasing its concentration promoted higher EPS production, validating preliminary screening analyses and guiding process optimization.

Keywords: EPS, *Paenibacillus polymyxa*, biomining, biosorption.

1. INTRODUÇÃO

A biotecnologia aplicada ao setor minerometalúrgico desponta como alternativa sustentável para a remediação ambiental e o processamento mineral através da biomineração (MARTINS et al., 2008). Nesse cenário, ganham destaque as substâncias poliméricas extracelulares (EPS), macromoléculas complexas constituídas principalmente por polissacarídeos e proteínas, podendo conter ácidos urônicos, lipídeos entre outros componentes, secretados por microrganismos (SHI et al., 2017; DIAS et al., 2019). Devido à presença de grupos funcionais ionizáveis (carboxila, fosfato e hidroxila), as EPS podem apresentar carga líquida negativa em pH operacional, permitindo a complexação de cátions metálicos em solução. Essa característica viabiliza sua aplicação industrial na biossorção de metais pesados e dependendo das suas propriedades, em processos de biofloculação (MARTINS et al., 2008; DIAS et al., 2019). Para a síntese desses biopolímeros, a bactéria Gram-positiva *Paenibacillus polymyxa*, destaca-se pelo seu potencial de aplicação biotecnológica e à sua elevada eficiência na produção de exopolissacarídeos específicos, como curdlana e levana, quando cultivada em meios simples à base de sacarose e extrato de levedura (RAFIGH et al., 2014; LIANG; WANG, 2015).

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo a produção de substâncias poliméricas extracelulares (EPS) em escala de bancada a partir do cultivo da bactéria *Paenibacillus polymyxa*, visando sua futura aplicação em processos de biomineração. Os objetivos específicos incluem:

- Realizar o cultivo celular em meio líquido contendo diferentes concentrações de sacarose e extrato de levedura;
- Executar as etapas de *downstream* para recuperação, secagem e quantificação do polímero bruto.

3. METODOLOGIA

3.1. Preparo do Meio de Cultivo e Inoculação

O meio de cultivo líquido foi preparado em água destilada utilizando sacarose como fonte de carbono e extrato de levedura como fonte de nitrogênio. Para avaliar a influência de diferentes condições nutricionais na síntese de EPS, os tratamentos foram preparados com variações nas concentrações desses componentes, objetivando a maximização da produção de EPS e a redução de custos. Inicialmente, foi realizado um pré-inóculo para ativação celular da cultura de *Paenibacillus polymyxa* por 22 horas, sendo formulado com 250 g/L de sacarose e 6 g/L de extrato de levedura. O delineamento experimental 2² com triplicata do ponto central contou com 7 sistemas de tratamento no total. Os tratamentos 1 a 7 atuaram como os ensaios analíticos de produção, sendo inoculados simultaneamente com uma alíquota padronizada de 10% (v/v) do pré-inóculo ativo. A composição detalhada de cada meio está sistematizada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição dos meios de cultivo para produção de EPS por *Paenibacillus polymyxa*.

Tratamentos	Sacarose (g/L)	Extrato de levedura (g/L)
1	150	2
2	150	10
3	250	2
4	250	10
5	200	6
6	200	6
7	200	6

3.2. Processo Fermentativo e Downstream

A fermentação ocorreu em frascos Erlenmeyer de 250 mL contendo 10 mL de volume útil do meio de cultivo, inoculados com 10% (v/v) de pré-inóculo. O processo foi mantido sob agitação orbital constante de 150 rpm a 30 °C por um período de 24 horas. Na etapa de *downstream*, os frascos foram submetidos à fervura por 15 minutos para promover o desprendimento dos exopolissacarídeos (EPS) capsulares associados à parede celular. Em seguida, a biomassa celular foi separada por centrifugação a 4.000 rpm por 15 minutos e descartada. Ao sobrenadante límpido, adicionou-se etanol absoluto gelado na proporção de 3:1 (etanol:sobrenadante), e a mistura foi mantida a 4 °C por 24 horas para a precipitação química dos polímeros. Por fim, o precipitado foi coletado por nova centrifugação, seco a 60 °C até peso constante e pesado para a determinação da massa e cálculo do rendimento final (g/L).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Aspectos Visuais do Cultivo de *Paenibacillus polymyxa*

Durante o período de fermentação bacteriana conduzido em mesa agitadora, foi possível monitorar qualitativamente o crescimento de *Paenibacillus polymyxa* e a presença de metabólitos no meio líquido. Como podem ser observados na figura 1, os frascos Erlenmeyer apresentaram aumento acentuado da turbidez do meio de cultivo, acompanhado por um visível incremento da viscosidade ao longo do período.



Figura 1: Crescimento de *Paenibacillus polymyxa*. (A) em frascos Erlenmeyer dos ensaios do planejamento experimental e (B) coloração de Gram para avaliar a pureza.

Essas alterações macroscópicas são indícios clássicos do crescimento bacteriano exponencial e da concomitante secreção de polímeros solúveis no meio, indicando que o microrganismo respondeu de forma positiva ao estímulo nutricional da sacarose e do extrato de levedura.

4.2. Produção de EPS e Avaliação da Cinética de Crescimento do Inóculo

Os ensaios iniciais de produção foram conduzidos utilizando formulações com condições teoricamente otimizadas no Laboratório de Biotecnologia do CETEM. Contudo, os rendimentos quantitativos brutos obtidos, mostrados na tabela 2, situaram-se abaixo do esperado para o microrganismo, que em campanhas prévias operou em patamares de até 130 g/L (PINHEIRO; CUNHA, 2022; DIAS; CUNHA, 2020). Esta divergência inicial pode estar relacionada ao estado fisiológico da estirpe bacteriana utilizada, pois o estoque encontrava-se sob criopreservação (congelamento) por um período superior a 5 anos no laboratório.

Tabela 2: Planejamento experimental visando o aumento da produção de EPS.

Amostras	Sacarose (g/L)	Extrato de levedura (g/L)	Placa (g)	(Placa + Massa seca) (g)	Produção de EPS (g/L)
1	150	2	7,48	11,79	43,1
2	150	10	7,46	11,94	44,8
3	250	2	7,46	12,14	46,8
4	250	10	7,43	12,02	45,9
5	200	6	7,48	11,85	43,7
6	200	6	7,57	11,75	41,8
7	200	6	7,47	11,83	43,6

Embora o repique e a ativação inicial tenham apresentado características morfológicas típicas de *Paenibacillus polymyxa*, foi observada uma cinética de crescimento mais lenta do que a esperada (DIAS, 2018; PINHEIRO, 2022). O pré-inóculo foi transferido na proporção de 10% (v/v) para os frascos do planejamento experimental, mantendo-se o tempo padrão de 24 horas para produção e precipitação. Entretanto, devido à perda parcial de viabilidade e ao prolongamento da fase lag ocasionados pelo longo período de armazenamento, esse tempo não foi suficiente para que as células atingissem a densidade crítica e a máxima atividade metabólica para a produção de EPS, comprometendo o rendimento final.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 2, foram avaliadas no *software Statistica* o efeito das variáveis sobre a produção de EPS, sendo os resultados apresentados na Figura 2, por meio do gráfico de Pareto. A concentração de sacarose foi a única variável com efeito significativo, indicando que o aumento de sua concentração promoveu maior produção de EPS. Esse resultado confirma análises preliminares de triagem, que apontaram a sacarose como a variável de maior influência na síntese de EPS, direcionando as próximas etapas de otimização do processo.

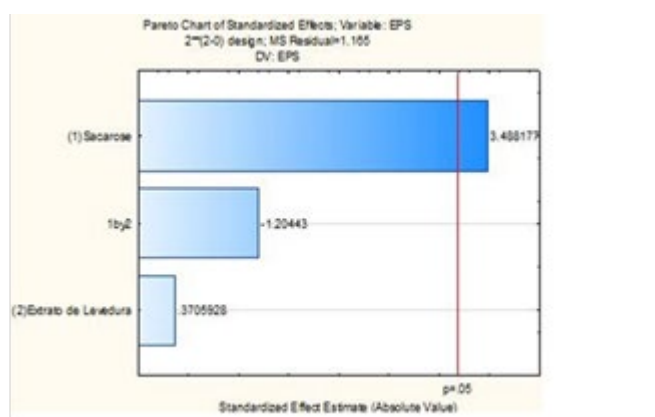


Figura 2: Gráfico de Pareto apresentando os efeitos das variáveis Sacarose e Extrato de Levedura e sua interação na produção de EPS, com valor de $p = 0,05$.

5. CONCLUSÕES

Os ensaios preliminares confirmaram a viabilidade do protocolo de cultivo e recuperação de EPS em escala de bancada. A redução nos rendimentos em relação aos valores obtidos anteriormente pode estar associada ao maior tempo de adaptação da estirpe bacteriana, criopreservada por mais de 5 anos, indicando a necessidade de ajuste do tempo de cultivo. Contudo, a análise estatística mostrou que a sacarose, como a variável de maior influência no sistema, forneceu um direcionamento para a otimização do meio de cultivo. A precipitação instantânea com etanol mostrou a síntese do biopolímero bruto, sendo obtida a produção máxima de 46,8 g/L de EPS na presença de 250g/L de sacarose. Como etapas futuras, recomenda-se a realização de transferências sequenciais do cultivo da estirpe de *Paenibacillus polymyxa* para recuperação da sua atividade metabólica, e o início dos ensaios de aplicação deste bioproduto em processos de biofloculação e biomineração.

6. AGRADECIMENTOS

A autora expressa seus sinceros agradecimentos ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pela cessão do espaço físico, fornecimento de infraestrutura laboratorial e pelo suporte técnico e institucional indispensáveis para o desenvolvimento desta pesquisa. À Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), em especial à coordenação do curso de Química Industrial, pelo suporte acadêmico. Aos orientadores, Dra. Cláudia Duarte da Cunha, Dra. Daniele Leonel da Rocha e Dr. Diogo Simas Bernardes Dias, pela mentoria, paciência e valiosas contribuições científicas ao longo desta jornada. Por fim, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica, viabilizando a execução deste projeto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DIAS, D. S. B.; TAKETANI, N. F.; CUNHA, C. D. Aplicação de Substâncias Poliméricas Extracelulares (EPS) com viés biotecnológico: Ênfase na produção por *Paenibacillus*. Rio de Janeiro: CETEM/MCTIC, 2019. 57p. (Série Tecnologia Ambiental, 105).

LIANG, T.; WANG, S. Recent advances in exopolysaccharides from *Paenibacillus* spp.: Production, Isolation, structure, and Bioactivities. *Marine Drugs*, v. 13, n. 4, p. 1847-1863, 2015.

MARTINS, P. S. O. et al. Evaluation of EPS Application in Microbial Consortia Growing in Aqueous Co-Contaminated Systems: The Trend to Natural Attenuation. *The Open Biotechnology Journal*, v. 2, p. 176-182, 2008.

PINHEIRO, A. S. Produção de um biopolímero em larga escala utilizando *Paenibacillus polymyxa*. 2022. Relatório de Iniciação Científica – Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI), Rio de Janeiro, 2022.

RAFIGH, S. M. et al. Optimization of culture medium and modeling of curdlan production from *Paenibacillus polymyxa* by RSM and ANN. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 70, p. 463-473, 2014.

SHI, Y. et al. Exploiting extracellular polymeric substances (EPS) controlling strategies for performance enhancement of biological wastewater treatments: An overview. *Chemosphere*, v. 180, p. 396-411, 2017.

APLICAÇÃO DA ESPECTROMETRIA DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X PARA ANÁLISE ELEMENTAR DE SOLUÇÕES AQUOSAS ORIUNDAS DOS PROJETOS DO CETEM

APPLICATION OF X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETRY FOR THE ELEMENTAL ANALYSIS OF AQUEOUS SOLUTION FROM CETEM PROJECTS

Andrew Christian Oliveira dos Santos

Aluno de Graduação em Geologia, 11º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: abril de 2026 a agosto de 2026

andrew-santos@live.com

Lilian Irene Dias da Silva

Orientador, D.Sc.

lidias@cetem.gov.br

Andrey Linhares Bezerra de Oliveira

Coorientador, D.Sc.

aloliveira@cetem.gov.br

RESUMO

A determinação de concentrações elementares em soluções aquosas oriundas de processos metalúrgicos (lixiviação ácida/alcalina e fusão de minérios) constitui um desafio analítico, pois essas matrizes apresentam elevadas concentrações de analitos e alta carga de ácidos, bases ou sólidos dissolvidos. Técnicas analíticas como espectrometria de absorção atômica (FAAS), espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) e espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) exigem diluições excessivas das amostras, enfrentam elevados custos de operação (ICP OES e ICP-MS) ou são monoelementares (FAAS). A espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) surge como alternativa atrativa por permitir análise multielementar, não destrutiva e com limites de detecção adequados para concentrações na faixa de mg L^{-1} , sem necessidade de preparo complexo. Neste trabalho, desenvolveu-se método de determinação elementar por FRX para quantificação de Al, Cr, Mg, Ni e Si em lixívia fosfórica e sulfúrica, utilizando papel de filtro Whatman nº 40 como suporte. Aliquotas de 100 μL de padrões foram depositadas no papel, secas e analisadas em espectrômetro de FRX por dispersão de comprimento de onda (WDXRF). Curvas de calibração foram construídas, apresentando bons coeficientes de determinação ($R^2 > 0,995$). A análise das amostras foi realizada com seis amostras reais, previamente quantificadas por FAAS. Al, Cr e Ni apresentaram as melhores concordâncias com erro relativo inferior a 30%, enquanto Si e Mg mostraram desvios mais elevados, provavelmente devido ao efeito de matriz entre as amostras e os padrões de calibração. Os resultados demonstram que a análise de líquidos por FRX em papel de filtro constitui método promissor para análise de soluções metalúrgicas concentradas de elementos de interesse estratégico, dispensando diluições excessivas.

Palavras-chave: FRX, amostras líquidas, análise elementar.

ABSTRACT

The determination of elemental concentrations in aqueous solutions generated from metallurgical processes, such as acid/alkaline leaching and ore fusion, remains an analytical challenge because these matrices typically contain high analyte concentrations and elevated levels of acids, alkalis, or dissolved solids. Conventional analytical techniques, including flame

atomic absorption spectrometry (FAAS), inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP OES), and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), require extensive sample dilution, involve high operating costs (ICP OES and ICP-MS), or are limited to single-element analysis (FAAS). X-ray fluorescence spectrometry (XRF) represents an attractive alternative owing to its multielement capability, non-destructive nature, and suitable detection limits for analyte concentrations in the mg L^{-1} range, while requiring minimal sample preparation. In this study, an XRF-based method was developed for the determination of Al, Cr, Mg, Ni, and Si in phosphoric and sulfuric acid leachates using Whatman No. 40 filter paper as the sample support. Aliquots of 100 μL of calibration standards were deposited onto the filter paper dried and analyzed using a Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer (WDXRF). Calibration curves were established and exhibited excellent linearity ($R^2 > 0.995$). The method was evaluated using six real samples, whose elemental concentrations had been previously determined by FAAS. Al, Cr, and Ni showed the best agreement with the reference method, with relative errors below 30%, whereas Si and Mg exhibited larger deviations, most likely due to matrix effects arising from differences between the calibration standards and the sample matrices. The results demonstrate that liquid analysis by XRF using filter paper as sample support is a promising approach for the determination of strategic elements in concentrated metallurgical solutions, eliminating the need for extensive sample dilution.

Keywords: XRF, liquid samples, elemental analysis.

1. INTRODUÇÃO

A determinação da concentração elementar em amostras líquidas é um tema de grande interesse em várias áreas. A determinação de concentrações em amostras aquosas na ordem de mg L^{-1} geralmente é realizada por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS). Quando a concentração do analito está na ordem de $\text{sub } \mu\text{g L}^{-1}$, pode-se utilizar a espectrometria de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) ou a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS).

Por outro lado, a espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) é uma técnica popular para a determinação de elementos maiores, menores e traço em amostras sólidas. Porém, sua utilização para análise de amostras líquidas é limitada, principalmente devido ao alto limite de detecção, na ordem de mg L^{-1} , que não é satisfatório para análise de traços ou ultratraços. Por conta disso, geralmente métodos de pré-concentração dos analitos são utilizados (MARGUÍ et al., 2013).

Apesar disso, a técnica de FRX apresenta inúmeras vantagens, tais como: (i) a possibilidade de análise multielementar; (ii) varredura semiquantitativa da concentração analítica compreendendo elementos cujo número atômico está entre o sódio e o urânio e; (iii) possibilidade de análise não destrutiva (PANALYTICAL, 2010).

Vale destacar que amostras líquidas originadas de estudos metalúrgicos desenvolvidos no CETEM são geralmente resultantes de processos de lixiviação ácida, lixiviação alcalina, fusão de minérios ou concentrados minerais. Tais amostras possuem por sua vez, elevada concentração de analitos na ordem de dezenas de mg L^{-1} a g L^{-1} e uma matriz desafiadora para ser analisada por técnicas espectrométricas usuais, devido à alta concentração de ácidos, bases ou sólidos dissolvidos. Para essas amostras, a análise por FRX oferecerá simplicidade, limites de detecção e quantificação adequados, e possibilitaria a vantagem adicional de realizar a análise completa da composição elementar sem requerer diluições excessivas da amostra.

Outra vantagem é a possibilidade de análise de líquidos pelo método da gota (*droplet method*), utilizando papéis de filtro como suporte para adição de pequenos volumes de amostras líquidas, que após secos, podem ser analisados como amostras sólidas. Essa abordagem possui a grande vantagem de permitir a análise das amostras sob vácuo, não requerendo o uso de hélio (JEONG et al., 2019; UEMURA; MORIYAMA, 2020).

2. OBJETIVOS

O objetivo desse trabalho é a aplicação da técnica de fluorescência de raios-X para análise de amostras líquidas originadas de estudos metalúrgicos desenvolvidos no CETEM.

3. METODOLOGIA

O desenvolvimento do método foi realizado por meio da análise em papel de filtro com o objetivo principal de reduzir grandes custos associados à análise direta de líquidos por FRX utilizando atmosfera de hélio. Papel de filtro quantitativo da marca Whatman n° 40 com diâmetro de 47 mm foi escolhido para este estudo, devido ao tamanho ideal para o porta-amostra e pelo baixo nível de contaminação dos elementos determinados. As amostras consistiam em lixívias com ácido sulfúrico e ácido fosfórico 1 mol L⁻¹ de minérios lateríticos contendo níquel, onde os elementos Al, Cr, Mg, Ni e Si já haviam sido determinados por FAAS. Portanto, os mesmos analitos foram escolhidos para determinação por FRX nesse trabalho. Os padrões para cada elemento foram preparados a partir de soluções monoelementares de 10.0000 mg L⁻¹ (SpecSol) com todos os elementos sendo diluídos com ácido nítrico 3% v/v da Merck para o preparo de padrões multielementares na faixa de 2,5 a 500 mg L⁻¹.

Os papéis foram colocados em uma estante onde foram adicionados com micropipeta 100 µL dos padrões multielementares. A estante foi colocada em um dessecador por 24 h para secagem dos papéis. Após esse tempo os papéis foram preparados para leitura em copos de análise com abertura de 27 mm e presos por 2 *inserts* plásticos para maior segurança das amostras e do equipamento. As amostras foram analisadas por um WDXFR da Panalytical modelo Axios Max, equipado com anodo de ródio operado em potência de 3,6 kW. Os demais parâmetros de análise são exibidos na Tabela 1. Após a análise das curvas de calibração, os *outliers* foram removidos e a nova faixa de cada curva é mostrada na Tabela 1.

Tabela1: Condições analíticas para cada elemento usadas na calibração.

Elemento	Linha	Cristal	Colimador (µm)	Detector	Voltagem (kV)	Corrente (mA)	Filtro	Tempo (s)	Concentração (ppm)
Al	KA	PE 002-C	300	Fluxo	25	144	Sem filtro	20	10 - 500
Cr	KA	LiF 200	300	Fluxo	50	72	Sem filtro	40	2,5 - 250
Mg	KA	PX1	700	Fluxo	25	144	Sem filtro	50	2,5 - 250
Ni	KA	LiF 200	300	Fluxo	60	60	Sem filtro	20	10 - 500
Si	KA	InSb 111-C	700	Fluxo	25	144	Sem filtro	30	75 - 500

Em seguida, as 6 amostras já analisadas por FAAS, denominadas de S1, S2, S3, P1, P2 e P3, foram analisadas por FRX para comparação dos resultados, sendo as amostras S em ácido sulfúrico e as amostras P em ácido fosfórico.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra as curvas de calibração de cada elemento com seus respectivos coeficientes de determinação. Os resultados evidenciaram que foram obtidas boas correlações lineares ($R^2 > 0,995$) para os cinco analitos estudados.

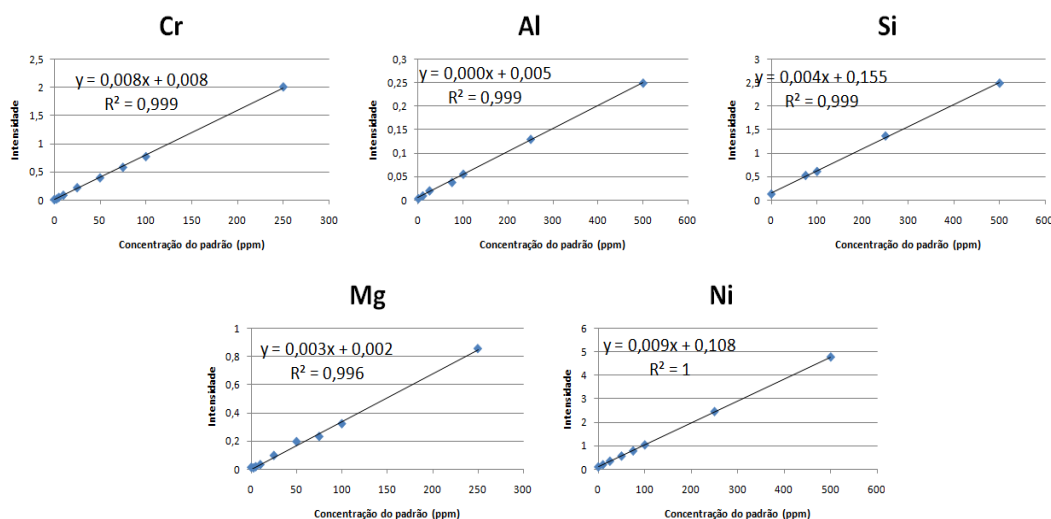


Figura 1: Curvas de calibração obtidas para Cr, Al, Si, Mg e Ni

Os resultados de comparação de ambas as técnicas são exibidos na Tabela 2. Os elementos Al, Cr e Ni, apresentaram diferença menor que 30% entre o valor medido por FAAS e o valor medido por FRX, o que equivale a 56,6% dos resultados totais. As maiores diferenças ocorreram para o Si e o Mg, no qual o silício é o elemento com altas concentrações e o magnésio está presente em baixa concentração e possui menor número atômico dentre os elementos estudados. É sabido que elementos com baixo número atômico são difíceis de determinar por FRX, o que pode justificar os resultados obtidos para magnésio. Outra justificativa para as grandes diferenças encontradas entre as técnicas é o efeito matriz, ocasionado pela diferença entre os padrões de calibração preparados em ácido nítrico 3% v/v e as amostras presentes em ácido fosfórico e sulfúrico 1 mol L⁻¹. Essa diferença de matriz provavelmente resultou em atenuação ou intensificação dos raios-X característicos emitidos pelos analitos. Uma alternativa para contornar este problema é o estudo de calibrações utilizando o canal de ródio como padrão interno, por meio da calibração usando a estratégia de canal razão. Esta metodologia será estudada na continuação desse trabalho.

Tabela2: Resultado da análise das amostras S1, S2, S3, P1, P2 e P3 e comparação com o resultado da FAAS.

Elementos	P1			P2			P3		
	FAAS	FRX	Diferença (%)	FAAS	FRX	Diferença (%)	FAAS	FRX	Diferença (%)
Al	166	199,89	20,42	203	229,03	12,82	112	255,31	127,96
Cr	55,9	60,625	8,45	50,6	58,161	14,94	48,7	57,067	17,18
Mg	32,3	16,989	47,40	27,5	12,426	-54,81	24,4	11,449	-53,08
Ni	125	104,04	-16,77	110	95,4	-13,27	93,7	86,173	-8,03
Si	201	426,49	112,18	198	416,63	110,42	185	385,52	108,39
Elementos	S1			S2			S3		
	FAAS	FRX	Diferença (%)	FAAS	FRX	Diferença (%)	FAAS	FRX	Diferença (%)
Al	208	213,75	2,76	244	200,3	-17,91	243	216,8	-10,78
Cr	46,2	54,817	18,65	52,9	72,705	37,44	51,8	63,29	22,18
Mg	21,2	17,285	-18,47	26,7	17,969	-32,70	27,5	22,576	-17,91
Ni	139	131,18	-5,63	171	156,33	-8,58	171	155,08	-9,31
Si	128	218,03	70,34	146	256,63	75,77	147	266,76	81,47

5. CONCLUSÕES

Os resultados preliminares indicaram que boas correlações lineares ($R^2 > 0,995$) foram obtidas para os cinco analitos estudados. Apesar das grandes variações observadas principalmente para magnésio e silício, a técnica de FRX demonstrou ser promissora para análise de amostras líquidas provenientes dos estudos metalúrgicos do CETEM após futuras otimizações.

6. AGRADECIMENTOS

Ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pela infraestrutura, ao CNPq pelo apoio financeiro e aos integrantes da COAMI, em especial ao Técnico Rodrigo Queiroz, Larissa Alexandre e aos orientadores, pela parceria neste estudo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

JEONG, S.; KIM, Y.-T.; YOON, H.-O. Droplet method for the determination of sodium and potassium concentrations in highly saline water samples using X-ray fluorescence spectrometry. *Spectrochimica Acta Part B*, v. 153, p. 28-33, 2019. DOI: 10.1016/j.sab.2019.01.007.

MARGUÍ, E. et al. Analytical possibilities of different X-ray fluorescence systems for determination of trace elements in aqueous samples pre-concentrated with carbon nanotubes. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, [S.l.], v. 88, p. 192-197, 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.sab.2013.07.004>.

UEMURA, S.; MORIYAMA, T. Water analysis by X-ray fluorescence spectrometry using UltraCarry. *Rigaku Journal*, v. 36, n. 2, p. 25-30, 2020. [Rigaku-Journal-36-2_25-30.pdf](#)

PANALYTICAL. XRF in the lab: Theory and practical aspects of X-ray fluorescence spectrometry. [S.l.]: PANalytical B.V., 2010.

DESENVOLVIMENTO DE TINTA SUSTENTÁVEL COM INCORPORAÇÃO DE RESÍDUO MINERAL EM MATRIZ DE MAMONA

DEVELOPMENT OF SUSTAINABLE PAINT WITH MINERAL RESIDUE INCORPORATION IN A CASTOR OIL MATRIX

Arthur Camargo Rocha

Aluno de Graduação de Engenharia de Minas, 4º período, Universidade
Instituto Federal do Espírito Santo
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: abril de 2026 a agosto de 2026
arthurcamargo.rocha15@gmail.com

Fabício Bagli Siqueira

Orientador, Químico, D.Sc.
fsiqueira@cetem.gov.br

RESUMO

O setor de rochas ornamentais gera, por consequência de suas extrações, grandes volumes de resíduos minerais. O projeto propõe uma alternativa sustentável para o reaproveitamento desses subprodutos por meio da incorporação de resíduo mineral em uma matriz de poliuretano derivada do óleo de mamona. Essa abordagem substitui resinas convencionais derivadas de combustíveis fósseis por um polímero vegetal que oferece biodegradabilidade e baixa toxicidade. Além de agregar valor a um resíduo industrial e reduzir custos de produção com o uso de partículas maiores, os resultados demonstraram que a adição de 50% da carga mineral otimizou o desempenho do revestimento, criando uma barreira física mais eficiente contra a corrosão em ambientes agressivos.

Palavras-chave: Óleo de mamona, resíduo mineral, tinta sustentável.

ABSTRACT

The ornamental stone sector generates large volumes of mineral waste as a consequence of its extraction. The research proposes a sustainable alternative for the reuse of these subproducts through the incorporation of mineral waste into a castor oil-derived polyurethane matrix. This approach replaces conventional fossil fuel-derived resins with a plant-based polymer that offers biodegradability and low toxicity. In addition to adding value to an industrial waste and reducing production costs through the use of larger particles, the results demonstrated that the addition of 50% mineral filler optimized the coating's performance, creating a more efficient physical barrier against corrosion in aggressive environments.

Keywords: Castor oil, mineral waste, sustainable paint.

1. INTRODUÇÃO

O setor de rochas ornamentais desempenha um papel estratégico na economia mineral brasileira, consolidando o país como um dos principais players globais em extração e beneficiamento. No entanto, esse protagonismo é acompanhado por um desafio ambiental crítico: a geração de elevados volumes de resíduos particulados.

No cenário capixaba, a busca por estratégias de Economia Circular tem impulsionado o reaproveitamento desses materiais como cargas funcionais em novos produtos. O uso de resíduos em sistemas de revestimento surge como uma solução promissora, dada a suas características físicas e químicas. Contudo, a eficácia desses revestimentos depende da substituição de matrizes poliméricas derivadas de combustíveis fósseis por alternativas sustentáveis e de alto desempenho (ALVES, 2024).

Neste contexto, a resina de poliuretano (PU) derivada do óleo de mamona apresenta-se como uma matriz polimérica inovadora. Diferente das resinas acrílicas ou epóxi convencionais, o PU vegetal oferece biodegradabilidade, baixa toxicidade e excelente aderência a substratos minerais (HASHIM, 2020).

Este projeto propõe o desenvolvimento e a validação técnica de uma formulação de tinta sustentável, incorporando até 50% de resíduo mineral em matriz de mamona.

2. OBJETIVOS

O objetivo do trabalho é desenvolver e avaliar uma tinta sustentável à base de mamona com incorporação de resíduo mineral, visando aplicação como revestimento com propriedades de resistência a ambientes corrosivos.

3. METODOLOGIA

3.1. Beneficiamento do Resíduo

O resíduo em pó foi colocado em estufa com circulação de ar a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ até a constância de massa, garantindo a remoção total da umidade livre.



Figura 1: Resíduo mineral.

Para garantir uma granulometria menor o pó obtido foi submetido ao peneiramento em malha #200 (75 μm).

Essa abordagem permitirá investigar o potencial de utilização de partículas mais grossas como estratégia para redução do custo de produção, devido à menor demanda energética no processo de moagem e menor grau de processamento.

3.2. Caracterização Química

Para determinar a composição química da amostra e inferir a presença de minerais potencialmente capazes de interferir no comportamento reológico da tinta, foi realizada a análise por fluorescência de raios X (FRX).

3.3. Preparação da Tinta (Processo de Mistura)

A produção de uma tinta exige que a carga mineral seja perfeitamente "molhada" e dispersa.

Em um dispersor de alta rotação, foi inicialmente adicionado o componente poliuretano tipo B em conjunto com o solvente, promovendo-se a homogeneização até a obtenção de um meio uniforme.

Na sequência, foi incorporado o componente poliuretano tipo A, mantendo a agitação controlada para assegurar a adequada interação entre os componentes do sistema (Teste para saber quando misturar o resíduo).

Foi adicionado o resíduo de forma gradual. Mantenha a agitação entre 1000-1500 RPM por 2 minutos.

3.4. Confecção, Aplicação e Preparação dos Corpos de Prova

Foram produzidos 50 corpos de prova (figura 2), com dimensões de aproximadamente 52 x 25 mm e um furo central com diâmetro de 7 mm.

Ambos corpos de prova foram submetidos a 2 demãos de tinta (figura 3), variando entre tinta pura, tinta com adição de 25% de resíduo mineral e tinta com adição de 50% de resíduo mineral para a visualização de diferentes resultados.

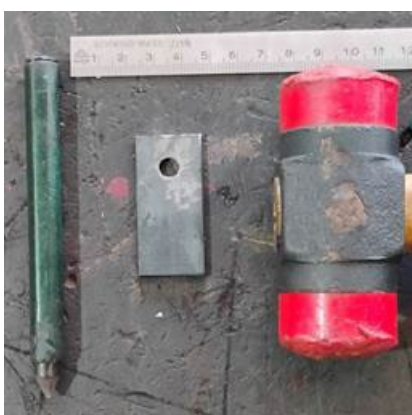


Figura 2: Corpos de prova antes da aplicação da tinta.

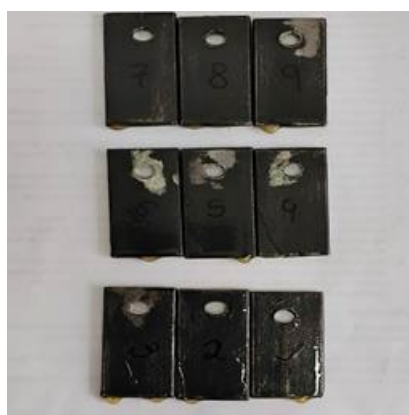


Figura 3: Corpos de prova depois da aplicação da tinta.

3.5. Ensaios de Corrosão

A resistência à corrosão dos corpos de prova foi avaliada por meio de ensaio em câmara de intemperismo acelerado, que simula a degradação provocada pela exposição a ciclos de radiação UV, variações de temperatura e umidade, reproduzindo condições ambientais agressivas. O ensaio teve duração de cinco dias.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Físico-Química

A Tabela 1 apresenta os resultados de FRX do resíduo mineral que foi utilizado no projeto.

Tabela 1: Composição Química por Fluorescência de Raios-X (FRX).

Amostras	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Outros
Contração (%)	98,5	1,1	0,3	0,1

Os resultados da análise por fluorescência de raios X (FRX) evidenciaram que a amostra é constituída predominantemente por SiO₂ (98,5%), com baixos teores de Al₂O₃ (1,1%), MgO (0,3%) e outros óxidos (0,1%). A composição química observada é compatível com resíduos de casqueiro provenientes da extração de quartzo leitoso, corroborando as informações fornecidas no momento da coleta da amostra acerca de sua procedência.

4.2. Ensaio de Corrosão

A Figura 4 apresenta a morfologia superficial dos revestimentos, obtida por meio de uma lupa digital com aumento de 1000×, após cinco dias de exposição ao ensaio de corrosão em câmara de intemperismo acelerado. São apresentados os revestimentos de poliuretano à base de óleo de mamona sem adição de carga mineral (A), com 25% de carga mineral (B) e com 50% de carga mineral (C).

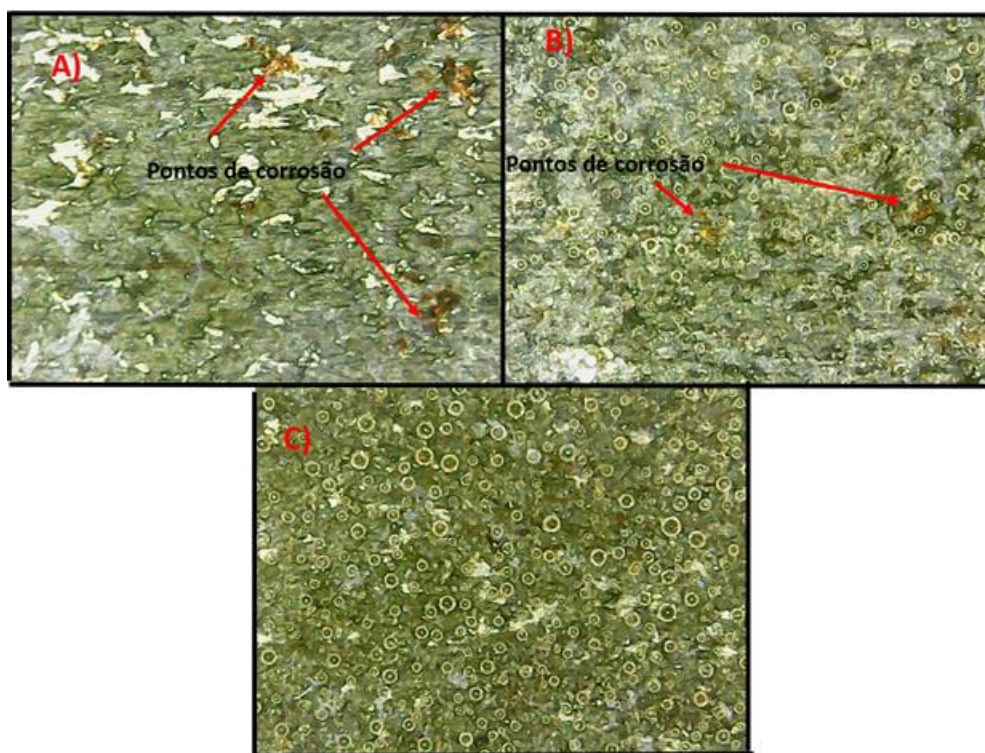


Figura 4: A) Resina B) 25% de carga mineral C) 50 % de carga mineral.

A Figura 4A, correspondente ao revestimento constituído exclusivamente por resina de poliuretano, apresenta pontos localizados de corrosão, evidenciados pela formação de produtos de corrosão de coloração marrom-avermelhada. Essas regiões indicam falhas pontuais na integridade da barreira polimérica, permitindo a penetração do eletrólito até o substrato metálico e, conseqüentemente, o início do processo corrosivo.

Na amostra contendo 25% de carga mineral (Figura B), observa-se uma distribuição relativamente homogênea de estruturas circulares, atribuídas às partículas de carga mineral (fillers) dispersas na matriz polimérica. Apesar da presença de alguns pontos isolados de corrosão, a superfície apresenta aspecto mais uniforme em comparação com a resina pura, indicando que a incorporação da carga pode ter contribuído para aumentar a eficiência do revestimento.

Para a formulação contendo 50% de carga mineral (Figura C), verifica-se maior quantidade e distribuição mais uniforme dessas partículas minerais ao longo da superfície, evidenciando uma elevada incorporação do filler na matriz. Nessa condição, não são observados, de forma evidente, produtos de corrosão semelhantes aos identificados nas amostras A e B, sugerindo que o aumento da fração mineral favoreceu o desempenho do revestimento.

A incorporação da carga mineral pode ter promovido o aumento da tortuosidade do caminho de difusão do eletrólito através do revestimento, reduzindo a permeabilidade à água, oxigênio e íons agressivos. Além disso, a boa dispersão dos fillers pode atuar preenchendo microvazios da matriz polimérica, contribuindo para a formação de uma barreira física mais eficiente contra a corrosão.

5. CONCLUSÃO

Com os resultados obtidos, conclui-se que, os ensaios de corrosão em câmara de intemperismo acelerado demonstraram que a adição do resíduo mineral influenciou diretamente o desempenho protetivo do revestimento. Enquanto a resina pura apresentou pontos evidentes de corrosão localizada, o incremento progressivo da carga mineral, especialmente na formulação com 50%, promoveu uma distribuição homogênea das partículas na matriz polimérica.

Esse comportamento sugere que a incorporação do resíduo preencheu microvazios, resultando em uma barreira física mais eficiente contra agentes agressivos. Portanto, a tecnologia desenvolvida alia a valorização de rejeitos industriais aos princípios da economia circular, gerando um revestimento sustentável de alto desempenho com excelente aplicabilidade na proteção anticorrosiva de superfícies metálicas.

6. AGRADECIMENTOS

Registro meu reconhecimento ao CNPq (processo nº 113232/2026-8) pelo apoio por meio desta bolsa. Gostaria de expressar meus sinceros agradecimentos ao meu orientador, Fabrício Bagli Siqueira, por todo o suporte e direcionamento fundamentais. Sou igualmente grato a todos os bolsistas do CETEM NRES que ajudaram, cuja colaboração foi essencial para a realização desta pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR 6210: Corrosão atmosférica — Materiais metálicos: preparo, limpeza e determinação da taxa de corrosão de corpos-de-prova em ensaios de corrosão. Rio de Janeiro, 2008. 9 p.

ALVES, Lucas Repecka. Preparação, caracterização e aplicação de tinta bicomponente de poliuretano à base de óleo de mamona. 2024. 118 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2024.

FONTANA, Mars G. Corrosion engineering. 3. ed. New York: McGraw-Hill, 1986.

HASHIM, Ummu Raihanah; JUMAHAT, Aidah; JAWAID, Mohammad; DUNGANI, Rudi; ALAMERY, Salman. Effects of Accelerated Weathering on the Mechanical Properties of Basalt Fiber Reinforced Polymer Nanocomposites. *Polymers*, v. 12, n. 11, p. 2514, 2020.

ŁADOSZ, Łukasz; SUDOŁ, Ewa; KOZIKOWSKA, Ewelina; CHOIŃSKA, Emilia. Evaluation of Artificial Weathering Test Methods for Waterborne Acrylic Coatings Designed for Corrosion Protection of Steel Structures. *Materials*, v. 17, n. 3, p. 642, 2024.

REVIE, R. Winston; UHLIG, Herbert H. Corrosion and corrosion control: an introduction to corrosion science and engineering. 4. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, 2008.

ROBERGE, Pierre R. Handbook of corrosion engineering. New York: McGraw-Hill, 2000.

LAVAGEM E RE-EXTRAÇÃO SELETIVA DE SAMÁRIO, EURÓPIO E GADOLÍNIO DO EXTRATO DE D2EHPA E P507

SCRUBBING AND SELECTIVE STRIPPING OF SAMARIUM, EUROPIUM AND GADOLINIUM FROM D2EHPA AND P507 EXTRACT

Bernardo Viana Machado da Silva

Aluno de Graduação da Engenharia Química, 7º período, UFRJ

Período PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026

bernardo.vimasi@gmail.com

Alexandre Silva Guimarães

Orientador, Engenheiro Metalurgista, D.Sc.

aguimarães@cetem.gov.br

Ysrael Marrero Vera

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.

yvera@cetem.gov.br

RESUMO

A lavagem e a re-extração seletiva de Sm, Eu e Gd em detrimento ao Tb, Dy, Ho, Y e Er do extrato de D2EHPA + P507 foi investigada. Para essa finalidade, a solução orgânica foi carregada por contatos sucessivos, transferindo-se a esta cerca de 0,1143 M dos metais terras raras. Usando-se uma solução de lavagem contendo uma concentração total de Tb+Dy+Ho+Y+Er igual a 3 g/L em pH de equilíbrio 0,22, 99,8% do Sm, 99,9% do Eu e 95,7% do Gd foram lavados. Aumentando o pH de equilíbrio para 0,31 a lavagem de Sm, Eu e Gd reduziu para cerca de 93%, 90% e 85%, respectivamente, enquanto a lavagem de Tb diminuiu 4,4 vezes. Sm, Eu e Gd podem ser re-extraídos seletivamente do extrato usando-se solução aquosa de HCl numa faixa de concentração de 0,5-0,8 M. Infere-se que a re-extração de Tb, Dy, Ho, Y e Er demanda elevada concentração de HCl (5 M) e operação estagiada.

Palavras chave: Elementos terras raras, extração por solventes, lavagem/re-extração.

ABSTRACT

The scrubbing and selective stripping of Sm, Eu, and Gd over Tb, Dy, Ho, Y, and Er from a D2EHPA + P507 extract was investigated. For this purpose, the organic solution was loaded through successive contacts, yielding approximately 0.1143 M of rare-earth metals. Using a scrub solution containing a total concentration of Tb+Dy+Ho+Y+Er of 3 g/L at an equilibrium pH of 0.22, 99.8% of Sm, 99.9% of Eu, and 95.7% of Gd were scrubbed out. Increasing the equilibrium pH to 0.31 reduced the scrubbing of Sm, Eu, and Gd to approximately 93%, 90%, and 85%, respectively, while the scrubbing of Tb decreased 4.4-fold. Sm, Eu, and Gd can be selectively stripped from the extract using an aqueous HCl solution in the concentration range of 0.5–0.8 M. It can be inferred that the stripping of Tb, Dy, Ho, Y, and Er requires a high HCl concentration (5 M) and a staged operation.

Keywords: Rare Earth elements, solvent extraction, scrubbing/stripping.

1. INTRODUÇÃO

Os elementos de terras raras (ETRs), metais lantanídeos incluindo o Y e o Sc, são utilizados em diversas tecnologias, tais como: ímãs a base de Nd-Fe-B e Sm-Co, catalisadores, detectores, lasers, baterias, sendo fundamentais na transição energética renovável. Nos minerais, como a monazita, os ETRs são encontrados, de maneira geral, juntos devido às suas semelhanças químicas. Como consequência disso, a separação individual e/ou em grupo dos ETRs em leves (La, Pr, Nd e Ce), médios (Sm, Eu e Gd) e pesados (Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu e Y) é complexa (Krishnamurthy e Gupta, 2016). Nesse contexto, a técnica de extração por solventes sinérgica (SSX), constituída pela mistura de dois ou mais extratantes (moléculas orgânicas), tem se mostrado promissora tanto na separação dos grupos quanto na separação individual de cada ETR pela possibilidade de aumentar a seletividade de separação entre as espécies e consequentemente reduzir o número de estágios de extração e lavagem (Dashti *et al.*, 2023; Wei *et al.*, 2020; Ritcey e Ashbrook, 1984). Diante desse cenário, misturas binárias entre os extratantes D2EHPA (ácido di-2-etilhexil fosfórico), P507 (ácido 2-etilhexil fosfônico éster mono-2-etilhexil) e Cyanex 572 (mistura de ácidos fosfônico e fosfínico) foram investigadas com o intuito de facilitar a separação entre os grupos de ETRs em médios e pesados após digestão ácida clorídrica de um concentrado monazítico de óxidos de ETRs médios (Sm, Eu e Gd) e pesados (Tb, Dy, Ho, Y e Er) obtido por uma indústria brasileira. Foi observado que dentre os sistemas orgânicos avaliados a mistura de D2EHPA + P507 obteve o melhor desempenho para essa finalidade a qual é representada pelo corte Tb/Gd. Visando-se obter dois produtos com elevado teor de pureza, sendo um deles a solução refinado contendo Sm, Eu e Gd e o outro a solução orgânica contendo Tb, Dy, Ho, Y e Er, torna-se necessário remover da solução orgânica Sm, Eu e Gd que foram coextraídos nos estágios de extração por meio de uma etapa de lavagem ou de re-extração seletiva com a finalidade de viabilizar o sistema D2EHPA + P507 para estudo em escala contínua usando-se misturadores-decantadores (*mixer settlers*).

2. OBJETIVOS

Avaliar o comportamento de lavagem e de re-extração seletiva de Sm, Eu e Gd do extrato de D2EHPA + P507 contendo também Tb, Dy, Ho, Y e Er.

3. METODOLOGIA

O licor industrial de ETRs médios e pesados foi obtido mediante digestão ácida clorídrica (Qhemis, pureza 36,5%) de 50 g do concentrado de óxidos de ETRs sob agitação constante em placa magnética aquecedora a 100°C. Sua composição química está mostrada na Tabela 1. O pH foi ajustado para 0,40 mediante gotejamento de HCl concentrado (12 M). A solução sintética de lavagem foi preparada de maneira similar, exceto pelo uso dos óxidos individuais de Tb, Dy, Ho, Y e Er (*Pacific Industrial Development Corporation*, pureza 99,9%) visando-se a obtenção da mesma concentração de ETRs pesados mostrada na Tabela 1. Esse licor sintético foi diluído quatro vezes, obtendo-se uma solução de lavagem cuja concentração total (Tb+Dy+Ho+Y+Er) encontra-se em torno de 3 g/L. As soluções orgânicas foram obtidas mediante diluição dos extratantes D2EHPA e P507 (*Luoyang Aoda chemical Co., Ltd.*, pureza 95%) em isoparafina (querosene comercial contendo majoritariamente hidrocarbonetos ciclo e isoparafínicos; Ypiranga, Brasil).

Tabela 1: Composição química do licor industrial de ETRs médios e pesados.

Metal	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Y	Er
Concentração (g/L)	56,78	6,28	14,38	1,30	3,61	0,42	6,46	0,54

Os ensaios de extração por solventes, lavagem e re-extração foram conduzidos colocando-se em contato iguais volumes das soluções aquosa e orgânica sinérgica (visando-se obter uma razão O/A unitária, em que O corresponde ao volume da solução orgânica e A ao da solução aquosa) em reator de vidro sob agitação magnética em placa aquecedora a 25°C durante 10 min. Em seguida, a mistura foi deixada em repouso durante 3 min para ocorrer a separação das fases. Alíquotas da solução refinada foram recolhidas com o auxílio de uma pipeta de vidro para análises químicas. Baseando-se nesse procedimento, o carregamento da solução orgânica ocorreu mediante o seu contato com o licor industrial de alimentação (solução estoque) sucessivas vezes até a concentração dos ETRs permanecer constante na solução refinada. O pH da solução de lavagem foi corrigido mediante gotejamento de soluções de HCl concentrado (12 M) e/ou de NaOH (10 M; Neon, pureza 98,11%). A concentração dos íons H^+ e de ETRs totais foi determinada por titulação potenciométrica (Metrohm, Titrino plus 848). A concentração individual dos ETRs em solução aquosa foi determinada quantitativamente por espectrometria de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado — ICP-OES (Horiba, ULTIMA 2). A concentração dos metais terras raras na solução orgânica foi obtida por balanço de massa.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O extrato de 15% v/v de D2EHPA + 15% v/v de P507 contém 13,93 g/L (0,1143 M) de ETRs totais. Essa solução com 2,08 g/L de Sm, 0,70 g/L de Eu, 2,20 g/L de Gd, 0,63 g/L de Tb, 2,38 g/L de Dy, 0,29 g/L de Ho, 5,26 g/L de Y e 0,41 g/L de Er foi utilizada nos ensaios de lavagem e re-extração. Da Figura 1, verifica-se que mantendo o pH de equilíbrio, pH_{eq} , em 0,22, Sm, Eu e Gd são preferencialmente lavados a 25°C e razão O/A unitária com eficiência superior a 95%, remanescendo apenas 2 mg/L de Sm, 1 mg/L de Eu e 34 mg/L de Gd no extrato. Lavou-se 27% de Tb e 4,2% de Dy enquanto Ho (17,1%), Y (21,4%) e Er (28,0%) foram extraídos para a solução orgânica, aumentando sua concentração para 0,34 g/L, 6,39 g/L e 0,52 g/L, respectivamente. Esse resultado corrobora o efeito da contração lantanídica, o raio dos ETR diminui com o aumento do número atômico do La ao Lu. Uma vez que os ETRs médios possuem maior raio iônico e consequentemente menor densidade de carga, a atração e polarização das nuvens eletrônicas dos átomos de oxigênio das moléculas de D2EHPA e P507 é menor, resultando em menor afinidade por Sm, Eu e Gd, consequentemente esses metais tendem a ser removidos mais facilmente da solução orgânica. Aumentando o pH_{eq} para 0,31, a lavagem de Sm, Eu e Gd diminui para aproximadamente 93%, 90% e 85%, visto que a redução da acidez tende a extrair/manter os metais na solução orgânica e dificulta a troca catiônica do complexo organometálico de Sm, Eu e Gd no extrato por Tb, Dy, Ho, Y e Er na solução de lavagem (Krishnamurthy e Gupta, 2016). Com isso, a extração de Dy ($\approx 4,5\%$), Ho (26%), Y ($\approx 26\%$) e Er ($\approx 31\%$) ocorreu em maior extensão, quando comparado às extrações em pH_{eq} 0,22, elevando-se suas concentrações para 2,47 g/L, 0,36 g/L, 6,60 g/L e 0,54 g/L. A lavagem de Tb foi de apenas 6,2%, aumentando sua concentração no extrato para 0,59 g/L. Depreende-se desses resultados que a lavagem de Sm, Eu e Gd do extrato foi favorável em $0,22 \leq pH_{eq} \leq 0,31$ e demanda operação em estágios sucessivos para sua completa remoção da solução orgânica.

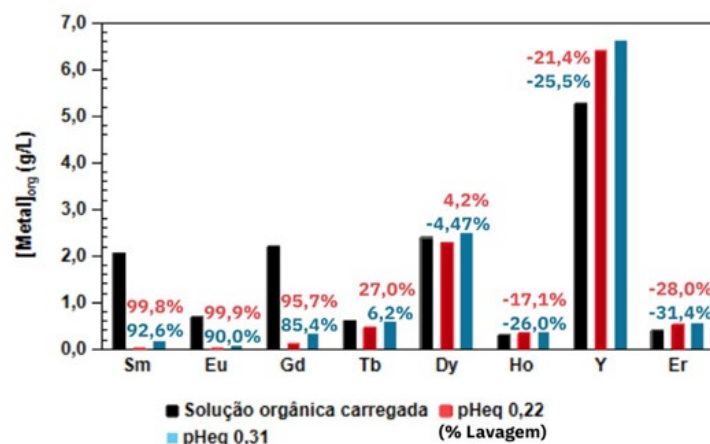


Figura 1: Efeito do pH_{eq} na lavagem de Sm, Eu e Gd do extrato de D2EHPA e P507 ([extratante] = 15% v/v, O/A = 1 e 25°C).

Na Figura 2, é apresentado o comportamento de re-extração de Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Y e Er do extrato de 15% v/v D2EHPA + 15% v/v P507 (razão O/A = 1 e 25°C) em diferentes condições de acidez (0,5–5,0 M), utilizando-se HCl como agente re-extratante.

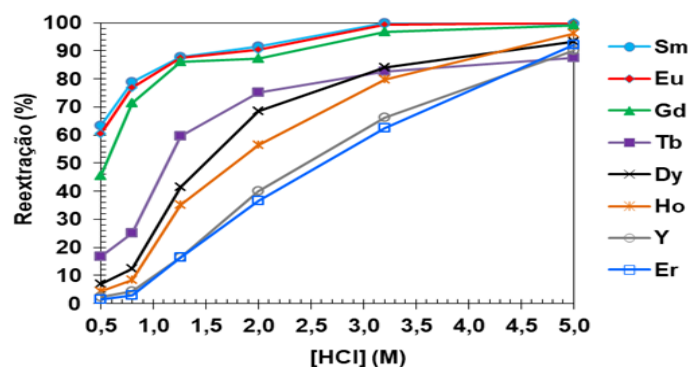


Figura 2: Influência da concentração de HCl na re-extração dos ETRs médios e pesados ([extratante] = 15% v/v, O/A = 1 e 25°C).

Verifica-se, na faixa de 0,5 a 0,8 M de HCl, que 63–79% de Sm, 60–77% de Eu e 46–72% de Gd são re-extraídos preferencialmente da solução orgânica em detrimento ao Tb (17–25%), Dy (7–13%), Ho (4–8%), Y (2–4%) e Er (2–3%). Aumentando a concentração de HCl para 1,2 M, a re-extração de Tb, Dy, Ho, Y e Er aumenta para 60%, 41%, 35%, 17% e 16%, respectivamente, comprometendo a re-extração seletiva de Sm, Eu e Gd do extrato. A re-extração de Sm e Eu é completa usando-se 3 M de HCl, enquanto a de Gd, em 5 M de HCl. A re-extração de Tb, Dy, Ho, Y e Er atingiu valor máximo de 88%, 93%, 96%, 90% e 92%, respectivamente utilizando-se 5 M de HCl. Comportamento similar foi observado por Dashti *et al.* (2023) na re-extração de Er (90%) e Tb (87%) do extrato da mistura de 15% de Cyanex 572 + 15% v/v de Alamina 336 (amina terciária) assim como por Wei *et al.* (2020) no extrato de HEHHAP (Éster mono-(2-etil-hexílico) do ácido heptil-aminometilfosfônico) + Cyanex 272 (ácido 2,4,4-trimetil pentil fosfínico) para Yb (94%). Infere-se desses resultados que a re-extração dos ETRs pesados do extrato de D2EHPA + P507 requer operação estagiada para sua completa remoção.

5. CONCLUSÕES

O carregamento de ETRs médios e pesados no extrato de 15% v/v de D2EHPA + 15% v/v de P507 foi de aproximadamente 0,1143 M. Sm, Eu e Gd podem ser lavados do extrato usando-se uma solução de lavagem contendo Tb, Dy, Ho, Y e Er cuja concentração total é de aproximadamente 3 g/L. A faixa de pH_{eq} de 0,22 a 0,31 é adequada para esse propósito, uma que vez a lavagem desses metais ocorreu na faixa de 85,4—99,9% com lavagem de Tb de apenas 6—27%. O pH_{eq} pode ser ajustado para minimizar a lavagem de Tb assim como a concentração da solução de lavagem. É possível re-extrair seletivamente Sm, Eu e Gd em detrimento ao Tb, Dy, Ho, Y e Er do extrato usando-se menores concentrações de HCl (0,5—0,8 M) em solução aquosa. A remoção dos ETRs pesados do extrato requer maiores concentrações de HCl (3 M) para atingir pelo menos 50% de re-extração. A remoção completa dos ETRs pesados do extrato e a lavagem de Sm, Eu e Gd demandam operação estagiada.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, aos orientadores Alexandre Silva Guimarães e Ysrael Marrero Vera pela orientação e ao CETEM pela infraestrutura.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DASHTI, S.; SHAKIBANIA, S.; RASHCHI, F.; GHAHREMAN, A. Synergistic, extractive, and selective separation of light, medium, and heavy rare earth elements using Cyanex 572 and Alamine 336 from a chloride medium. *Minerals Engineering*, v. 204, p.108447, 2023.

KRISHNAMURTHY, N.; GUPTA, C. K. *Extractive Metallurgy of Rare Earths*. 2.ed. NY, USA: CRC Press, 2016. 838p.

RITCEY, GM, ASHBROOK, AW. *Solvent extraction principles and applications to process metallurgy*. Amsterdam: Elsevier; 1984.

WEI, H.; LI, Y.; ZHANG, Z.; LIAO, W. Synergistic solvent extraction of heavy rare earths from chloride media using mixture of HEHHAP and Cyanex272. *Hydrometallurgy*, v.191, p.105240, 2020.

AVALIAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE SUPRESSORES DE POEIRA COMERCIAIS APLICADOS AO PELLET FEED

PHYSICOCHEMICAL EVALUATION OF COMMERCIAL DUST SUPPRESSANTS APPLIED TO PELLET FEED

Bruno Pereira Louro de Magalhães

Aluno de Graduação de Química 7º período, UFRJ
Período PIBIC/CETEM: maio de 2026 a agosto de 2026
brunoplouro@gmail.com

Ruan Roberto Henriques

Orientador, Químico, D.Sc.
rhenriques@cetem.gov.br

RESUMO

A emissão de material particulado durante as etapas de mineração, beneficiamento e transporte de minério de ferro representa um importante desafio ambiental. Embora supressores químicos de poeira sejam amplamente empregados para mitigar esse problema, os mecanismos físico-químicos responsáveis por sua eficiência ainda não são completamente compreendidos. Neste trabalho, foram avaliadas as propriedades físico-químicas de três supressores de poeira comerciais (C, R e V), visando correlacioná-las com seus possíveis mecanismos de atuação no controle de particulados em pellet feed. Para isso, foram realizados ensaios de tensão superficial, potencial zeta e retenção de umidade. Os resultados mostraram que as tensões superficiais foram distintas entre os supressores avaliados, sendo que o supressor C se destacou por apresentar a maior redução da propriedade, o que pode ser correlacionado a uma maior atividade surfactante e, conseqüentemente, a um maior potencial de molhabilidade do minério. As medidas de potencial zeta evidenciaram que os supressores de natureza coloidal apresentam carga superficial dependente do pH, sugerindo que as interações eletrostáticas podem influenciar seu desempenho. Em relação à retenção de umidade, todos os supressores retardaram a perda de água em comparação com o sistema controle. Entretanto, os supressores R e V apresentaram maior capacidade de reduzir a taxa de secagem, indicando um mecanismo de atuação associado à higroscopicidade. Os resultados demonstram que as formulações comerciais apresentam estratégias complementares para a supressão de poeira, baseadas em diferentes combinações de molhabilidade, retenção de umidade e interações eletrostáticas.

Palavras-chave: Supressão de poeira; minério de ferro; potencial zeta; tensão superficial; retenção de umidade.

ABSTRACT

Particulate matter emissions during the mining, beneficiation, and transportation of iron ore represent a major environmental challenge. Although chemical dust suppressants are widely employed to mitigate this problem, the physicochemical mechanisms responsible for their effectiveness are still not fully understood. In this study, the physicochemical properties of three commercial dust suppressants (C, R, and V) were evaluated to correlate them with their potential mechanisms of action in controlling particulate matter in pellet feed. To this end, surface tension, zeta potential, and moisture retention tests were performed. The results showed that the suppressants exhibited distinct surface tension values, with suppressant C providing the greatest reduction in this property, which can be correlated with higher surfactant activity and, consequently, enhanced wettability of the iron ore. Zeta potential measurements revealed that colloidal suppressants exhibit pH-dependent surface charge, suggesting that electrostatic interactions may influence their performance. Regarding moisture retention, all suppressants delayed water loss compared with the control system. However, suppressants R and V showed a

greater ability to reduce the drying rate, indicating a mechanism of action associated with hygroscopicity. The results demonstrate that commercial formulations employ complementary dust suppression strategies based on different combinations of wettability, moisture retention, and electrostatic interactions.

Keywords: Dust suppression; iron ore; zeta potential; surface tension; moisture retention.

1. INTRODUÇÃO

A geração de material particulado representa um dos principais desafios ambientais e operacionais da mineração de ferro. Durante as etapas de lavra, beneficiamento, estocagem e transporte, partículas finas podem ser dispersas pelo vento, ocasionando perdas de material, impactos ambientais, redução da qualidade do ar e riscos à saúde ocupacional.

Tradicionalmente, o controle de poeira é realizado por aspersão de água. Entretanto, esse método apresenta eficiência limitada devido à rápida evaporação da água e à baixa capacidade de molhamento de superfícies hidrofóbicas presentes em determinados minérios. Como alternativa, diversos supressores químicos vêm sendo empregados visando aumentar a retenção de umidade, reduzir a tensão superficial da água, promover a aglomeração de partículas finas e modificar as interações eletrostáticas entre partículas minerais.

Apesar do amplo uso comercial desses produtos, seus mecanismos de atuação ainda não são completamente compreendidos. A compreensão das alterações físico-químicas promovidas pelos supressores pode contribuir para o desenvolvimento de formulações mais eficientes e para a seleção racional de produtos em função das características do minério.

Neste trabalho foram avaliados três supressores comerciais, denominados C, R e V, por meio de ensaios de retenção de umidade, medidas de potencial zeta e de tensão superficial das soluções, buscando correlacionar as alterações físico-químicas promovidas pelos produtos com seus possíveis mecanismos de controle de poeira.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo avaliar três supressores comerciais de poeira (C, R e V) por meio de análises físico-químicas, buscando compreender como suas propriedades podem influenciar a eficiência no controle da emissão de partículas finas em pellet feed.

3. METODOLOGIA

Foram avaliados três supressores comerciais fornecidos pela H2O Ambiental, identificados como C, R e V. As concentrações de trabalho foram definidas com base nas recomendações de aplicação fornecidas pelo fabricante. Para cada produto, foram avaliadas variadas concentrações: inferior à recomendada, a recomendada e superior à recomendada. Todos os ensaios foram realizados utilizando pellet feed de mesma procedência e distribuição granulométrica semelhante.

As medidas de tensão superficial foram realizadas pelo método da gota séssil, utilizando um goniômetro equipado com câmera de alta resolução.

As determinações de potencial zeta foram realizadas em um Zetasizer Nano ZS (Malvern Panalytical). Os produtos foram inicialmente diluídos em solução de KCl 0,1 mol L⁻¹. O pH foi ajustado entre 2 e 12 utilizando soluções de HCl e KOH.

Para as medidas de retenção de umidade, o minério foi previamente seco em estufa (>50 °C) por 24 horas para remoção da umidade residual. Em seguida, as amostras foram umidificadas até aproximadamente 4% (m/m), utilizando água ultrapura ou soluções contendo os supressores comerciais. As amostras foram homogeneizadas e submetidas à pesagem periódica em balança analítica durante cinco horas, à 20°C e 70% de umidade relativa, permitindo determinar a perda de água ao longo do tempo e calcular a velocidade de secagem e a umidade residual.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os resultados de tensão superficial nas diferentes concentrações avaliadas para os supressores de poeira estudados. Observa-se que o produto C promoveu a maior redução da tensão superficial, indicando comportamento típico de um agente surfactante. A diminuição da tensão superficial favorece o espalhamento da solução sobre a superfície do minério, aumentando sua molhabilidade e facilitando a penetração do produto entre as partículas finas. Os produtos R e V apresentaram reduções mais discretas, indicando que seus mecanismos de atuação provavelmente não estão associados principalmente à ação tensoativa, mas a outros processos físico-químicos, como formação de filme superficial.

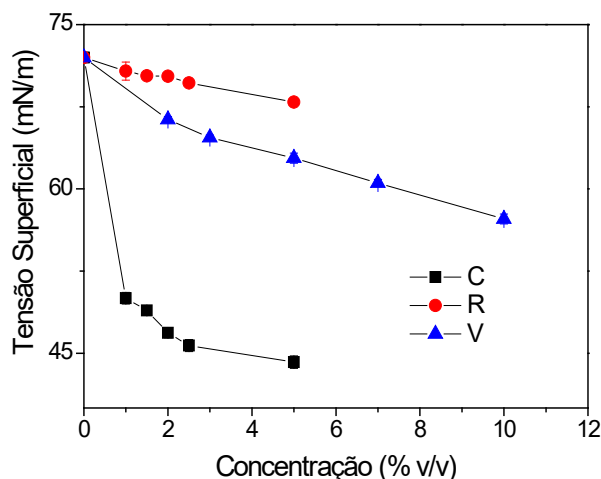


Figura 1: Tensão superficial das soluções contendo os supressores comerciais C, R e V em diferentes concentrações.

A Figura 2 apresenta os resultados das medidas de potencial zeta dos produtos avaliados. Nota-se que o potencial zeta tornou-se progressivamente mais negativo com o aumento do pH para todos os produtos. Tal fenômeno pode ser associado ao ganho de carga pela desprotonação de espécies carboxiladas ou hidroxiladas em valores de pH alcalinos. Entretanto, diferenças entre as curvas indicam que cada supressor tem um balanço de cargas distinto e pode interagir com as partículas minerais de forma diferente.

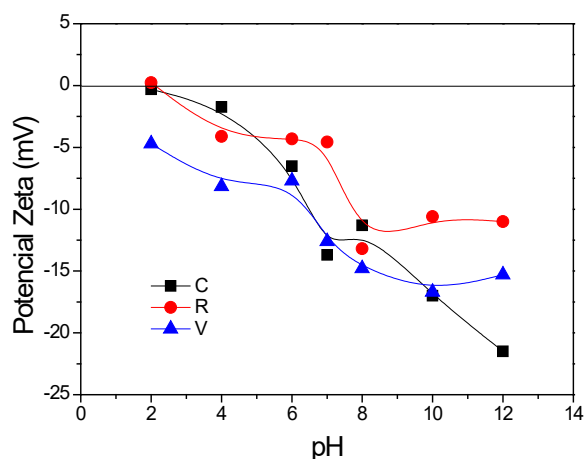


Figura 2: Potencial zeta dos supressores C, R e V em função do pH.

A Figura 3 apresenta os resultados de retenção de umidade do pellet feed proporcionado pelos supressores estudados. Observa-se que todos os supressores retardaram a perda de umidade quando comparados ao controle contendo apenas água. Para os produtos C e R, observou-se a existência de uma concentração ótima, 2 e 5% v/v, respectivamente, na qual a retenção de água foi maximizada. Além disso, de forma genérica, o aumento adicional da concentração não resultou necessariamente em melhor desempenho, indicando que concentrações elevadas podem não proporcionar ganhos proporcionais de eficiência.

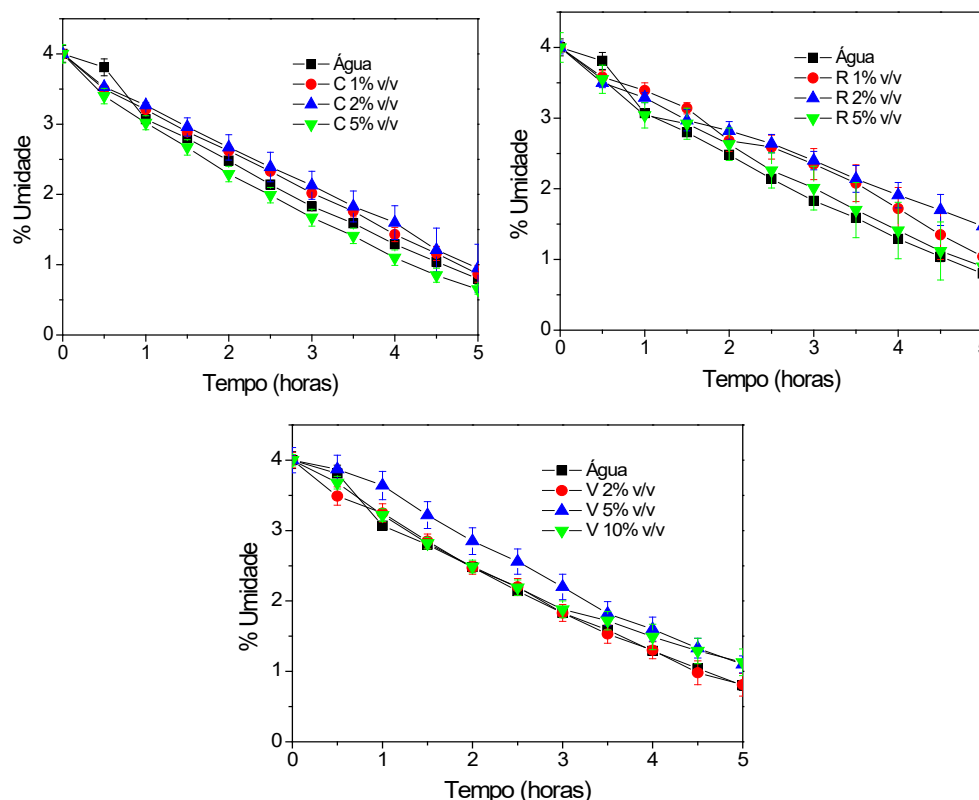


Figura 3: Evolução da umidade residual do pellet feed tratado com diferentes concentrações dos supressores C, R e V.

A Figura 4 apresenta os dados de umidade residual e velocidade de secagem obtidos a partir das curvas de umidade em função do tempo. Os resultados mostram diferenças significativas entre os produtos avaliados. O supressor R apresentou retenção de umidade muito superior as demais na concentração intermediária, enquanto o produto V apresentou desempenho constante em concentrações mais elevadas. Esses resultados sugerem que diferentes mecanismos físico-químicos governam a retenção de água promovida por cada formulação comercial. Em relação à velocidade de secagem, embora tenham sido observadas oscilações ao longo do ensaio, verifica-se que todas as formulações, com maior destaque ao produto V, reduziram a velocidade média de evaporação em relação à água pura. A redução da taxa de secagem aumenta o tempo de permanência da umidade no minério, prolongando o efeito supressor e reduzindo a necessidade de reaplicações do produto em operações industriais.

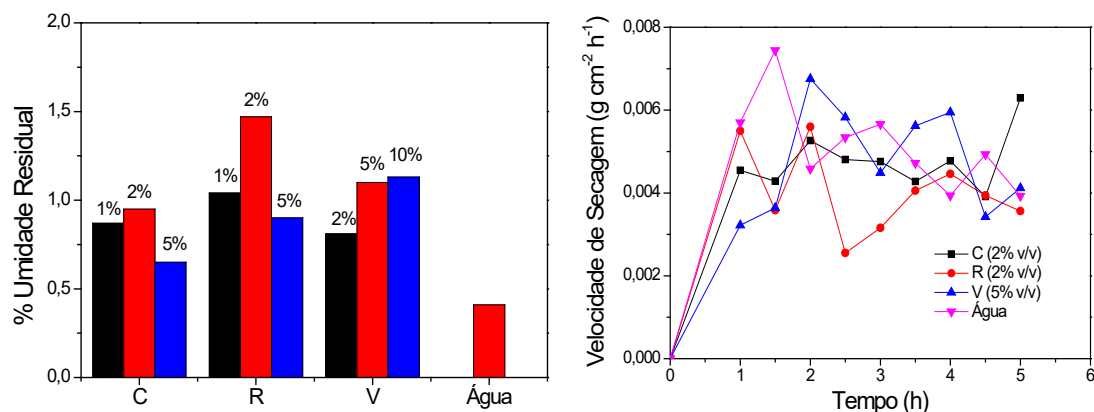


Figura 4: (a) Umidade residual após cinco horas de secagem para os diferentes supressores e concentrações avaliadas. (b) Velocidade instantânea de secagem das amostras tratadas com água e supressores comerciais.

5. CONCLUSÕES

Os resultados demonstraram que os três supressores comerciais modificam propriedades físico-químicas relevantes para o controle de poeira, porém por mecanismos distintos. O produto C apresentou maior redução da tensão superficial, indicando predominância de ação surfactante. Os produtos R e V promoveram alterações significativas na retenção de umidade sugerindo que estes apresentam mecanismo relacionado à higroscopicidade, o qual também desempenha papel importante na eficiência da supressão de poeira. Os resultados evidenciam que não existe um único parâmetro capaz de explicar a eficiência desses materiais, sendo necessária uma abordagem integrada envolvendo molhabilidade, retenção de umidade e interações eletrostáticas. Estudos futuros deverão correlacionar essas propriedades com ensaios diretos de emissão de poeira, permitindo estabelecer critérios quantitativos para seleção e desenvolvimento de novos supressores.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa, aos profissionais do CETEM pelo apoio e ajuda e a H2O Ambiental pelo fornecimento das amostras.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COPELAND, C. R; KAWATRA, S.K. Dust suppression in iron ore processing plants. Mining, Metallurgy & Exploration, [S.l.], v.22, n.4, p. 177-191, 2005. DOI: 10.1007/BF03403321
- COPELAND, C. R; KAWATRA, S.K. Are surfactants effective for iron dust control? International Journal of Materials and Structural Integrity, [s.l.], v.1, n.1, p. 259-276, 2007. DOI: 10.1504/IJMMSI.2007.013876
- HUANG, Z.; CHEN, S.; REN, J. Development and Characterization of an environmentally friendly composite dust suppressant for suppressing iron ore dust. Environ. Prog. Sustainable Energy. v. 45, n. 3, p. E70204. DOI: 10.1002/EP.70204

AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS PARA A CALCINAÇÃO DE VERDETE COM CaCl_2

EVALUATION OF OPERATIONAL PARAMETERS FOR VERDETE ORE CALCINATION WITH CaCl_2

Caio Barbosa dos Santos

Aluno de Graduação, 6º período, Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ)

Estagiário - abril/2025 a agosto/2026

csantos@cetem.gov.br

Marisa Bezerra de Mello Monte

Orientadora, D.Sc. em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, CETEM

mmonte@cetem.gov.br

RESUMO

O Brasil é fortemente dependente da importação de potássio para atender à demanda agrícola, o que torna estratégica a busca por fontes nacionais desse nutriente, como o minério verdete. Nesse contexto, este trabalho avaliou uma rota termoquímica baseada na calcinação do verdete com $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, visando converter o potássio estrutural em KCl solúvel e otimizar as condições do processo. Foram realizados ensaios variando-se a proporção de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, entre 25% e 100%, a temperatura, de 700 °C a 900 °C, o tempo de calcinação, de 25 a 55 minutos, e a relação sólido/líquido na lixiviação, entre 1:10 e 1:20. A maior extração de potássio, de 91,4%, foi obtida com a proporção 1:1 entre verdete e $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, a 800 °C por 40 minutos. Observou-se ainda que essa condição apresentou desempenho ligeiramente superior ao tratamento realizado a 900 °C, indicando a possível existência de uma temperatura-limite para o processo, possivelmente associada à volatilização do KCl. A temperatura de calcinação e a quantidade de cloreto foram as variáveis que mais influenciaram a extração, enquanto a relação sólido/líquido apresentou menor efeito na faixa estudada. Os resultados demonstram o potencial da rota avaliada para a obtenção de potássio solúvel a partir do verdete.

Palavras-chave: Verdete, potássio, calcinação, CaCl_2 , fertilizantes.

ABSTRACT

Brazil is heavily dependent on potassium imports to meet agricultural demand, which makes the search for domestic sources of this nutrient, such as verdete ore, a strategic priority. In this context, this study evaluated a thermochemical route based on the calcination of verdete with $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, aiming to convert structural potassium into soluble KCl and optimize the process conditions. Experiments were conducted by varying the proportion of $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, from 25% to 100%; the temperature, from 700 °C to 900 °C; the calcination time, from 25 to 55 minutes; and the solid-to-liquid ratio during leaching, from 1:10 to 1:20. The highest potassium extraction, 91.4%, was achieved using a 1:1 verdete-to- $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ratio, at 800 °C for 40 minutes. This condition also showed slightly better performance than the treatment carried out at 900 °C, suggesting the possible existence of an upper temperature limit for the process, potentially associated with KCl volatilization. Calcination temperature and chloride content were the variables that most strongly influenced potassium extraction, whereas the solid-to-liquid ratio had a less significant effect within the range studied. The results demonstrate the potential of the evaluated route for obtaining soluble potassium from verdete ore.

Keywords: Verdete, potassium, calcination, CaCl_2 , fertilizers.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil ocupa posição de destaque entre os maiores consumidores mundiais de fertilizantes, sendo o agronegócio um dos pilares estruturais da economia nacional. Entre os macronutrientes essenciais à agricultura, o potássio (K) desempenha papel fundamental no desenvolvimento das plantas, na resistência a pragas e doenças, na regulação osmótica celular e na qualidade dos grãos produzidos. Apesar dessa importância crítica, o Brasil apresenta elevada dependência externa de potássio (K) para a agricultura (ANM, 2025), o que representa uma vulnerabilidade estratégica considerável, especialmente frente as instabilidades geopolíticas e flutuações nos preços internacionais de commodities minerais.

Diante desse cenário de dependência externa, a busca por fontes alternativas de potássio em território nacional torna-se imperativa. Nesse contexto, o minério verdete, encontrado com relativa abundância na região de Dores do Indaiá, estado de Minas Gerais, pode se destacar como matéria-prima promissora para a produção de fertilizantes potássicos. Estudos prévios indicam que esse minério pode apresentar teores de K_2O de até 10%, valor competitivo frente a outras fontes minerais alternativas (GUIMARÃES, 2021). No entanto, há um obstáculo técnico: o potássio no verdete está majoritariamente aprisionado na estrutura cristalina de minerais silicáticos, como os feldspatos e filossilicatos, que possuem baixíssima solubilidade natural em água, inviabilizando o uso direto do minério como fertilizante ou remineralizador (YUAN et. al., 2015).

Para contornar essa limitação, a rota termoquímica de calcinação com cloreto de cálcio di-hidratado ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) apresenta-se como uma alternativa para extração de potássio. Durante o processo de calcinação, o $CaCl_2$ atua como agente de transformação mineral, promovendo a substituição do potássio pelo cálcio na estrutura dos silicatos, favorecendo a formação de fases contendo potássio solúveis, como o cloreto de potássio (KCl) (YUAN et al., 2015; TÜRK et al., 2021). A lixiviação aquosa subsequente permite extrair o potássio da matriz sólida e recuperá-lo como produto final apto à aplicação agrícola.

2. OBJETIVOS

O objetivo deste estudo foi avaliar os parâmetros operacionais do processo de calcinação do verdete para determinação das variáveis e limites para maximização da extração de potássio. Os objetivos específicos compreenderam: (i) caracterizar física, química e mineralogicamente a amostra de verdete; (ii) avaliar a influência da temperatura, do tempo e da proporção verdete: $CaCl_2$ na calcinação e relação sólido:líquido na lixiviação para extração de K; (determinar as condições para realização de um planejamento de experimentos completo.

3. METODOLOGIA

3.1 Materiais

A matéria-prima utilizada foi o minério verdete, proveniente da região de Dores do Indaiá (MG). O reagente empregado como agente de calcinação foi o cloreto de cálcio di-hidratado ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) de grau P.A., e a lixiviação foi realizada com água destilada.

3.2 Procedimento Experimental

A caracterização física da amostra de verdete foi realizada através da determinação da densidade real por picnometria com água e análise granulométrica. A caracterização química foi conduzida por Fluorescência de Raios X (FRX), enquanto a caracterização mineralógica foi realizada por Difração de Raios X (DRX) com refinamento de Rietveld.

Os ensaios de calcinação foram realizados conforme fluxograma apresentado na Figura 1. O verdete foi submetido ao preparo físico, com etapas de britagem, moagem em moinho de barras e peneiramento a úmido para obtenção da amostra abaixo de 150 μm . Os ensaios de calcinação foram realizados com 5,0 g de verdete com diferentes proporções de $CaCl_2 \cdot 2H_2O$. Após a pesagem os sólidos foram homogeneizados em cadinho de porcelana e calcinados em forno mufla na

temperatura selecionada. Após o tratamento térmico a amostra foi resfriada em dessecador, o material foi lixiviado com água, filtrado a vácuo e analisado por Espectrometria de Absorção Atômica (EAA) e o resíduo foi caracterizado por FRX.

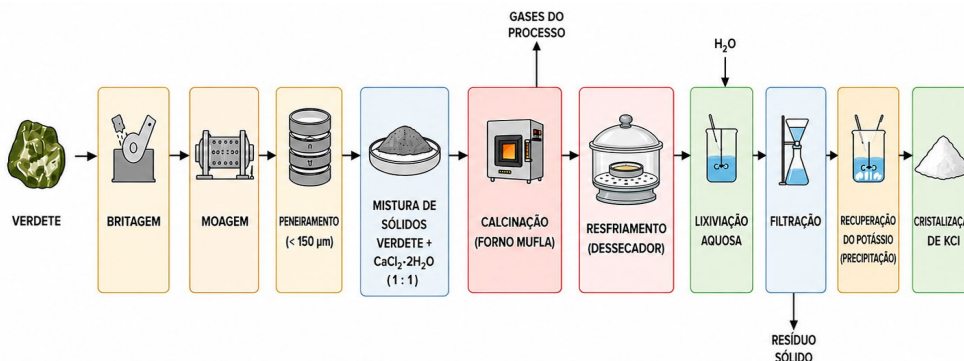


Figura 1: Fluxograma de realização dos experimentos.

A extração de potássio foi determinada através do balanço de massa do elemento (Equação 1), considerando as análises de composição do licor por via úmida (EAA) e a composição dos resíduos sólidos por FRX.

$$E (\%) = \frac{[K_{licor}] \times V_{licor}}{[K_{licor}] \times V_{licor} + K_{resíduo} \times m_{resíduo}} \times 100 \quad (1)$$

Onde $[K_{licor}]$ representa a concentração de potássio no licor ($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$), V_{licor} o seu respectivo volume (L), $K_{resíduo}$ o teor percentual de potássio no resíduo sólido ($\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$) e $m_{resíduo}$ a massa do resíduo (g).

Os ensaios de calcinação nessa etapa foram buscaram avaliar quais seriam os limites aplicados para um delineamento experimental. Foram avaliadas proporção de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, relação sólido:líquido na lixiviação aquosa, temperatura de tratamento e tempo de exposição ao tratamento térmico.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização física da amostra de verdete revelou uma densidade real de $2,64 \text{ g/cm}^3$, compatíveis com minérios desse tipo. A análise granulométrica indicou 80% passante (d_{80}) em aproximadamente $550 \mu\text{m}$, com 47,6% da massa abaixo de $38 \mu\text{m}$, para a amostra inicial. A Figura 2 apresenta o difratograma da amostra cabeça do minério em que foi possível identificar as fases majoritárias. Com o refinamento de Rietveld, foram identificadas como principais fases portadoras de potássio os filossilicato, phengita (38,6%), illita (7,6%) e glauconita (2,4%), além dos feldspatos potássicos microclina (29,9%) e ortoclásio (2,9%). O quartzo (16,0%) e a albita (1,5%), embora presentes na amostra, são fases não portadoras de potássio.

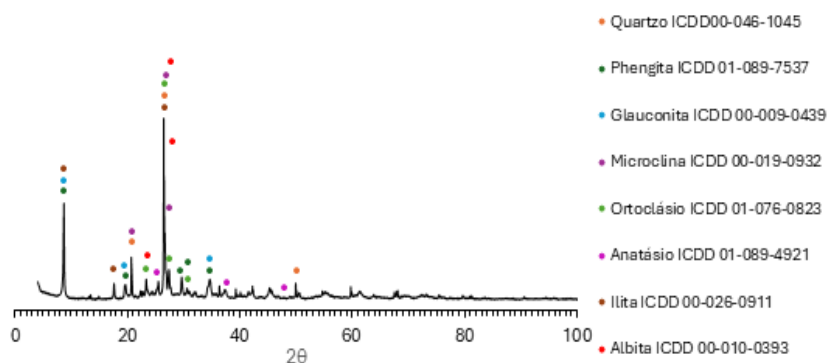


Figura 2: Difratograma de raios X da amostra cabeça do minério de verdete.

As análises de composição química por FRX apresentaram teores médios de 9,1% K₂O, 60,4% SiO₂, 16,7% Al₂O₃ e 6,9% Fe₂O₃. Tanto a composição mineralógica como a composição química da amostra não apresentaram variações significativas em relação à redução da granulometria das partículas. Dessa forma, optou-se por preparar e utilizar nos ensaios experimentais o verdete com partículas inferiores a 150 µm, garantindo maior homogeneidade da amostra e melhor reprodutibilidade dos resultados, sem comprometer sua representatividade química e mineralógica.

Os estudos de calcinação foram realizados para avaliar os limites para realização de um planejamento experimental que buscasse aperfeiçoar o processo de solubilização de potássio através de tratamento térmico. A proporção de cloreto de cálcio influencia os resultados de extração de potássio conforme podem ser observados na Tabela 1. O incremento da proporção de CaCl₂·2H₂O aumenta a extração de potássio de 20,3%, com 25% de cloreto de cálcio, para 91,4% quando se utiliza uma massa de cloreto de cálcio equivalente à de verdete.

Tabela 1: Efeito da proporção de CaCl₂·2H₂O para ensaios realizados a 800 °C, 40 minutos e relação sólido líquido na lixiviação de 1:10.

CaCl ₂ ·2H ₂ O (%)	Concentração de K (mg.L ⁻¹)	Extração K (%)
25	648	20,3
50	1575	50,6
100	3006	91,4

O aumento da extração ocorre porque o Ca participa da reação e substituindo alguns sítios ocupados pelo K para manter o equilíbrio de cargas (YUAN et al., 2015). Entretanto, observa-se também que esse incremento na extração de K é cada vez menor.

O processo de extração envolve a etapa de lixiviação do cloreto de potássio formando durante o tratamento térmico. Os resultados apresentados na Tabela 2 indicam que a relação sólido:líquido na faixa estudada não influencia a extração de potássio.

Tabela 2: Efeito da relação sólido:líquido na extração de K para ensaios realizados com CaCl₂·2H₂O de 100% em relação ao verdete, a 800 °C, 40 minutos.

Relação sólido:água	Concentração de K (mg.L ⁻¹)	Extração K (%)
1:10	3006	91,4
1:15	2151	90,4
1:20	1496	89,9

Embora as concentrações de K em solução seja diferente, resultado da maior proporção de água para a relação 1:20 comparada a relação 1:10, as extrações obtidas são semelhantes a 90% independente da proporção de água. É importante destacar que nessas condições a solução não se apresenta saturada para nenhum dos cloretos (KCl e CaCl₂) permitindo a completa dissolução de todos, após o tratamento térmico.

Os ensaios de calcinação para avaliação da temperatura e do tempo são apresentados na Tabela 3. Os resultados indicam que o aumento da temperatura promove o incremento da extração de potássio que varia entre 25 e 40% a depender do tempo de exposição. Em simulações termodinâmicas realizadas por Guimarães (2021), é possível verificar que as transformações nos feldspatos ocorrem na faixa entre 750 e 800 °C. A temperatura é, portanto, uma variável importante para o processo. De acordo com diversos autores, o mecanismo de reação requer a fusão parcial do sal para sua difusão nas partículas do verdete e liberar o K da estrutura dos minerais.

Tabela 3: Efeito da temperatura e do tempo de calcinação para ensaios realizados com $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ de 100% em relação ao verdete e relação sólido:líquido de 1:10.

Ensaio	T (°C)	t (min)	Concentração de K (mg.L^{-1})	Extração K (%)
A	700	25	1605	48,6
B	700	55	1838	63,2
C	900	25	1959	87,4
D	900	55	2064	87,5

O tempo de exposição ao tratamento apresenta um comportamento diferente quando comparado nas duas temperaturas. Na temperatura mais baixa (Ensaio A e B) o aumento do tempo promoveu maior extração de potássio, entretanto, na temperatura mais elevada (Ensaio C e D), o aumento do tempo não promove incremento na extração. Isso pode estar relacionado com a cinética da reação. Com o aumento da temperatura ela pode ser favorecida pela fusão parcial do sal e acelerar o processo. Vale destacar também que mesmo em condições intermediárias de tempo e temperatura dos ensaios B e D, o ensaio a 800 °C e 40 minutos apresenta um desempenho ligeiramente superior ao realizado à 900 °C. Portanto, é provável que exista também uma temperatura superior que limite o processo devido a volatilização do KCl

Os resultados apresentados acima permitiram delimitar as variáveis e os seus respectivos valores para realização de um planejamento de experimentos considerando-se a necessidade de realizar o Delineamento Composto Central Rotacional (Tabela 4).

Tabela 4: Variáveis independentes e níveis codificados para o delineamento composto central rotacional.

Variável	Unidade	-1	0	+1
$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	%	34	67	100
Tempo	min	25	40	55
Temperatura	°C	700	800	900
Relação água:sólido	g/mL	10	15	20

Nesse delineamento determinado a condição central representa a temperatura e tempo com melhor desempenho nos ensaios preliminares. Além disso, levou-se em consideração condições factíveis de porcentagem de cloreto de cálcio e relação água:sólido dos extremos axiais (-2 e +2).

5. CONCLUSÕES

A extração do potássio do verdete é possível através do processo de calcinação com $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Foi possível obter 91,4% de extração de K com ensaio realizado à 800 °C, 40 minutos de tratamento, proporção de cloreto de cálcio de 100% e relação sólido:líquido de 1:10. Os resultados evidenciaram que a temperatura de tratamento e a proporção de cloreto de cálcio exercem grande influência na extração de potássio. Por outro lado, a influência do tempo de exposição é dependente da temperatura e a relação sólido:líquido na lixiviação aquosa mostrou menor impacto na faixa estudada. Dessa forma, os ensaios preliminares permitiram estabelecer as faixas de estudo das variáveis para aplicação de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) que busca avaliar os efeitos principais, as interações entre as variáveis e determinar as condições ótimas de operação visando maximizar a extração de potássio.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) e à Coordenação de Processamento e Tecnologias Minerais (COPTM) pela infraestrutura laboratorial e suporte técnico.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANM. Sumário Mineral Brasileiro 2025. Brasília, DF: Agência Nacional de Mineração, 2025.

GUIMARÃES, Y. F. Extração de potássio de fonte mineral alternativa visando ao uso como fertilizante. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mineral) — Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2021.

MAZUMDER, A. K. et al. Extraction of potassium from glauconitic sandstone by the roast leach method. *International Journal of Mineral Processing*, v. 38, n. 3-4, p. 231-240, 1993.

TÜRK, T. et al. Extraction of potassium from feldspar by roasting with CaCl_2 obtained from the acidic leaching of wollastonite-calcite ore. *Minerals*, v. 11, n. 12, p. 1369, 2021.

YUAN, B. et al. Extraction of potassium from K-feldspar via the CaCl_2 calcination route. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, v. 23, n. 9, p. 1557-1564, 2015.

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA A CRISTALIZAÇÃO SALINA E AOS CICLOS DE MOLHAGEM E SECAGEM EM ROCHAS AGLOMERADAS PRODUZIDAS COM RESÍDUOS DE QUARTZITO, GRANITO E DIFERENTES RESINAS LIGANTES

EVALUATION OF RESISTANCE TO SALT CRYSTALLIZATION AND WETTING DRYING CYCLES IN AGGLOMERATED STONES PRODUCED FROM QUARTZITE AND GRANITE WASTE USING DIFFERENT BINDER RESINS

Caio Barboza Louzada

Aluno de Graduação da Engenharia de Minas 10º período
Instituto Federal do Espírito Santo - IFES
Período PIBIC/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026
caiolouzada@gmail.com

Mariane Costalonga de Aguiar

Orientadora, Química, D.Sc.
maguiar@cetem.gov.br

Evanizis Dias Frizzera Castilho

Coorientadora, Engenharia Civil, D.Sc.
evanizis@ifes.edu.br

RESUMO

A crescente demanda por materiais sustentáveis na construção civil tem impulsionado pesquisas voltadas ao aproveitamento de resíduos da indústria de rochas ornamentais, visando reduzir impactos ambientais e agregar valor a esses materiais. Neste contexto, objetivo com este trabalho foi analisar se diferentes tipos de resinas ligante, utilizadas na fabricação de rochas aglomeradas a partir de resíduos de quartzito e granito, influenciam nas propriedades físico-químico mecânico quando submetidos aos ensaios de alterabilidade salina e molhagem e secagem. Foram utilizados resíduos provenientes da extração e do beneficiamento, além de resinas epóxi e poliuretano vegetal (PUV) para a produção das rochas aglomeradas artificiais. Essas rochas foram produzidas pela técnica de vibrotermocompressão a vácuo. Ao todo, foram produzidas dezesseis rochas, das quais foram confeccionados corpos de prova conforme normas técnicas específicas para os ensaios de resistência à cristalização salina e durabilidade por molhagem e secagem. Os ensaios consistiram na exposição cíclica das amostras a soluções salinas e a condições alternadas de umedecimento e secagem, simulando mecanismos de degradação frequentemente observados em ambientes de serviço. A avaliação foi realizada por meio da determinação da perda de massa após os ciclos experimentais, permitindo analisar a influência do tipo de resina na resistência dos materiais. De forma geral, os resultados indicaram diferenças de desempenho entre os sistemas ligantes avaliados, evidenciando maior estabilidade das rochas produzidas, contribuindo para o desenvolvimento de rochas aglomeradas mais duráveis e sustentáveis. Reforçando o potencial do aproveitamento de resíduos de quartzito e granito como alternativa tecnológica para aplicações na construção civil.

Palavras chave: Rochas aglomeradas, resina, resíduos.

ABSTRACT

The growing demand for sustainable materials in civil construction has driven research focused on utilizing waste from the ornamental stone industry, aiming to reduce environmental impacts and add value to these materials. In this context, the objective of this work was to analyze whether different types of binder resins, used in the manufacture of agglomerated stones from

quartzite and granite waste, influence the physical-chemical-mechanical properties when subjected to saline alterability and wetting and drying tests. Waste from extraction and processing, as well as epoxy and vegetable polyurethane (PUV) resins, were used to produce the artificial agglomerated stones. These stones were produced using the vacuum vibrothermocompression technique. In total, sixteen stones were produced, from which test specimens were made according to specific technical standards for the tests of resistance to saline crystallization and durability by wetting and drying. The tests consisted of the cyclic exposure of the samples to saline solutions and alternating wetting and drying conditions, simulating degradation mechanisms frequently observed in service environments. The evaluation was carried out by determining the mass loss after the experimental cycles, allowing for the analysis of the influence of the resin type on the materials resistance. In general, the results indicated performance differences between the evaluated binder systems, highlighting greater stability of the produced stones, contributing to the development of more durable and sustainable agglomerated stones. This reinforces the potential of utilizing quartzite and granite waste as a technological alternative for applications in civil construction.

Keywords: Agglomerated stone; resin; waste.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil é um dos maiores produtores mundiais de rochas ornamentais. Dito isso, o aumento da busca por alternativas sustentáveis na construção civil tem impulsionado pesquisas voltadas ao reaproveitamento de resíduos provenientes da indústria de rochas ornamentais (Aguiar et al., 2024). Dentre os materiais mais desejado no mercado atual, encontra-se o quartzito e o granito, cujos resíduos são produzidos em grandes quantidades durante os processos de extração e beneficiamento, constituindo um importante passivo ambiental.

De acordo com a norma EN 14618 (Asociación Española de Normalización y Certificación, 2011), define-se como rocha aglomerada o produto manufaturado em processo industrial a partir de uma mistura de agregados, resina e ligante, que contribuem para o aprimoramento das propriedades do material. Nesta etapa de fabricação utilizam-se ligantes, geralmente resinas termofixas à base de epóxi ou poliéster e também a resina biodegradável de poliuretano vegetal.

A análise dessas propriedades se torna indispensável afim de identificar possíveis alterações que possam comprometer a aparência e o desempenho físico-químico e mecânico do material. Como consequência, diversos estudos têm sido desenvolvidos com rochas aglomeradas para avaliar suas propriedades (Castilho et al., 2023; Gadioli et al., 2023; Agrizzi et al., 2022). Segundo (Borba et al., 2011) essas alterações podem comprometer a estética, a durabilidade e, principalmente, a segurança quando essas pedras são aplicadas na construção civil.

Neste trabalho, busca-se analisar possíveis patologias nas rochas produzidas a partir dos ensaios de alterabilidade salina e resistência a molhagem e secagem em corpos de prova produzidos com resíduos de quartzito, granito e resinas ligantes com propriedades distintas.

2. OBJETIVOS

O objetivo com este trabalho foi analisar se diferentes tipos de resinas ligante, utilizadas na fabricação de rochas aglomeradas a partir de resíduos de quartzito e granito, influenciam nas propriedades físico-químico mecânico quando submetidos aos ensaios de alterabilidade salina e molhagem e secagem.

3. METODOLOGIA

Os materiais empregados neste estudo foram: resíduos de quartzito e granito oriundos da extração e do beneficiamento (serragem utilizando tear multifio) e como agente ligante as resinas de poliuretano vegetal (derivada do óleo de mamona) e epóxi. O quartzito utilizado foi o Perla Venata e o granito Branco Dallas.

Os resíduos foram classificados em três faixas granulométricas: grossa, média e fina. O material proveniente da extração foi processado para obtenção das granulometrias grossa e média, enquanto o resíduo do beneficiamento foi utilizado na granulometria fina. Em seguida, essa mistura, em combinação com a resina, foi introduzida em um molde, que é fechado para a realização do processo de vibrotermocompressão a vácuo.

Foram produzidas 16 rochas, sendo 8 delas com resina epóxi (4 com resíduos de granito e 4 com resíduos de quartzito) e outras 8 com resina poliuretano vegetal (PUV) com os respectivos resíduos de granito e quartzito. Com essas rochas, foram preparados corpos de provas seguindo as normas ABNT NBR 13554/2012, para o ensaio de durabilidade a molhagem e secagem e a norma EM 12370/2020, para o ensaio de resistência a cristalização salina. Os ensaios foram realizados no laboratório de caracterização do Instituto Federal do Espírito Santo, campus Cachoeiro de Itapemirim. A Tabela 1 apresenta as combinações das rochas produzidas.

Tabela 1: Combinações das rochas aglomeradas produzidas.

Resíduo	Resina	Resíduo	Resina
Quartzito	Epóxi	Granito	Epóxi
	Mamona (PUV)		Mamona (PUV)

Segundo a norma para o ensaio de molhagem e secagem, são necessários 5 corpos de prova para cada material, de tamanho 100 x 25 x 10 mm, submetidos a dez ciclos de molhagem e secagem, conforme procedimento descrito na norma. Em cada ciclo os corpos de prova foram submetidos a 8 movimentos repetitivos (4 para frente e 4 para trás), nas duas faces do corpo de prova, com uma escova de tiras de aço. Após a escovação, os corpos de prova são mergulhados na água deionizada e em seguida levados para estufa a 70°C. Cada ciclo tem duração de 48 horas, sendo: 42 horas na estufa, 1 hora para realizar a escovação e descansar, 5 horas submersos na solução.

Para o ensaio de resistência a cristalização salina, são necessários 6 corpos de prova para cada material, de tamanho 40 x 40 mm, que foram submetidos a 15 ciclos onde inicialmente as rochas foram secas em estufa ventilada a uma temperatura de 105°C e pesadas em balança de precisão, até atingirem massa constante.

Em seguida, as amostras foram imersas em uma solução de sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) a 14%, coberto com uma tampa de acrílico para evitar evaporação. Cada ciclo teve duração de 24 horas, sendo: 18 horas na estufa, 4 horas no dessecador, 2 horas submersos na solução de sulfato de sódio.

Para preparar a solução, foi diluído 1 kg de sulfato de sódio para 6 litros de água deionizada. Sendo utilizado, por ciclo, apenas a quantidade de solução necessário para cobrir por completo os corpos de prova. Para otimizar a diluição, foi utilizado um misturador magnético.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Alterabilidade por Ciclos de Cristalização Salina

A cristalização salina simula a degradação causada pela presença de sais solúveis em ambientes úmidos, onde a formação e crescimento de cristais nos poros do material induzem tensões internas que podem levar à fissuração e perda de massa.

Os resultados apresentados na Tabela 2 demonstram diferenças expressivas entre os sistemas ligantes. As amostras produzidas com resina poliuretana vegetal (PUV) não apresentaram perda de massa mensurável, tanto para o quartzito quanto para o granito após os 15 ciclos. Essa estabilidade indica elevada resistência da matriz de PUV à penetração de solução salina e à pressão de cristalização.

Tabela 2: Ensaio de alterabilidade por cristalização salina nas rochas aglomeradas produzidas.

Perda de Massa por Cristalização Salina				
Resíduo x Resina		Média (%)	Desvio padrão	Coefficiente de Variação
Quartzito	PUV	0	0,010	0
	Epóxi	0,79	0,080	0,007
Granito	PUV	0	0,033	0,001
	Epóxi	0,91	0,220	0,046

Em contraste, a degradação observada está associada, principalmente, à absorção de água, às tensões geradas pela expansão e contração durante os ciclos de crescimento de cristais de sal no interior dos poros. Fatores esses que favorecem a formação de microfissuras e a perda de massa. O maior valor observado para o granito pode estar relacionado à sua microestrutura mineralógica heterogênea, que atua como concentradora de tensões durante os ciclos de cristalização, favorecendo o destacamento de grãos. O maior coeficiente de variação das amostras de epóxi também sugere menor uniformidade do compósito.

Esses resultados estão em acordo com Castilho et al., 2023; 2026, que verificaram maior susceptibilidade de matrizes epóxi ao ataque por sais em rochas aglomeradas.

4.2 Ensaio de Molhagem e Secagem

O ensaio de molhagem e secagem (Tabela 3) avalia a durabilidade do material frente a ciclos de absorção de água e perda de umidade, mecanismo comum em fachadas e revestimentos expostos às intempéries. A variação cíclica de volume pode gerar microfissuras e comprometer a coesão da matriz.

Tabela 3: Ensaio de alterabilidade por molhagem e secagem nas rochas aglomeradas produzidas.

Perda de Massa por Molhagem e Secagem				
Resíduo x Resina		Média	Desvio padrão	Coefficiente de Variação
Quartzito	PUV	0,13	0,013	0
	Epóxi	0,52	0,055	0,003
Granito	PUV	0,15	0,007	0
	Epóxi	0,94	0,217	0,047

Conforme apresentado na Tabela 3, novamente a resina PUV apresentou desempenho superior. A natureza da resina de óleo de mamona, com cadeias mais flexíveis, provavelmente permitiu acomodar as expansões e contrações sem gerar danos significativos na estrutura. Já para a combinação epóxi + granito resultou na maior perda de massa de todo o estudo, com alto coeficiente de variação. Esse comportamento reforça que os materiais com maior degradação apresentaram maior suscetibilidade ao intemperismo acelerado, indicando menor estabilidade da interface matriz-partícula e maior facilidade para a propagação de danos induzidos pelos ciclos de envelhecimento.

A superioridade da PUV em relação ao epóxi também foi reportada por Gadioli et al., 2023 em estudo com rochas aglomeradas, corroborando a tendência observada neste trabalho.

5. CONCLUSÕES

Embora o coeficiente de variação apresentados sejam baixos, indicando boa consistência experimental, os resultados demonstraram que o tipo de resina exerce influência na durabilidade das rochas aglomeradas produzidas com resíduos de quartzito e granito, contribuindo para o desenvolvimento de materiais mais duráveis e sustentáveis. As amostras produzidas com resina de poliuretano vegetal apresentaram menores perdas de massa tanto nos ensaios de cristalização salina quanto no de molhagem e secagem, indicando potencial para aplicações em ambientes sujeitos à umidade e à presença de sais.

Em contrapartida, as amostras produzidas com resina epóxi apresentaram maiores perdas de massa e maior variabilidade dos resultados, especialmente quando associadas aos resíduos de granito onde apresenta em geral, sua maior porosidade, microestrutura mineralógica heterogênea e presença de interfaces entre diferentes minerais podem favorecer a concentração de tensões durante os ciclos de degradação, resultando em maior perda de massa.

Desta forma, a resina poliuretana vegetal (PUV) mostrou-se uma alternativa promissora para a produção de rochas aglomeradas com maior durabilidade.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq (processo nº134478/2024-0) pelo apoio financeiro da bolsa concedida. Em especial, aos meus orientadores, Mariane Costalonga de Aguiar e Evanizis Dias Fizera Castilho pelo apoio e ensinamentos na realização do estudo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

ABNTNBR13554; Soil-Cement – Wetting and Drying Durability Test – Test Method. Associação Brasileira de Normas Técnicas: São Paulo, Brazil, 2012.

AGUIAR, M.C.; FERNANDES, M.C.S.; SANT’ANA, M.A.K.; SAGRILLO, V.P.D.; ANASTÁCIO, A.S.; GADIOLI, M.C.B. Eco-Efficient Artificial Stones Produced Using Quartzite Quarry Waste and Vegetable Resin. *Sustainability*, v. 16, p. 247, 2024.

Asociación Española de Normalización y Certificación -AENOR. UNE –EN 14618. Piedra Aglomerada. Terminología y clasificación, 2011.

AGRIZZI, C.P.; CARVALHO, E.A.S.; GADIOLI, M.C.B.; BARRETO, G.N.S.; AZEVEDO, A.R.G.; MONTEIRO, S.N.; VIEIRA, C.M.F. Comparison between Synthetic and Biodegradable Polymer Matrices on the Development of Quartzite Waste-Based Artificial Stone. *Sustainability*, v. 14, p. 6388-18, 2022.

BORBA, A.L.S.; FRANZEM, M.; MENDES, V.A. Importância do controle de qualidade na aplicação de rochas ornamentais como revestimento na construção civil. *Revista Rochas de Qualidade*, ano XLIV, nº 216, pág. 184 -190, 2011.

CASTILHO, E.D.F.; SANT’ANA, M.A. K.; TEIXEIRA, D.N.L.; SILVA, M.E.D.; GADIOLI, M.C.B. Evaluation of the Technological Properties of Artificial Agglomerated Stones in Epoxy Resin and Castor Oil-Based Vegetable Polyurethane Matrix. *RGSA (ANPAD)*, v. 18, p. 04249, 2023.

CASTILHO, E.D.F.; GADIOLI, M.C.B.; AGUIAR, M.C.; Evaluation of the Alterability of Natural and Artificial Agglomerated Stones Produced in Epoxy Matrix. *The polymers*, v. 18, 1164, 2026

GADIOLI, M.C.B.; AGRIZZI, C.P.; AGUIAR, M.C.; LIMA, R.M.; PEDRUZZI, A.D.; RIBEIRO, C.E.G. Evaluation of the contents of ornamentals stones wastes and vegetable polyurethane resin in the production of engineered stones. *Journal Of Building Engineering*, v. 78, p. 107594, 2023.

USO DE BIOPOLÍMERO EXTRAÍDO DA PALMA FORRAGEIRA COMO FLOCULANTE NATURAL PARA TRATAMENTO DE REJEITOS ITABIRÍTICOS

USE OF A BIOPOLYMER EXTRACTED FROM PRICKLY PEAR CACTUS AS A NATURAL FLOCCULANT FOR THE TREATMENT OF ITABIRITE TAILINGS

Cristina Badaró Gonçalves Pinto

Aluna de Graduação da Engenharia Química 8º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026
cristinabadaro@eq.ufRJ.br

Antonio Gutierrez Merma

Orientador, Engenharia Química, D.Sc.
amerma@cetem.gov.br

Silvia Cristina Alves França

Coorientador, Engenharia Química, D.Sc.
sfranca@cetem.gov.br

RESUMO

A escassez de depósitos de alto teor de ferro leva as mineradoras a explorarem minérios mais complexos, cujo beneficiamento gera grandes volumes de rejeitos. O tratamento desses resíduos é essencial para minimizar impactos ambientais, sendo o desaguamento uma das principais etapas, geralmente dependente de floculantes sintéticos. Nesse contexto, o desenvolvimento de biofloculantes representa uma alternativa sustentável. A mucilagem da palma forrageira (*Opuntia ficus-indica* L.) destaca-se pelo elevado teor de polissacarídeos e grupos funcionais capazes de interagir com partículas em suspensão. Neste trabalho, a mucilagem foi avaliada como biofloculante em ensaios de sedimentação com rejeitos itabiríticos. O biopolímero foi obtido por dois métodos de extração: convencional em meio aquoso e assistido por micro-ondas, sendo posteriormente caracterizado por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Os resultados indicam que a mucilagem apresenta potencial como alternativa renovável e sustentável aos floculantes sintéticos no tratamento de rejeitos minerais.

Palavras chave: Flocculação, rejeitos, biopolímero.

ABSTRACT

The depletion of high-grade iron ore deposits has led mining companies to exploit more complex ores, whose processing generates large volumes of tailings. The treatment of these residues is essential to minimize environmental impacts, with dewatering being one of the main processing stages, typically relying on synthetic flocculants. In this context, the development of bioflocculants represents a sustainable alternative. The mucilage of forage cactus (*Opuntia ficus-indica* L.) stands out due to its high polysaccharide content and functional groups capable of interacting with suspended particles. In this study, the mucilage was evaluated as a bioflocculant in sedimentation tests using itabirite tailings. The biopolymer was obtained by two extraction methods: conventional aqueous extraction and microwave-assisted extraction, and subsequently characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The results indicate that the mucilage has potential as a renewable and sustainable alternative to synthetic flocculants for mineral tailings treatment.

Keywords: Flocculation, tailings, biopolymer.

1. INTRODUÇÃO

Há uma crescente escassez de jazidas com altos teores de ferro que leva as mineradoras brasileiras à extraírem minérios de menor teor, como os itabiritos. O processamento destes minérios gera rejeitos cujo descarte é desafiante (Ventura, 2018). Em geral, eles são armazenados como polpas diluídas, o que apresenta um risco ambiental, pela chance de rompimentos nas barragens. Uma solução é a remoção de água do resíduo. O desaguamento torna-se mais rápido e eficiente na presença de agentes aglomerantes, como flocculantes (Ventura, Alves, Souza, 2022). É comum a utilização de flocculantes sintéticos, mas há uma grande preocupação com relação aos seus impactos ambientais. Logo, a busca por flocculantes naturais torna-se uma questão atual e importante.

A mucilagem da palma forrageira é um polissacarídeo complexo, aniônico e viscoso. Tem compostos capazes de interagir com partículas em suspensão, como a pectina, que auxilia na agregação das partículas (Santos et al., 2023). Tais características mostram seu potencial como bioflocculante. Este trabalho visou estudar diferentes métodos de extração da mucilagem da palma forrageira – assistida por microondas e por maceração em água destilada – e de seu biopolímero – precipitação alcoólica – e caracterizá-los via FTIR, e testá-los como bioflocculante em ensaios de sedimentação.

2. OBJETIVOS

Estudar métodos de extração e seus impactos na composição química do biopolímero. Caracterizar os extraídos via FTIR. Estudar a eficiência do bioflocculante em testes de sedimentação. Analisar a turbidez do clarificado.

3. METODOLOGIA

3.1. Extração da Mucilagem de Palma Forrageira

A palma foi coletada em Campina Grande (PB). As raquetes foram higienizadas com escovação e água destilada, e depois cortadas em cubos com cerca de 1cm² de área.

Para a extração por maceração, o material foi pesado e imerso em água destilada na proporção de 1:2 m/V durante 48h, à temperatura ambiente, e então o extraído foi armazenado. Já na extração assistida por microondas, o material pesado foi colocado em dois béqueres de 600 mL, onde adicionou-se água destilada seguindo a proporção 1:2 (m/v). Utilizou-se um microondas doméstico com capacidade para 31 L e potência máxima de 1600 W. Um dos béqueres foi submetido à extração por 5 minutos, à 40% da potência total e o outro, por 10 minutos à 20%. Os extraídos foram submetidos à precipitação alcoólica com etanol 95% na proporção de 1:2 (v/v). Os precipitados foram secos em estufa e macerados antes de serem levados para caracterização.

3.2. FTIR

A espectroscopia FTIR foi realizada em equipamento Frontier, PerkinElmer, localizado no LABTeR/EQ/UFRJ, com acessório de ATR (Attenuated Total Reflectance) e cristal de germânio, com resolução de 4 cm⁻¹, e com uma aquisição de 256 acumulações.

3.3. Ensaios de Sedimentação

Os testes de sedimentação foram realizados em provetas de 250,00 mL, com polpa já preparada (amostra e água destilada) com 7,5% de teor de sólido medido em balança de umidade. Foram feitos ensaios à pH 8,5, temperatura ambiente, com volumes entre 1-40 mL da mucilagem obtida por maceração como flocculante. Os testes duraram 4 horas.

3.4. Análise de Turbidez

Ao fim dos ensaios de sedimentação, tomou-se uma alíquota do sobrenadante de cada um para medir sua turbidez, utilizando um turbidímetro portátil da Hach, modelo 2100P.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. FTIR

Os espectros FTIR estão na Figura 1. Bandas entre 2919-2851 cm^{-1} , que correspondem à vibrações assimétricas de estiramento de ligações químicas de hidroximetilenos, presentes em carboidratos mucilaginosos (Quintero-García et al, 2021). As bandas entre 1618-1569 cm^{-1} estão associadas ao estiramento da ligação dupla de grupos $-\text{COO}-$ (Al-Msiedeen et al, 2024). Para a metodologia de extração assistida por microondas, à 40% de potência, esta banda separa-se em duas bandas mais fracas, 1569 cm^{-1} e 1539 cm^{-1} , o que pode ser resultado de ligações de hidrogênio entre os ácidos da mucilagem e a água (Quintero-García et al, 2021). As bandas entre 1461 cm^{-1} e 1391 cm^{-1} são indicativas das ligninas (Ramamurthy, Kannan, 2007). Bandas entre 1318-1317 cm^{-1} estão relacionadas a ligações $-\text{OH}$. Bandas entre 1266-1122 cm^{-1} , são relacionadas à ligações $\text{C}-\text{O}$ e $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ em ácidos carboxílicos e ligações glicosídicas (Barkociová et al, 2021). As bandas entre 1079 e 1042 cm^{-1} estão relacionadas com o estiramento de ligações $\text{C}-\text{O}$ ou $\text{O}-\text{H}$ em polissacarídeos (Ramamurthy e Kannan, 2007). A banda em 778 cm^{-1} , observada para a palma in natura, é característica de carboidratos comuns na mucilagem, como a galactose (Ramamurthy e Kannan, 2007). Bandas entre 717 e 650 cm^{-1} , são relacionadas à bioligantes contendo nitrogênio (Al-Msiedeen et al, 2024). Os resultados indicam que o processo de extração preservou os grupos funcionais responsáveis pelos mecanismos de adsorção e formação dos flocos.

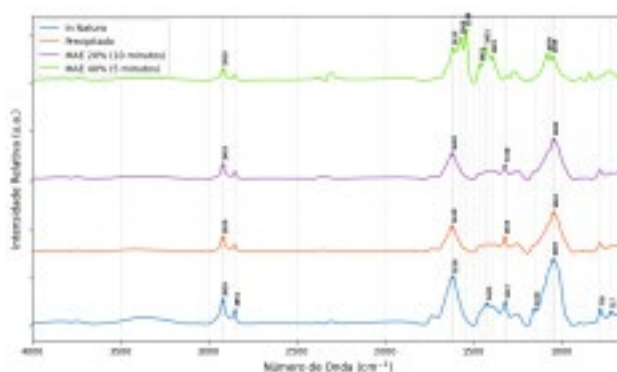


Figura 1: Espectro FTIR comparativo das metodologias de extração da mucilagem.

4.2. Ensaio de Sedimentação

Os resultados dos ensaios de sedimentação estão na Figura 2. A dosagem de 1mL apresenta o pior desempenho, um indicativo de que a quantidade de mucilagem foi insuficiente para promover uma floculação eficiente. Ao fim, a curva aproxima-se das demais, mostrando que apesar disso, a sedimentação final é semelhante. As dosagens de 5 e 7 mL possuem comportamento semelhante, de sedimentação rápida o que indica que a região de dosagem eficiente foi alcançada. A dosagem de 10mL apresenta velocidade inicial de sedimentação mais rápida do que as anteriores. A dosagem de 20mL tem velocidade de sedimentação inicial bem rápida, indicando uma grande eficiência na formação de flocos grandes e densos, e, antes mesmo dos primeiros cinco minutos, estabiliza, indicando que toda a sedimentação rápida já ocorreu. A dosagem de 40mL apresenta uma velocidade inicial de sedimentação extremamente rápida, mas a altura final é inferior às outras dosagens, indicando que adicionar mucilagem em excesso reduz sua eficiência, padrão condizente com sistemas floculados por polímeros, pois a sobredosagem destes é sabida saturar a superfície das partículas, formando flocos volumosos e sedimentado pouco compacto (Ventura, 2021).

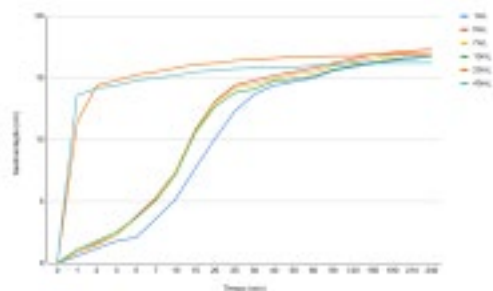


Figura 2: Gráfico de sedimentação para diferentes dosagens de mucilagem.

4.3. Turbidez dos Clarificados

A Figura 3 apresenta os valores de turbidez dos clarificados obtidos após os ensaios de sedimentação. A menor turbidez foi obtida para a dosagem de 1mL. As dosagens de 5mL e 7mL também apresentaram valores de turbidez baixos. A partir da dosagem de 10mL, houve um aumento significativo quanto a turbidez do clarificado, mais expressivo nas dosagens de 20 e 40 mL, o que mostra que o aumento da dosagem do biofloculante não promoveu melhora contínua na clarificação, mas, houve uma piora, sugerindo a existência de uma faixa ideal de dosagem. Além disso, condiz com o fato de que a sobredosagem de floculantes poliméricos favorece a permanência de partículas finas em suspensão, tornando o sobrenadante mais turvo (Ventura, 2021).

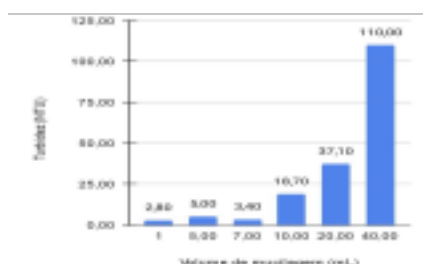


Figura 3: Comparativo da turbidez de clarificados com as dosagens de mucilagem.

Levando em consideração os resultados dos ensaios de sedimentação e a turbidez em conjunto, nota-se que a qualidade do clarificado e a velocidade de sedimentação são inversamente proporcionais. Assim, é preciso avaliar ambos os parâmetros para determinar a faixa ideal de dosagem. Nesse sentido, 7mL representa um ponto de equilíbrio entre a velocidade de sedimentação e a qualidade do clarificado.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos mostram que a mucilagem da palma tem potencial para aplicação como biofloculante no tratamento de rejeitos itabiríticos. A caracterização por FTIR evidenciou a presença de grupos funcionais característicos de polissacarídeos, compatíveis com sua atuação como agente floculante. A dosagem de 7mL apresentou o melhor equilíbrio entre velocidade de sedimentação e qualidade do clarificado, e

volumes superiores resultaram em redução da eficiência. Estudos futuros avaliarão o desempenho da mucilagem em maiores concentrações de sólidos, diferentes valores de pH e operações contínuas de espessamento.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa concedida através do programa PIBITI/CETEM.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AL-MSIEDEEN, A.M.; JAMHOUR, R.M.A.Q.; AL-SOUD, A.; AL-ZEIDANEEN, F.K.; ALNAANAH, S.A.; ALRAWASHDEH, A.I.; ABUALREISH, M.J.A.; ALAWAIDEH, S.; ALHESAN, J.S.A. Powdered *Opuntia ficus-indica* as an effective adsorbent for the removal of phenol and 2-nitrophenol from wastewater: Experimental and theoretical studies. *Desalination and Water Treatment*, vol.320., 100859, 2024.

BARKOCIOVÁ, M.; TÓTH, J.; SUTOR, K.; DROBNICKA, N.; WYBRANIEC, S.; DUDÍK, B.; BILKOVÁ, A.; CZIGLE, S. Betalains in edible fruits of three cactaceae taxa – *Epiphyllum*, *Hylocereus* and *Opuntia* – their LC-MS/MS and FTIR identification and biological activities evaluation. *Plants*, vol.10, 112, p.2669, 2021.

QUINTERO-GARCÍA, M.; GUTIÉRREZ-CORTEZ, E.; BAH, M.; ROJAS-MOLINA, A.; CORNEJO-VILLEGAS, M.A.; DEL REAL, A.; ROJAS-MOLINA, I. Comparative analysis of the chemical composition and physicochemical properties of the mucilage extracted from fresh and dehydrated *Opuntia cladodes*. *Foods*. vol.10, 2021.

RAMAMURTHY, N; KANNAN, S. Fourier transform infrared spectroscopic analysis of a plant (*Calotropis gigante* L.) from an industrial village, Cuddalore DT, Tamilnadu, India. *Romanian Journal of Biophysics*, vol.17, no.4, 2007.

VENTURA, R.J.; ALVES, J.V.S.; SOUZA, T.F. Efeitos do uso de floculante e coagulante na sedimentação de rejeito de minério de ferro. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA. XXIX ENTMME, 2021, Armação de Búzios, Rio de Janeiro, Brasil.

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA POR MICROFLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DE AMOSTRA DE DEPÓSITO DE OURO OROGÊNICO DA MINA DE PILAR, QUADRILÁTERO FERRÍFERO

TECHNOLOGICAL CHARACTERIZATION BY X-RAY FLUORESCENCE MICROSPECTROMETRY OF AN OROGENIC GOLD DEPOSIT SAMPLE FROM THE PILAR MINE, QUADRILÁTERO FERRÍFERO

Daniel Barra Lucchesi

Aluno de Graduação da Geologia 3º período, UFRJ

Período PIBIC: Agosto de 2025 a agosto de 2026

daniel_lucchesi06@outlook.com

Felipe Emerson André Alves

Orientador, geólogo, D.Sc.

fealves@cetem.gov.br

RESUMO

O objetivo do trabalho é realizar a caracterização mineralógica, por microfluorescência de raios X (μ -FRX), de uma amostra de depósito de ouro, com ênfase no mapeamento químico elementar e na detecção de elementos de baixo teor por análises pontuais em minerais de minério, seguida da interpretação mineralógica da área mapeada com o software AMICS. Foi analisado um quarto de testemunho de sondagem do depósito de ouro orogênico da Mina de Pilar, porção central do Quadrilátero Ferrífero (MG), cuja gênese está associada a intensa alteração hidrotermal, com carbonatação e mineralização rica em sulfetos de ferro e arsênio, principalmente arsenopirita. A metodologia compreendeu o mapeamento químico integral da amostra e análises pontuais em 16 pontos selecionados por contrastes composicionais e texturais e em 14 pontos direcionados às regiões de maior teor de ouro, com e sem filtros na fonte de excitação. Os mapas e sua interpretação pelo AMICS definiram uma zona mineralizada dominada por siderita, com arsenopirita e pirrotita $\pm$ pirita subordinadas, em consistência com a literatura. As análises pontuais revelaram ouro nativo com prata associada, não visíveis no mapeamento, confirmando a eficácia do mapa como ferramenta de triagem. O filtro suprimiu picos de baixa energia, como S $K\alpha$, e realçou o contraste dos picos de alta energia (As $K\alpha$ e Au $L\alpha$), de modo que os dois modos de aquisição, utilizando o mesmo instrumento, se mostraram complementares.

Palavras-chave: Microfluorescência de raios X, minério de ouro, quadrilátero ferrífero.

ABSTRACT

The main goal of this work is to perform the mineralogical characterization, by X-ray fluorescence microspectrometry (μ -XRF), of a gold deposit sample, emphasizing elemental chemical mapping and the detection of low-content elements through spot analyses of ore minerals, followed by the mineralogical interpretation of the mapped area with the AMICS software. A quarter drill core sample from the orogenic gold deposit of the Pilar Mine, central Quadrilátero Ferrífero (MG), was analysed. The genesis of this deposit is associated with intense hydrothermal alteration, with carbonate alteration and mineralization rich in iron and arsenic sulphides, arsenopyrite. The methodology comprised the complete chemical mapping of the sample and spot analyses of 16 points selected by compositional and textural contrasts plus 14 points targeting the highest gold regions, with and without filtering the X-rays from the exciting source. The maps and their AMICS interpretation defined a mineralized zone dominated by siderite, with arsenopyrite and subordinate pyrrhotite $\pm$ pyrite, consistent with the literature. Spot analyses revealed native gold with associated silver, not visible in the mapping,

confirming the efficacy of the map as a screening tool. The filter suppressed low energy peaks, such as sulphur K α , and enhanced the contrast of the high energy peaks (As K α and Au L α), so that the two acquisition modes of the same technique proved to be complementary.

Keywords: X-ray fluorescence microspectrometry, gold ore, quadrilátero ferrífero.

1. INTRODUÇÃO

A caracterização tecnológica de minérios é etapa fundamental para o aproveitamento de depósitos de relevância econômica, fornecendo informações sobre composição química e mineralógica, texturas e associações entre as fases portadoras dos elementos de interesse. Em depósitos de ouro, nos quais o metal frequentemente ocorre em teores baixos e granulação fina, associado a sulfetos, a identificação das fases portadoras e de suas associações espaciais é decisiva para orientar rotas de processamento mineral e estudos genéticos.

A μ -FRX vem se consolidando como resposta a essa demanda. Trata-se de uma técnica analítica não destrutiva que combina a análise química elementar da fluorescência de raios X convencional com resolução espacial da ordem de dezenas de micrometros, permitindo a geração de mapas químicos de superfícies. Diferentemente das técnicas estritamente pontuais, a μ -FRX possibilita a análise de amostras de grandes dimensões, como testemunhos de sondagem, sem necessidade de cominuição ou confecção de seções polidas, preservando o contexto textural original e apresentando maior eficiência em aquisições longas. Adicionalmente, alcança limites de detecção da ordem de ppm para diversos elementos, o que a torna adequada à investigação de elementos de relevância econômica em baixos teores.

A amostra estudada provém do depósito da Mina de Pilar, na porção central do Quadrilátero Ferrífero (MG), um depósito de ouro do tipo orogênico cuja gênese está associada a intensa alteração hidrotermal, marcada por carbonatação e por mineralização rica em sulfetos de ferro e arsênio, com destaque para a arsenopirita (Silva-Alves et al., 2022).

2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo realizar a caracterização mineralógica, por μ -FRX, de uma amostra de depósito de ouro, com ênfase no mapeamento químico elementar e na detecção de elementos de baixo teor por meio de análises pontuais em minerais de minério, seguida da interpretação mineralógica da área mapeada com o software AMICS. Como objetivo complementar, avalia-se o efeito de um filtro espectral (Al/Ti/Cu) sobre os espectros e a quantificação das análises pontuais, visando suprimir o background nos espectros, melhorando a relação sinal ruído, o que leva ao aumento na sensibilidade da análise. Espera-se que esses testes levem à definição de condições de aquisição mais adequadas para cada finalidade analítica.

3. METODOLOGIA

A amostra analisada corresponde a um quarto de testemunho de sondagem do depósito de ouro da Mina de Pilar, selecionada por suas características mineralógicas visuais. As análises foram realizadas por meio da técnica microfluorescência de raios X, utilizando-se um equipamento modelo Bruker M4 TornadoPlus, equipado com um tubo de raios X de ródio (Rh).

O mapeamento químico foi adquirido com tensão de 50 kV e corrente de 600 μ A, pixel size de 50 μ m e aquisição de 20 ms/pixel sem filtro espectral, com o sistema ótico policapilar e o tubo de raios X com anodo de Rh. As análises pontuais foram realizadas com tensão de 50 kV e live time de 60 s por ponto, com corrente de 200 μ A no modo sem filtro e de 600 μ A no modo com filtro. A corrente maior compensa a atenuação do feixe primário pelos filtros, mantendo taxa de contagens suficiente nos espectrômetros.

O fluxo de trabalho compreendeu: (i) mapeamento químico integral da superfície, com mapas de distribuição para Al, As, Au, Ca, Fe, Mn, P, S, Si, Ti e Zn; (ii) interpretação mineralógica da área mapeada no software AMICS, utilizando complementarmente os dados de DRX de Silva-

Alves et al. (2022), obtidos para o mesmo intervalo, como referência das fases minerais presentes; e (iii) análises pontuais em duas seções, com 16 pontos selecionados por contrastes composicionais e texturais (Seção 1) e 14 pontos direcionados às regiões de maior teor de ouro (Seção 2), todos analisados sem e com o filtro espectral de Al (100 µm) + Ti (100 µm) + Cu (25 µm), nas condições descritas acima. Os resultados de quantificação são expressos em porcentagem de massa normalizada para um total equivalente a 100%.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os mapas evidenciaram a forte associação espacial entre ouro e arsênio na zona mineralizada (Figura 1), coerente com a arsenopirita como principal sulfeto da mineralização.

A Figura 1 sintetiza essa correspondência. Na imagem de alta resolução da superfície (Figura 1a), a zona mineralizada aparece como uma faixa diagonal de agregados cinzentos em meio à matriz clara, acompanhada de bandas escuras concordantes. Na composição RGB dos mapas químicos (Figura 1b), a matriz quartzosa é representada em azul (Si), enquanto os sulfetos da faixa mineralizada em amarelo (soma dos sinais de Fe e S) e as bandas carbonáticas ricas em ferro em vermelho (Fe sem S). No mapa de As (Figura 1c), os domínios ricos em As delimitam a mesma faixa, no interior da qual se situam as seis anomalias pontuais de Au identificadas no mapeamento (A1 a A6); as mesmas posições, replicadas na Figura 1b (círculos brancos) e no mapa mineralógico (Figura 2, círculos pretos), coincidem com os agregados sulfetados, ilustrando a associação espacial Au-As em escala de mapa. A anomalia A1 corresponde ao ponto 9 da Seção 2 (Figura 1c), detalhado adiante na composição pontual e no espectro da Figura 3.

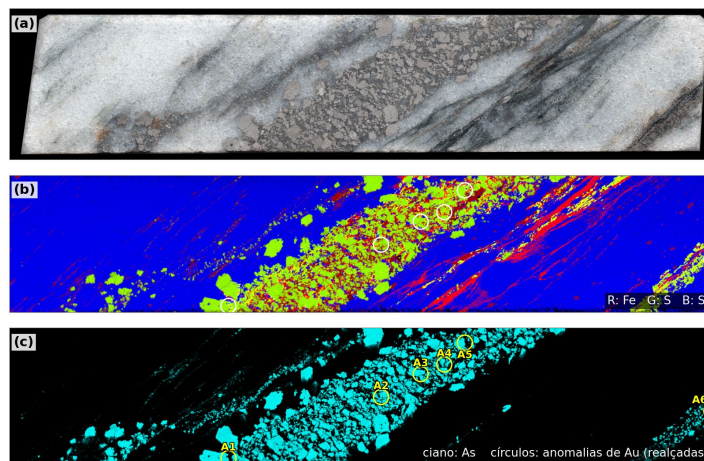


Figura 1: (a) Imagem de alta resolução da superfície da amostra; (b) composição RGB dos mapas químicos de Fe (vermelho), S (verde) e Si (azul); (c) mapa de As (ciano) com as posições de anomalias pontuais de Au realçadas e numeradas de A1 a A6 (círculos amarelos); as mesmas posições estão indicadas em (b) por círculos brancos e na Figura 2 por círculos pretos.

A interpretação mineralógica pelo AMICS (Figura 2), consistente com a literatura (Silva-Alves et al., 2022) para esse intervalo do testemunho, definiu uma zona mineralizada dominada por siderita (carbonato de ferro), com arsenopirita e pirrotita ± pirita subordinadas, registro da carbonatação e da sulfetação associadas à alteração hidrotermal que marca a gênese do depósito.

No mapa mineralógico gerado no AMICS (Figura 2), a matriz da amostra é dominada por quartzo, que envolve bandas carbonáticas de siderita, dispostas segundo a mesma orientação da faixa mineralizada. A arsenopirita concentra-se em cristais grossos, que ocorrem agregados na porção central da área mapeada, em contato com siderita intersticial, enquanto pirrotita e pirita ocorrem de forma subordinada. A distribuição das fases é coerente com os mapas da Figura 1; a mineralogia é qualitativamente semelhante à de Silva-Alves et al. (2022), não quantitativamente, dada a heterogeneidade do depósito.

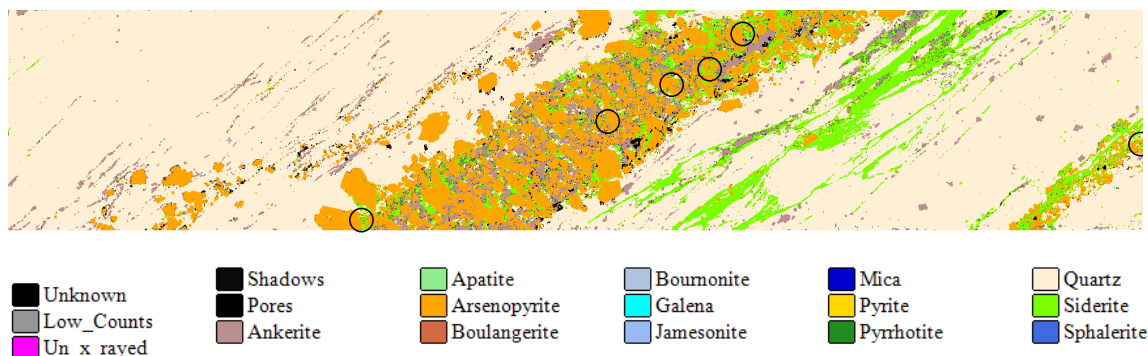


Figura 2: Mapa mineralógico de área total da amostra, processado no AMICS, com a respectiva legenda de classes minerais logo abaixo. Os círculos pretos indicam as posições das anomalias de Au, A1 a A6 da Figura 1c.

A comparação das quantificações médias dos 16 pontos texturais da Seção 1 nos dois modos de aquisição evidencia o efeito sistemático do filtro sobre o espectro: as linhas de baixa energia são fortemente atenuadas, com redução de 43,1% na média normalizada de S ($K\alpha$ 2,31 keV), de 37,7% na de Ca ($K\alpha$ 3,69 keV) e de 22,4% na de Si ($K\alpha$ 1,74 keV), enquanto as linhas de alta energia ganham peso relativo, com aumentos de 17,2% na média de Fe ($K\alpha$ 6,40 keV) e de 72,5% na de As ($K\alpha$ 10,54 keV). Elementos leves detectados apenas no modo sem filtro (Mg, Mn e Ni, além de O em um ponto) deixam de ser registrados com o filtro. Esse comportamento decorre da absorção preferencial dos fótons de baixa energia pelo conjunto Al/Ti/Cu, que também suprime o contínuo de espalhamento do tubo de Rh, reduzindo o background; como a quantificação é normalizada, as proporções relativas deslocam-se em favor dos elementos de alta energia. Essas duas condições de aquisição devem, portanto, ser tratadas como complementares.

Os 14 pontos da Seção 2, direcionados às regiões de maior teor de ouro do mapa, confirmaram a eficácia do mapeamento como ferramenta de triagem para priorização de alvos: o ouro foi detectado em cinco pontos no modo sem filtro, com teores normalizados entre 0,2% e 33,3%, acompanhado de prata em teores subordinados (Tabela 1). Os teores de Ag associados ao Au mostraram-se baixos demais para caracterizar electrum (liga Au-Ag com cerca de 20 a 80% de Ag), indicando ouro nativo com prata associada. No ponto 9, correspondente a um grão de ouro, os teores normalizados alcançaram Au 33,3%, Ag 2,9%, Fe 47,5% e S 11,8% no modo sem filtro, e Au 56,8%, Ag 8,3% e Fe 28,2% com filtro, interpretados como ouro nativo associado a um sulfeto de ferro (pirrotita ou pirita). Esses grãos, não resolvidos claramente no mapeamento, evidenciam a complementaridade entre o mapa, que delimita as regiões de interesse, e as análises pontuais, de maior resolução composicional. Nos espectros resultantes (Figura 3), o pico Au $L\alpha$ foi claramente resolvido, sem interferência por sobreposição, tanto nas análises com quanto sem filtro; o filtro suprimiu a suposta interferência e amplificou o contraste dos picos de alta energia (As $K\alpha$ e Au $L\alpha$), porém removeu picos característicos de outros elementos relevantes à interpretação mineralógica, reiterando a complementaridade dos dois modos de aquisição. Na média dos pontos da Seção 2, o filtro reduziu o S em 58,7% e elevou o As em 45,3%, em concordância com o padrão observado na Seção 1.

O efeito do filtro sobre o Au, elemento de relevância econômica da análise, foi heterogêneo entre os pontos (Tabela 1): no ponto 9, representado como ponto A1 na Figura 1, o teor normalizado aumentou de 33,3% para 56,8%, acompanhando o realce dos picos de alta energia e a supressão das linhas leves na quantificação normalizada; nos pontos 1, 8 e 14, porém, o ouro não foi detectado no modo com filtro, e no ponto 13 o teor caiu de 6,3% para 0,6%. As composições com filtro dos pontos 1 e 14 aproximam-se da arsenopirita estequiométrica, o que sugere que o feixe pode ter amostrado posições ligeiramente distintas entre as duas aquisições, em grãos de Au muito finos. Esta, por sua vez, corresponde a uma complicação que deriva de uma limitação na precisão de deslocamento do *stage* que transporta a amostra.

Tabela 1: Teores normalizados de Au e Ag (%) nos pontos auríferos da Seção 2, nas aquisições sem (s/) e com (c/) filtro espectral (n.d. = não detectado).

Ponto	Au s/ filtro (%)	Au c/ filtro (%)	Ag s/ filtro (%)	Ag c/ filtro (%)
1	22,8	n.d.	n.d.	n.d.
8	0,2	n.d.	n.d.	n.d.
9	33,3	56,8	2,9	8,3
13	6,3	0,6	n.d.	n.d.
14	22,9	n.d.	1,5	n.d.

A interpretação das relações elementares deve integrar as duas escalas de observação. Em escala de mapa, a associação espacial Au-As, atribuída à arsenopirita, delimita a zona mineralizada; em escala de grão, as análises pontuais indicam que o ouro ocorre como fase mineral própria, ouro nativo. As análises pontuais também investigaram a presença de ouro refratário nos sulfetos: nos pontos de composição próxima à arsenopirita estequiométrica (1 e 14, com filtro), o Au não foi detectado, sem evidências dentro dos limites de detecção da técnica.

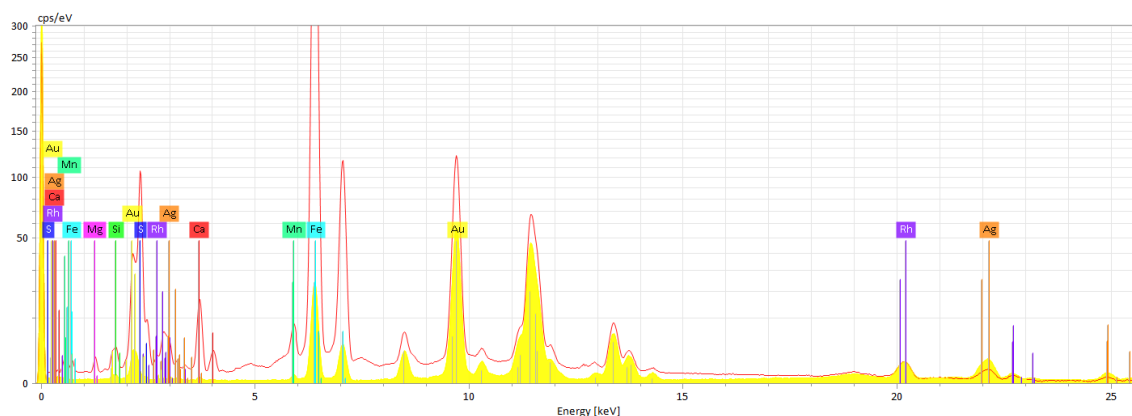


Figura 3: Espectros sobrepostos, com e sem filtro, do ponto 9 (grão de ouro), destacando os picos Au L α , As K α e Ag K α e a supressão do contínuo de baixa energia pelo filtro.

5. CONCLUSÕES

A μ -FRX forneceu interpretação químico-mineralógica de alta qualidade da amostra aurífera, integrando mapeamento de grandes áreas, mineralogia automatizada (AMICS) e análises pontuais. O mapeamento mostrou-se eficaz como triagem, delimitando as regiões auríferas confirmadas pelas análises pontuais, que revelaram ouro nativo com prata associada, vinculado a sulfetos de ferro. O filtro Al/Ti/Cu reduziu as intensidades de baixa energia e realçou o contraste dos picos de alta energia de elementos de relevância econômica, ao custo da supressão de picos necessários à interpretação mineralógica completa; os dois modos de aquisição são, portanto, complementares. A caracterização pode ainda subsidiar o entendimento da gênese do depósito, pois as texturas de alteração hidrotermal registram informações sobre o fluido mineralizante; como perspectivas futuras, destacam-se a quantificação do mapa químico integral e o imageamento por MEV-BSE.

As análises pontuais não revelaram evidências de ouro incorporado à estrutura dos sulfetos, dentro dos limites de detecção da μ -FRX: o ouro detectado ocorre como ouro nativo, especialmente associado a sulfetos de ferro e de arsênio. Como os teores típicos de ouro refratário podem situar-se abaixo desses limites, técnicas como LA-ICP-MS (técnica destrutiva) constituem perspectiva natural para complementar a análise por μ -FRX e verificar essa hipótese.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, ao meu orientador Felipe Emerson André Alves por todo conhecimento transmitido, à equipe do SCT por todo o auxílio e ao CETEM pelo suporte durante todo o projeto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

SILVA-ALVES, G. P. et al. A multi-methodological approach for mineral exploration and predictive metallurgy: The case of the Pilar gold deposit at the Quadrilátero Ferrífero, Brazil. **Ore Geology Reviews**, v. 149, n. 1, p. 105113–105113, 21 set. 2022.

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DE HALLOYSITA, NO MUNICÍPIO DE CONCEIÇÃO DO MUQUI (ESPÍRITO SANTO), E AVALIAÇÃO DE SUAS PROPRIEDADES APLICADAS À ÁREA TECNOLÓGICA

MINERALOGICAL CHARACTERIZATION OF HALLOYSITE FROM THE MUNICIPALITY OF CONCEIÇÃO DO MUQUI (ESPÍRITO SANTO) AND EVALUATION OF ITS PROPERTIES FOR TECHNOLOGICAL APPLICATIONS

Diogo Rodrigues de Souza Nogueira

Aluno de Graduação de Geologia da UERJ

Período PIBIC ou PIBITE/CETEM: agosto de 2025 a junho de 2026

diogordsn.13@gmail.com

Anne Caroline da Silva Rocha

Orientadora, Licenciada em Química, D.Sc.

annerocha308@gmail.com

Luiz Carlos Bertolino

Coorientador, Geólogo, D.sc.

lcbertolino@cetem.gov.br

RESUMO

O caulim é um importante mineral industrial e indicador geológico, composto pelo grupo da caulinita, que inclui caulinita, halloysita, dickita e nacrita. A halloysita destaca-se por sua estrutura tubular e maior área superficial, características que ampliam suas aplicações industriais, especialmente em nanotecnologia. Este estudo teve como objetivo a caracterização mineralógica de amostras de caulim provenientes de pegmatitos de Conceição do Muqui (ES), com foco na identificação da halloysita. Uma amostra de pegmatito foi submetida à caracterização mineralógica, química e tecnológica no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), por meio de difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), fluorescência de raios X, Potencial Zeta, Capacidade de Troca Catiônica e Análise Térmica (ATD/ATG). Os resultados de DRX indicaram a presença de halloysita, caulinita e quartzo, enquanto as análises por MEV confirmaram a ocorrência de halloysita com morfologia tubular, além de caulinita. As análises químicas mostraram predominância de óxidos de silício e ferro. Concluiu-se que a amostra apresenta teor expressivo de halloysita, indicando potencial para novas ocorrências desse argilomineral na região estudada.

ABSTRACT

Kaolin is an important industrial mineral and geological indicator, belonging to the kaolinite group, which includes kaolinite, halloysite, dickite, and nacrite. Halloysite stands out for its tubular structure and larger surface area, characteristics that broaden its industrial applications, especially in nanotechnology. This study aimed to characterize the mineralogy of kaolin samples from pegmatites in Conceição do Muqui (ES), focusing on the identification of halloysite. A pegmatite sample was subjected to mineralogical, chemical, and technological characterization at the Mineral Technology Center (CETEM) using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), X-ray fluorescence, Zeta Potential, Cation Exchange Capacity and and Thermal Analysis (DTA/TGA). XRD results indicated the presence of halloysite, kaolinite, and quartz, while SEM analyses confirmed the occurrence of halloysite with tubular morphology, in addition to kaolinite. Chemical analyses showed a predominance of silicon and iron oxides. It is concluded that the sample has a significant content of halloysite, indicating potential for new occurrences of this clay mineral in the scientific region.

1. INTRODUÇÃO

Os argilominerais do grupo da caulinita possuem grande relevância geológica e industrial devido às suas propriedades mineralógicas e tecnológicas (LUZ; LINS, 2005). Entre eles, a halloysita destaca-se por sua morfologia tubular, que confere elevada área superficial e amplia seu potencial de aplicação em áreas como nanotecnologia, indústria farmacêutica e agricultura (SALGADO CAMPOS et al., 2021). Apesar de sua importância, depósitos ricos em halloysita ainda são pouco estudados no Brasil, especialmente aqueles associados a pegmatitos do Sudeste (LICURSI; BERTOLINO; SILVA, 2023; TOLENTINO JR., 2019), o que reforça a necessidade de investigações voltadas à sua caracterização e potencial tecnológico.

2. OBJETIVOS

Este estudo teve como objetivo analisar uma amostra coletada na região de Conceição do Muqui, Espírito Santo, por meio de ensaios de caracterização mineralógica e tecnológica realizados no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), visando avaliar seu potencial para aplicações industriais. A pesquisa concentrou-se na identificação e no aproveitamento da halloysita, principal mineral de interesse presente na amostra, com ênfase em suas possíveis aplicações industriais.

3. METODOLOGIA

No CETEM, a amostra foi submetida à preparação e ao beneficiamento, incluindo secagem, cominuição, classificação granulométrica e separação da fração argilosa ($<20\ \mu\text{m}$), seguida de quarteamento e preparação para as análises laboratoriais. Inicialmente, foram realizadas análises petrográficas e observações em lupa binocular para caracterização textural, identificação preliminar dos minerais e avaliação do grau de alteração. A caracterização mineralógica foi realizada por Difração de Raios X (DRX), com refinamento pelo método de Rietveld. A composição química foi determinada por Fluorescência de Raios X (FRX), enquanto a morfologia e os hábitos cristalinos foram analisados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Complementarmente, realizaram-se análises térmicas (ATD/ATG) e ensaios tecnológicos de Potencial Zeta e Capacidade de Troca Catiônica (CTC), visando avaliar o comportamento e o potencial de aplicação industrial da halloysita.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos a partir da classificação granulométrica evidenciaram uma concentração significativa de material fino na fração argilosa, indicando enriquecimento em argilominerais de interesse tecnológico.

4.1. Análise Petrográfica

As análises petrográficas e em lupa binocular permitiram observar o avançado grau de alteração do pegmatito, evidenciando processos de caulinitização associados à transformação de silicatos primários em minerais secundários.

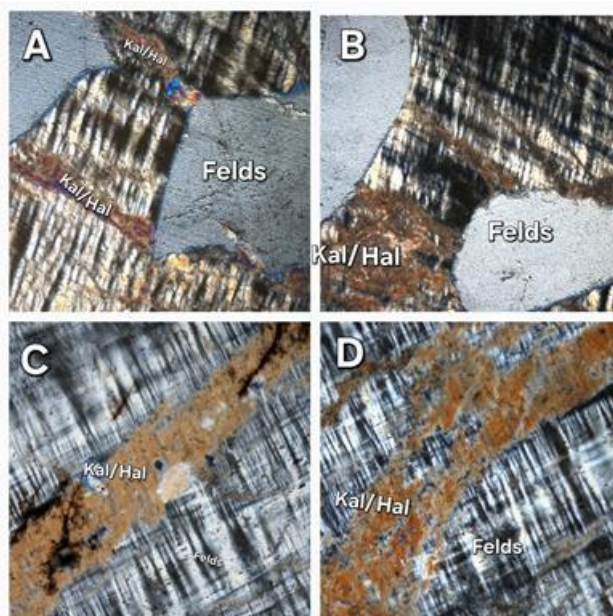


Figura 1: Em A,B,C e D são apresentadas fotomicrografias em microscópio petrográfico da amostra estudada, podendo ser observado a relação de contato entre o K-feldspato (Felds) se alterando para argilominerais do grupo de caulinita (Kal/Hal).

4.2. Difratometria de Raio-X

Os difratogramas de raios X (DRX) indicaram a presença predominante de caulinita, quartzo e halloysita, confirmando a ocorrência do argilomineral de interesse. Após o peneiramento, houve enriquecimento em frações argilosas, com redução significativa de quartzo e mica da amostra bruta para a 635, o que melhora a qualidade do material para uso industrial.

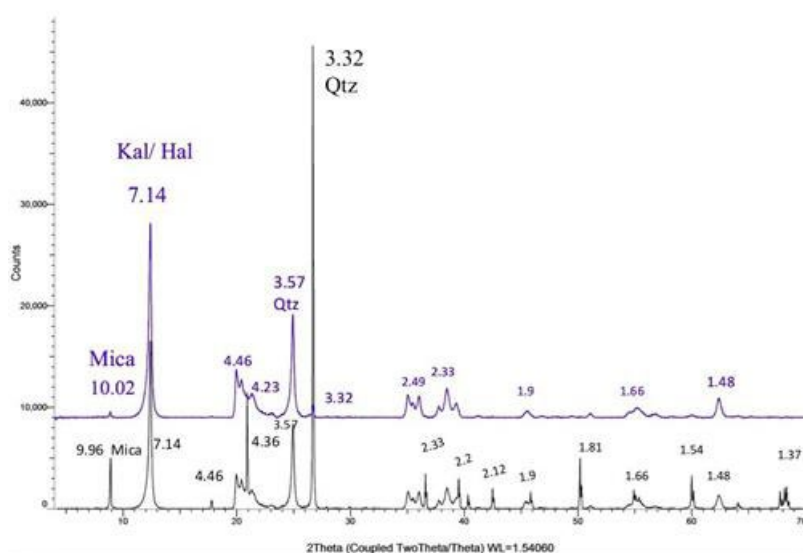


Figura 2: Comparativo entre difratogramas de raios X da amostra bruta (em preto) e 635# (em roxo).

4.3. Método de Rietveld

O refinamento pelo método de Rietveld possibilitou melhor distinção e quantificação das fases minerais presentes.

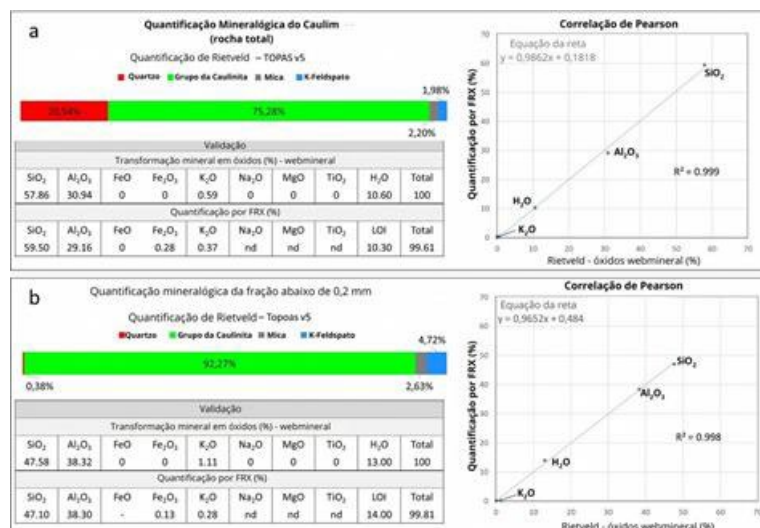


Figura 3: Resultado da análise utilizando o método de Ritveld.

4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura

As análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) revelaram partículas com morfologia tubular, característica diagnóstica da halloysita (JOUSSEIN et al., 2005; SALGADO CAMPOS et al., 2021), além de cristais lamelares de caulinita, corroborando os resultados mineralógicos.

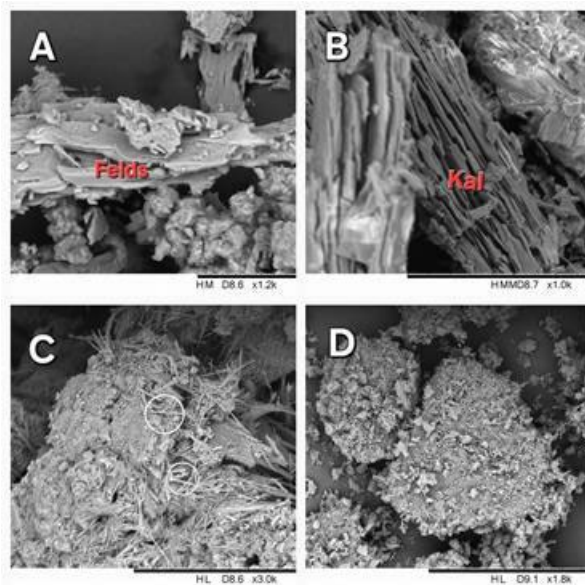


Figura 4: São observados grãos de feldspatos com halloysita tubular e caulinita. Em A) o foco está no feldspato (Felds), em B) a caulinita com seu hábito em booklets, em C e D) ocorrências de halloysita tubular nos grãos de feldspato.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos permitiram confirmar a presença de halloysita associada à caulinita em amostras de pegmatito de Conceição do Muqui (ES), evidenciando seu potencial mineralógico e tecnológico. As análises realizadas demonstraram características estruturais, químicas e morfológicas compatíveis com aplicações industriais de maior valor agregado, especialmente devido à morfologia tubular da halloysita. Dessa forma, o estudo reforça o potencial da região como área promissora para novas ocorrências desse argilomineral, destacando a importância de investigações futuras para melhor avaliação de seu aproveitamento econômico e tecnológico.

6. AGRADECIMENTOS

Expresso minha gratidão ao CNPq pelo apoio concedido por meio da bolsa de iniciação científica, fundamental para o desenvolvimento deste projeto. Agradeço também ao CETEM (Centro de Tecnologia Mineral) pela infraestrutura, pelos laboratórios e pelos recursos disponibilizados para a realização desta pesquisa. Registro ainda meu especial agradecimento ao Professor Luiz Carlos Bertolino e ao meu coorientador, Aurélio Fagundes da Silva, cuja orientação, suporte e contribuição foram essenciais para a condução e o sucesso deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

LICURSI, E.A., BERTOLINO, L.C. & Silva, F.J. 2023, 'Mineralogical Characterization of Pegmatites with Occurrences of Halloysite in the Regions of Porciúncula (RJ) and Patrocínio do Muriaé (MG), Southeastern Brazil', *Anuário do Instituto de Geociências*, 46:52487.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. Rochas & minerais industriais: usos e especificações. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005.

SALGADO CAMPOS, V. Prospecção e Caracterização Mineralógica, química e Micromorfológica de Ocorrências de Caulim da Província Pegmatítica do Rio de Janeiro visando a Identificação de Depósitos de Halloysita. Dissertação (Mestrado em Geologia) – Faculdade de Geologia. Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2020.

SALGADO CAMPOS, V., BERTOLINO, L.C., SILVA, F.J., MENDES, J.C., NEUMANN, R. Mineralogy and chemistry of a new halloysite deposit from the Rio de Janeiro pegmatite province, south-eastern Brazil. *Clays Mineral*, 1-15, 2021.

SOUZA SANTOS, P.; TOLEDO, S. P. SOUZA SANTOS, H. Caulins Haloisíticos das Regiões Sudeste e Sul do Brasil. *Cerâmica Industrial*, v.14, n.1, p. 14-20, 2009.

TOLENTINO Jr., J. 2019. Potencial dos depósitos de caulim halloysítico associados aos pegmatitos da região de Juiz de Fora visando o seu aproveitamento econômico. Programa de Pós-92 Graduação em Geociências, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Tese de doutorado, 165p.

AVALIAÇÃO DA QUANTIFICAÇÃO ELEMENTAR POR MICROFLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (μ -FRX) UTILIZANDO PADRÕES DE MINERAIS DE REFERÊNCIA

EVALUATION OF ELEMENTAL QUANTIFICATION BY MICRO-X FLUORESCENCE (μ -FRX) USING MINERAL REFERENCE STANDARDS

Erick Augusto Rodrigues Chaves

Aluno de Graduação de Geologia, 5º período, UFRJ
Período PIBIC: fevereiro de 2025 a agosto de 2026
erickaugusto0903@gmail.com

Felipe Emerson André Alves

Orientador, geólogo, D.Sc.
fealves@cetem.gov.br

Flávia Gomes de Souza

Coorientadora, cientista ambiental, M.Sc.
flaviasouzaxrd@gmail.com

RESUMO

A acurácia da quantificação *standardless* por microfluorescência de raios X (μ FRX) pode ser influenciada pelas estratégias de processamento de dados. Este trabalho avaliou os efeitos da inclusão do oxigênio durante a quantificação e a normalização das composições químicas utilizando 15 padrões minerais certificados da coleção *Smithsonian Microbeam Standards*. Aproximadamente 300 quantificações foram realizadas em um equipamento μ FRX TORNADO M4 PLUS e comparadas aos valores certificados por meio do cálculo do desvio percentual. Os resultados mostraram que a normalização foi fundamental para a comparação com os valores de referência e que a inclusão do oxigênio reduziu, de modo geral, os desvios percentuais, embora seu efeito varie conforme o elemento químico e a matriz mineralógica. Os fosfatos apresentaram os resultados mais consistentes, enquanto os silicatos exibiram maior variabilidade. Os resultados contribuem para o estabelecimento de protocolos de processamento mais confiáveis para análises químicas pontuais por μ FRX.

Palavras-chave: Microfluorescência de raios X (μ FRX), quantificação *standardless*, padrões minerais certificados.

ABSTRACT

The accuracy of standardless quantification using X-ray fluorescence microspectrometry (μ XRF) can be affected by data-processing strategies. This study evaluated the effects of considering oxygen during quantification and chemical composition normalization using 15 certified mineral standards from the Smithsonian Microbeam Standards collection. Approximately 300 quantifications were performed using a Bruker μ XRF TORNADO M4 PLUS system and compared with certified values through relative error calculations. The results showed that normalization was essential for comparison with the reference values and that including oxygen in the deconvolution generally reduced relative errors, although the effect varied with the chemical element and the mineralogical matrix. Phosphates exhibited the most consistent results, whereas silicates showed the greatest variability. These findings contribute to the development of more reliable data-processing protocols for quantitative point analyses using μ XRF.

Keywords: X-ray fluorescence microspectrometry (μ XRF), standardless quantification, certified mineral standards.

1. INTRODUÇÃO

A μ FRX destaca-se como uma técnica rápida, não destrutiva e de alta resolução espacial para análises químicas pontuais de materiais geológicos (BARKER et al., 2021). Entretanto, a acurácia da quantificação *standardless* depende de fatores relacionados ao processamento dos dados, o que pode resultar em tendências sistemáticas de sobrequantificação e subquantificação de determinados elementos (FRIEL et al., 2017; HILL e SIRBESCU, 2022). Entre as principais etapas desse processamento, destacam-se a inclusão de oxigênio na quantificação e a normalização das composições químicas, procedimentos capazes de alterar significativamente os resultados obtidos. Apesar de amplamente disponíveis nos softwares de processamento, ainda são escassos os estudos que avaliam, de forma sistemática, a influência dessas estratégias em diferentes matrizes mineralógicas.

Nesse contexto, a utilização de padrões minerais certificados permite avaliar a acurácia da μ FRX por meio da comparação entre os valores experimentais e os de referência, possibilitando identificar tendências sistemáticas de erro e definir estratégias de processamento mais confiáveis para análises químicas pontuais.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo avaliar a acurácia da quantificação química por μ FRX, utilizando padrões minerais certificados como materiais de referência. Para isso, investigou-se a influência da inclusão de oxigênio na quantificação *standardless* e do procedimento de normalização das composições químicas sobre os desvios percentuais em relação aos valores certificados, buscando identificar tendências sistemáticas de sobrequantificação e subquantificação para diferentes elementos químicos e grupos mineralógicos, bem como estabelecer estratégias de processamento que proporcionem maior confiabilidade aos dados quantitativos provenientes das microanálises químicas pontuais por μ FRX.

3. METODOLOGIA

Foram selecionados 15 padrões certificados da coleção *Smithsonian Microbeam Standards*. Os padrões utilizados incluem minerais pertencentes aos grupos dos silicatos (diopsídio, granada, zircão, piropo, benitoíta, osumelita, microclínio e duas amostras de hornblenda de naturezas diferentes) óxidos (gahnita, cromita, magnetita e ilmenita) e também fosfatos (de Dy e Ce), para avaliar a influência da inclusão do oxigênio na quantificação química por μ FRX. As análises foram realizadas em um μ FRX TORNADO M4 PLUS (Bruker), equipado com tubo de Rh (50 kV; 400 μ A), óptica policapilar (resolução espacial nominal de 20 μ m) e aquisições com, no mínimo, 5 milhões de contagens totais. Os espectros foram processados no software Esprit v.2.6, a quantificação foi realizada com base em parâmetros fundamentais, no modo *standardless*.

Foram realizadas, em média, dez análises pontuais por padrão, sendo cada espectro processado com e sem a inclusão de oxigênio na quantificação, totalizando aproximadamente 300 quantificações. Apesar da quantificação analítica do oxigênio, por meio de sua inclusão no processo de deconvolução que gera os teores quantificados, em ambos os conjuntos de dados optou-se por calcular os teores desse elemento em cada análise a partir da estequiometria dos óxidos presentes nos padrões investigados. As composições obtidas foram normalizadas a 100% sempre que necessário e comparadas aos valores certificados, tanto em porcentagem em massa dos elementos quanto na forma de óxidos, obtidos por cálculo estequiométrico. A acurácia da quantificação foi avaliada por meio do cálculo do desvio percentual em relação aos valores certificados (Equação 1), permitindo identificar tendências sistemáticas de sobre e subquantificação dos elementos.

$$Erro(\%) = \frac{Valor_{medido} - Valor_{certificado}}{Valor_{certificado}} \times 100 \quad (1)$$

Para cada elemento foram determinados o erro médio, o desvio padrão e o número de padrões minerais em que estava presente (n). Os resultados foram agrupados por grupo mineralógico, possibilitando avaliar a influência da inclusão do oxigênio e identificar a estratégia de processamento que apresentou menor desvio em relação aos valores de referência.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A acurácia da quantificação química por μ FRX foi avaliada por meio da comparação entre os valores experimentais e as composições certificadas dos padrões minerais, utilizando parâmetros como erro e desvio padrão para a análise do desempenho analítico.

Tabela 1: Composições químicas certificadas (valores de referência) e resultados das quantificações por μ FRX para os padrões minerais do Smithsonian Microbeam Standards. Os resultados experimentais são apresentados como médias de seis análises pontuais por padrão, com seus respectivos desvios padrão e erros percentuais relativos aos valores certificados. As análises foram processadas com e sem a inclusão do oxigênio durante a deconvolução espectral.

Mineral	Óxidos	Valor Certificado	Média c/ O	DP c/ O	Erro c/ O	Média s/O	DP s/ O	Erro s/O
Ganita	Al ₂ O ₃	55.32	50.14	0.30	9.37	46.96	0.23	15.11
	FeO	1.97	1.937	0.05	1.63	1.944	0.05	1.27
	MnO	0.34	0.34	0.01	0.19	0.34	0.00	0.05
	ZnO	42.5	46.56	0.60	9.56	50.76	0.20	19.43
Ilmenita	FeO	47.7	43.05	0.87	9.74	44.71	0.57	6.26
	MgO	0.31	0.23	0.08	25.90	0.20	0.06	36.20
	TiO ₂	45.7	52.60	0.81	15.11	50.86	0.59	11.30
	MnO	3.69	4.11	0.14	11.47	4.22	0.16	14.43
Cromita	Al ₂ O ₃	9.92	8.15	0.48	17.84	6.87	0.06	30.75
	FeO	13.04	14.30	0.87	9.63	15.42	0.05	18.24
	MgO	15.2	10.93	5.36	28.07	11.14	0.03	26.74
	MnO	0.11	0.49	0.04	343.19	0.29	0.15	166.60
	Cr ₂ O ₃	60.5	66.13	3.99	9.31	66.28	0.08	9.56
Magnetita	FeO (Fe ₂ O ₃)	97.7	99.46	0.10	1.80	99.50	0.09	1.84
	MgO	0.05	0.04	0.03	28.48	0.03	0.02	46.57
	TiO ₂	0.16	0.26	0.03	61.81	0.24	0.03	51.43
	MnO	0.01	0.06	0.02	463.11	0.05	0.02	448.73
	Cr ₂ O ₃	0.25	0.19	0.10	25.16	0.18	0.10	29.39
Diposídio	SiO ₂	54.87	54.22	0.70	1.19	42.97	0.92	21.68
	Al ₂ O ₃	0.11	0.23	0.01	106.90	0.17	0.01	56.48
	FeO	0.26	0.32	0.09	23.06	0.66	0.18	155.61
	MgO	18.3	18.71	0.25	2.25	14.40	0.29	21.34
	CaO	25.63	26.40	0.94	3.02	41.63	1.22	62.44
	Na ₂ O	0.34	0.08	0.06	76.78	0.07	0.05	79.06
	MnO	0.04	0.04	0.01	7.70	0.09	0.03	121.85
Granada	SiO ₂	39.47	38.75	2.52	1.82	36.75	2.71	6.90
	Al ₂ O ₃	22.27	21.89	1.26	1.70	19.30	0.99	13.33
	FeO (Fe ₂ O ₃)	16.53	17.41	3.59	5.32	21.89	3.75	32.41
	MgO	6.55	6.66	0.40	1.72	5.59	0.24	14.61
	CaO	14.39	14.10	0.78	2.04	15.04	0.63	4.53
	TiO ₂	0.39	0.41	0.07	5.44	0.47	0.07	21.70
	MnO	0.46	0.78	0.12	69.00	0.95	0.11	107.17
Zircão	SiO ₂	32.4	35.98	2.37	11.05	29.62	1.63	8.57
	ZrO ₂	66.32	63.04	2.39	4.95	69.36	1.64	4.59
	HfO	1.06	0.98	0.13	7.30	1.02	0.13	4.17

Continuação da tabela 1.

Mineral	Óxidos	Valor Certificado	Média c/ O	DP c/ O	Erro c/ O	Média s/O	DP s/ O	Erro s/O
Piropo	SiO ₂	41.46	40.18	0.67	3.09	40.45	0.99	2.44
	Al ₂ O ₃	23.73	22.54	0.42	5.02	20.73	0.35	12.66
	FeO	10.68	11.67	1.44	9.24	15.70	1.46	46.99
	MgO	18.51	19.63	0.43	6.07	16.21	0.19	12.43
	CaO	5.17	5.11	0.11	1.25	5.83	0.19	12.70
	TiO ₂	0.47	0.52	0.13	11.44	0.63	0.17	34.18
	MnO	0.28	0.35	0.03	26.44	0.46	0.03	65.20
Benitoita	SiO ₂	43.75	39.22	0.33	10.36	35.74	0.29	18.30
	TiO ₂	19.35	26.54	0.32	37.13	27.66	0.32	42.93
	BaO	37.05	34.25	0.24	7.57	36.60	0.23	1.22
Osumelita	SiO ₂	60.2	59.15	0.34	1.74	58.96	0.49	2.07
	Al ₂ O ₃	22.6	22.11	0.15	2.15	19.35	0.12	14.40
	FeO	6.38	7.87	0.46	23.28	11.00	0.60	72.34
	MgO	5.83	5.58	0.14	4.33	4.48	0.07	23.17
	CaO	0.03	0.03	0.01	8.67	0.04	0.01	36.28
	Na ₂ O	0.39	0.19	0.05	52.02	0.14	0.04	63.63
	K ₂ O	4.00	4.67	0.07	16.79	5.54	0.08	38.44
	TiO ₂	0.18	0.40	0.04	122.65	0.50	0.04	179.76
Microclina	SiO ₂	64.24	62.75	1.22	2.33	60.58	1.54	5.69
	Al ₂ O ₃	18.3	18.74	0.47	2.39	15.15	0.29	17.21
	FeO (Fe ₂ O ₃)	0.04	0.02	0.01	44.92	0.04	0.02	6.93
	MgO	0.03	0.00	0.00	100.00	0.00	0.00	100.00
	CaO	0.02	0.00	0.00	100.00	0.00	0.00	100.00
	Na ₂ O	1.3	1.08	0.41	16.89	0.76	0.29	41.91
	K ₂ O	15.14	17.31	1.54	14.30	23.30	1.74	53.88
	TiO ₂	0.01	0.11	0.06	987.20	0.18	0.09	1670.79
	MnO	0.04	0.00	0.00	100.00	0.00	0.00	100.00
Hornblenda (kakanui)	SiO ₂	40.37	39.29	0.89	2.67	37.25	0.96	7.73
	Al ₂ O ₃	14.9	13.74	0.37	7.77	12.31	0.33	17.38
	FeO (Fe ₂ O ₃)	11.25	12.38	0.89	10.02	15.88	0.96	41.14
	MgO	12.8	12.80	0.22	0.01	10.78	0.15	15.79
	CaO	10.3	10.08	0.34	2.16	11.11	0.30	7.83
	Na ₂ O	2.6	2.39	0.10	8.14	1.94	0.06	25.33
	K ₂ O	2.05	2.44	0.12	18.90	2.61	0.10	27.09
	TiO ₂	4.72	6.79	0.31	43.90	8.00	0.29	69.57
	MnO	0.09	0.10	0.01	5.78	0.12	0.01	38.54
Hornblenda	SiO ₂	41.46	41.35	0.42	0.27	40.02	0.51	3.48
	Al ₂ O ₃	15.47	13.91	0.20	10.10	12.70	0.20	17.91
	FeO (Fe ₂ O ₃)	12.03	13.80	0.71	14.72	18.00	0.75	49.59
	MgO	14.24	15.21	0.21	6.83	12.93	0.15	9.20
	CaO	11.55	11.35	0.10	1.70	12.56	0.12	8.76
	Na ₂ O	1.91	1.99	0.05	3.95	1.62	0.04	15.16
	K ₂ O	0.21	0.19	0.02	9.53	0.20	0.03	2.51
	TiO ₂	1.41	1.49	0.07	5.45	1.76	0.07	24.68
	MnO	0.15	0.17	0.01	11.28	0.21	0.01	41.46
Fosfatos_Dy	Dy ₂ O ₃	63.11	65.46	1.08	3.72	67.14	0.98	6.39
	PO ₄	36.89	34.54	1.08	6.36	32.86	0.98	10.93
	Ce ₂ O ₃	59.6	60.81	0.53	2.03	62.65	0.35	5.12
	PO ₄	40.4	39.19	0.53	3.00	37.35	0.35	7.56

Na ilmenita, FeO e TiO₂ apresentaram menores desvios quando o oxigênio não foi considerado na deconvolução, reduzindo seus erros médios de 9,74% para 6,26% e de 15,11% para 11,30%, respectivamente. Em contraste, MgO e MnO apresentaram comportamento oposto, com aumento dos desvios de 25,90% para 36,20% e de 11,47% para 14,43%, respectivamente. Esse comportamento indica que o efeito da inclusão do oxigênio não é necessariamente uniforme na mesma matriz mineralógica para diferentes elementos. Como a ilmenita é composta

predominantemente por FeO e TiO₂, é plausível que a exclusão do oxigênio favoreça a redistribuição da composição entre esses elementos majoritários, enquanto elementos presentes em menores teores, como Mg e Mn, tornam-se mais sensíveis às alterações promovidas pelo algoritmo de Parâmetros Fundamentais. Na cromita, Al₂O₃, FeO e Cr₂O₃ apresentaram menores desvios quando o oxigênio foi incluído durante a deconvolução, enquanto MgO e MnO exibiram comportamento oposto, apresentando menores erros sem a inclusão do oxigênio. Os desvios de Al₂O₃ reduziram de 30,75% para 17,84%, FeO de 18,24% para 9,63% e Cr₂O₃ de 9,56% para 9,31% com a inclusão do oxigênio. Em contraste, MgO apresentou menor erro sem oxigênio (26,74% em vez de 28,07%), assim como MnO, cujo desvio foi reduzido de 343,19% para 166,60% quando o oxigênio foi excluído. Esses resultados indicam que, na matriz mineralógica, a inclusão do oxigênio pode favorecer a quantificação dos elementos majoritários, enquanto alguns constituintes presentes em menores proporções respondem de maneira distinta às correções de matriz empregadas pelo algoritmo de Parâmetros Fundamentais. Comportamento semelhante foi observado na magnetita na qual FeO, MgO e Cr₂O₃, os elementos majoritários, apresentaram menores desvios quando o oxigênio foi incluído durante a deconvolução, reduzindo de 1,84% para 1,80% no caso do Fe, de 46,57% para 28,48% no caso do MgO e de 29,39% para 25,16% no caso do Cr₂O₃, enquanto o TiO₂ apresentou redução do desvio de 61,81% para 51,43% e MnO de 463,11% para 448,73% quando o oxigênio foi excluído.

Entre os silicatos, no diopsídio, a inclusão do oxigênio reduziu os desvios para SiO₂ (21,68% para 1,19%), FeO (155,61% para 23,06%), MgO (21,34% para 2,25%) e CaO (62,44% para 3,02%), enquanto Al₂O₃ apresentou comportamento oposto, com aumento do erro percentual de 56,48% para 106,90%. Entretanto, esse resultado deve ser interpretado com cautela, uma vez que o teor certificado de Al₂O₃ no padrão é de apenas 0,11%. Em concentrações tão baixas, pequenas diferenças absolutas entre os valores medidos e certificados resultam em grandes variações relativas do erro percentual, o que pode levar à superestimação da aparente influência da inclusão de oxigênio sobre esse elemento. Granada, osumilita e hornblenda apresentaram comportamento homogêneo, com redução dos desvios para todos os elementos analisados após a inclusão de oxigênio, sem exceções. A ausência de comportamentos discrepantes sugere que, nessas matrizes, a estimativa do oxigênio foi consistente com a estequiometria mineral, favorecendo as correções de matriz empregadas pelo algoritmo de Parâmetros Fundamentais e reduzindo sistematicamente os desvios em relação aos valores certificados. O zircão apresentou comportamento oposto, com desvios menores em relação a todos os elementos quando o oxigênio não foi considerado. Assim como na ilmenita, trata-se de um mineral de composição relativamente simples, dominado por SiO₂ e ZrO₂, de modo que incertezas na estimativa do oxigênio podem ser redistribuídas diretamente entre seus principais constituintes, afastando as concentrações calculadas dos valores certificados. Na benitoíta, apenas o BaO apresentou menor desvio quando o oxigênio foi excluído (7,57% para 1,22%), enquanto o SiO₂ e o TiO₂ foram favorecidos pela deconvolução com oxigênio, indo de 35,74% para 18,30% e 42,93% para 37,13%, respectivamente. Como o BaO é o elemento de maior número atômico da fase, pequenas alterações nas correções de matriz podem afetar seu balanço quantitativo de forma distinta da dos demais constituintes. De maneira semelhante, no microclínio, apenas o FeO apresentou melhor concordância com os valores certificados sem a inclusão do oxigênio (reduzindo de 44,92% para 6,93%), possivelmente por ocorrer em baixos teores em relação aos constituintes majoritários da fase, em especial o SiO₂, Al₂O₃ e K₂O.

Os fosfatos apresentaram o comportamento mais consistente entre todas as matrizes analisadas. Tanto o fosfato de Ce quanto o de Dy apresentaram redução dos desvios percentuais para todos os elementos avaliados (P₂O₅, Ce₂O₃ e Dy₂O₃) em mais de 50% quando o oxigênio foi incluído na deconvolução, sem exceções. Esse comportamento sugere que, para essas matrizes, a estimativa do teor de oxigênio realizada pelo algoritmo de Parâmetros Fundamentais representa adequadamente a estequiometria da fase, tornando as correções de absorção e de matriz mais consistentes e promovendo maior aproximação entre os teores quantificados e os valores

certificados. Diferentemente dos silicatos e dos óxidos, os fosfatos apresentaram comportamento uniforme, indicando que a inclusão do oxigênio favorece sistematicamente a modelagem dessa matriz pelo algoritmo *standardless*.

Em conjunto, os resultados demonstram que o efeito da inclusão do oxigênio não pode ser atribuído exclusivamente às características individuais dos elementos químicos, uma vez que FeO, TiO₂, MnO, MgO, Al₂O₃ e BaO apresentaram comportamentos distintos em diferentes minerais. Assim, a resposta da quantificação *standardless* é controlada principalmente pela interação entre a composição da matriz mineralógica, as proporções relativas dos elementos presentes e as correções de matriz empregadas pelo algoritmo de Parâmetros Fundamentais, não sendo possível estabelecer uma regra universal para a inclusão do oxigênio no processamento dos espectros.

5. CONCLUSÕES

Os resultados demonstram que a influência da inclusão de oxigênio na quantificação *standardless* por μ FRX depende da matriz mineralógica, não sendo possível estabelecer uma estratégia única de processamento para todos os minerais. Enquanto os fosfatos apresentaram resposta sistematicamente favorável à inclusão do oxigênio, silicatos e óxidos exibiram comportamentos distintos entre minerais e elementos, evidenciando que a interação entre a composição da matriz e as correções do algoritmo de Parâmetros Fundamentais exerce papel determinante na acurácia da quantificação. Outro aspecto a ser investigado futuramente é a influência da baixa relação sinal ruído para os raios-X característicos de baixa energia dos elementos químicos de baixo número atômico na qualidade dos dados quantitativos de micro análises químicas de μ FRX.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, aos meus orientadores Felipe E. A. Alves e Flávia G. de Souza por todo conhecimento transmitido, à equipe do SCT por todo o auxílio e ao CETEM pelo suporte durante todo o projeto.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARKER, R.D.; BARKER, S.L.L.; WILSON, S.A.; STOCK, E.D. Quantitative Mineral Mapping of Drill Core Surfaces I: a Method for μ XRF Mineral Calculation and Mapping of Hydrothermally Altered, Fine-Grained Sedimentary Rocks from a CarlinType Gold Deposit. *Economic Geology*, 116, 803-819, 2021.

FRIEL, J. J.; TERBORG, R.; LANGNER, S.; SALGE, T.; ROHDE, M.; BERLIN, J. & Bruker Nano GmbH. (2017). X-ray and image analysis in electron microscopy. Pro Business.

HILL, T., & SIRBESCU, M. (2022). Micro-XRF mapping of chemically zoned beryl: Fast, nondestructive, and precise. *Microscopy and Microanalysis*, 28(S1), 624-628.

JAROSEWICH, E. *Smithsonian Microbeam Standards*. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, v. 107, n. 6, p. 681-685, 2002. DOI: 10.6028/jres.107.054.

SMITHSONIAN NATIONAL MUSEUM OF NATURAL HISTORY. *Smithsonian Microbeam Standards*. Washington, D.C.: Department of Mineral Sciences. Disponível em: <https://naturallhistory.si.edu/research/mineral-sciences/collections-overview/reference-materials/smithsonian-microbeam-standards>. Acesso em: 25 jul. 2026.

AVALIAÇÃO DA SEPARAÇÃO DISPRÓSIO/TÉRBIO POR EXTRAÇÃO POR SOLVENTES COM EXTRATANTE ORGANOFOSFÔNICO

EVALUATION OF DYSPROSIUM/TERBIUM SEPARATION BY SOLVENT EXTRACTION WITH AN ORGANOPHOSPHONIC EXTRACTANT

Erik Fernando Pacheco Queiroz

Aluno de Graduação de Química Industrial 9º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Período PIBITI/CETEM: 09/25 a 08/26, erikuniv340@eq.ufrj.br

Marcelo De Luccas Dourado

Orientador, Engenheiro Químico, M.Sc.
mdourado@cetem.gov.br

Ysrael Marrero Vera

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
yvera@cetem.gov.br

RESUMO

O térbio (Tb) e o disprósio (Dy) podem ser empregados em ímãs permanentes de alto desempenho, cuja produção requer matérias-primas com elevada pureza. Entretanto, a separação individual desses elementos por extração por solventes (SX) ainda é desafiadora em função da semelhança química entre ambos e da compreensão limitada dos efeitos das condições operacionais sobre a seletividade. Neste trabalho, avaliaram-se os efeitos das variáveis operacionais das etapas de extração e lavagem ácida sobre a separação Dy/Tb. Os experimentos foram conduzidos pelo contato de um licor sintético de Tb e Dy com soluções orgânicas de EHEHPA. Na extração, a afinidade do extratante seguiu a ordem $Dy > Tb$, e a extração aumentou com o pH e a concentração inicial de extratante. Na lavagem ácida, a ordem foi $Tb > Dy$. Contudo, a variação das condições operacionais não aumentou a seletividade Dy/Tb. Conclui-se que a obtenção individual desses elementos com a pureza requerida demandará múltiplos estágios de equilíbrio.

Palavras-chave: Térbio, disprósio, elementos de terras raras; extração por solvente; ímãs permanentes.

ABSTRACT

Terbium (Tb) and dysprosium (Dy) can be used in high-performance permanent magnets, the production of which requires high-purity raw materials. However, the individual separation of these elements via solvent extraction (SX) remains challenging due to their chemical similarity and a limited understanding of how operating conditions affect selectivity. This study evaluated the effects of operating variables during the extraction and acid scrubbing stages on Dy/Tb separation. Experiments were conducted by contacting synthetic Tb and Dy liquor with organic EHEHPA solutions. During extraction, the extractant's affinity followed the order $Dy > Tb$, and extraction increased with pH and initial extractant concentration. During acid scrubbing, the order was $Tb > Dy$. However, varying the operating conditions did not increase Dy/Tb selectivity. It is concluded that obtaining these elements individually at the required purity will necessitate multiple equilibrium stages.

Keywords: Rare earth elements; solvent extraction; operational conditions.

1. INTRODUÇÃO

Os ETR são um grupo de 17 elementos químicos, dentre os quais se destacam o térbio e o disprósio, que podem ser usados como aditivos em ímãs permanentes de alto desempenho. A fabricação desses materiais requer um controle rigoroso da composição e do teor de impurezas, tanto de metais de base quanto de outros ETR. A produção de um ETR puro é um processo complexo e oneroso devido à semelhança química entre si (Xie et al., 2014), o que torna um desafio a sua obtenção com elevado grau de pureza.

Nesse contexto, a extração por solventes é a operação unitária mais usada industrialmente para tratar licores concentrados (Kentish e Geoff, 2001) de ETR. A operação em escala industrial é conduzida em múltiplos estágios de extração e lavagem em tanques *mixer-settler* (MSU), sendo o primeiro conjunto de MSU responsável por carregar os metais na fase orgânica e o último, por remover os ETR coextraídos. Geralmente são usados extratantes organofosfônicos, como o ácido 2-etilhexil mono 2-etilhexil éster fosfônico (EHEHPA), que detém maior eficiência do que as demais classes de extratantes (Xie et al., 2014).

Os efeitos das variáveis operacionais sobre o percentual de extração dos ETR são conhecidos na literatura científica (Gupta et al., 2005; Xie et al., 2014). Embora alguns autores tenham avaliado a seletividade em condições específicas (Abreu e Moraes, 2014; Han et al., 2022), ainda são limitadas as avaliações sistemáticas do efeito dessas variáveis sobre a separação Dy/Tb. Portanto, esse trabalho visou avaliar se a variação do pH e da concentração inicial de extratante aumentariam a seletividade da separação Dy/Tb na etapa de extração. Além disso, também foi avaliado se a variação da concentração de ácido clorídrico para lavagem aumentaria a seletividade da operação na etapa de lavagem, os quais podem contribuir para a obtenção de Tb e Dy por SX.

2. OBJETIVOS

Avaliar o efeito das condições operacionais das etapas de extração e lavagem sobre os percentuais de extração e lavagem e a seletividade Dy/Tb.

3. METODOLOGIA

3.1. Procedimento Geral de SX

Os contatos foram feitos a partir de um licor sintético de Tb e Dy (10,97 e 13,16 g·L⁻¹, respectivamente), preparado a partir da dissolução dos respectivos óxidos em ácido clorídrico (P.A. 37%, Qhemis), com uma fase orgânica contendo o extratante EHEHPA (ácido 2-etilhexil fosfônico mono-2-etilhexil éster, Luoyang Aoda Chemicals), diluído em isoparafina (Nova Química). As misturas foram agitadas magneticamente por 10 min a cerca de 800 rpm e mantidas em repouso por 5 min para separação de fases em funil de separação. Mediu-se a acidez (pH de equilíbrio) da fase aquosa usando titulação ácido-base potenciométrica e ajustou-se o pH com hidróxido de amônio P.A. (P.A, Vetec). O procedimento foi repetido para a obtenção do próximo ponto experimental. Ao final do experimento, retirou-se uma alíquota da fase aquosa, a qual foi analisada para quantificar os ETR por espectroscopia UV-Vis e titulação complexométrica com EDTA e o pH de equilíbrio. A concentração de metais individuais e totais na fase orgânica foi determinada por balanço de massa. Também foram calculados os coeficientes de distribuição (Eq. 1), onde “M” e “ $\overline{M}$ ” representam os ETR na fase aquosa e orgânica, respectivamente, e o fator de separação Dy/Tb ($\beta_{Dy/Tb}$) (Eq. 2).

$$D_M = [\overline{M}]/[M] \quad (1)$$

$$\beta_{Dy/Tb} = D_{Dy}/D_{Tb} \quad (2)$$

Todos os ensaios foram conduzidos em temperatura ambiente, em triplicata e com a razão de fases unitária. O nível de confiança adotado foi de 95%.

3.2. Variações Operacionais da SX

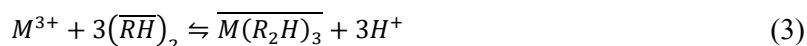
O plano experimental foi feito a partir da variação de um único fator em cada experimento. Na etapa de extração, foram avaliados os efeitos do pH e da concentração inicial de extratante. Nos ensaios de pH, variou-se esse parâmetro entre 0 e 1, mantendo-se constante a concentração inicial de extratante em 20% (v/v). Nos ensaios de concentração de extratante, variou-se esse parâmetro entre 10 e 50% v/v, mantendo-se o pH em $0,60 \pm 0,05$.

As condições definidas na etapa de extração foram empregadas posteriormente nos estudos de lavagem ácida. Para tanto, uma fase orgânica carregada foi contactada com soluções de HCl de diferentes concentrações (0,25; 0,5; 1,0; 2,5 e $4,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Efeito do pH

Observou-se que os percentuais de extração de Tb e Dy aumentaram com o pH (Figura 1A) e que o Dy foi extraído preferencialmente em relação ao Tb na faixa de pH entre 0 e 1, demonstrando que a afinidade do EHEHPA foi $\text{Dy} > \text{Tb}$ em toda faixa de acidez avaliada. Além disso, houve formação de *crud* e emulsão para $\text{pH} > 0,64$, o que é indesejado para a SX. De fato, o aumento da extração era esperado uma vez que a neutralização dos prótons liberados do extratante desloca o equilíbrio químico da SX no sentido de formar mais complexos organometálicos (Eq. 3),



onde M é um ETR; $(RH)_2$ é um dímero do extratante organofosforado; e $\overline{M(R_2H)_3}$ é um complexo organometálico, sendo estes dois últimos compostos da fase orgânica.

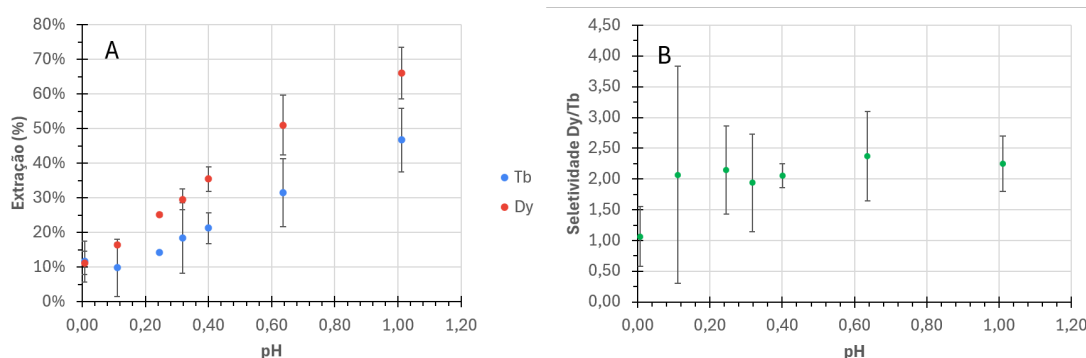


Figura 1: Percentual de extração de Tb e Dy (A) e seletividade Dy/Tb (B) em função do pH ([Tb] = $10,97 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; [Dy] = $13,16 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; [EHEHPA] = $0,59 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$).

Em relação à seletividade (Figura 1B), não foi observado aumento da seletividade da extração com o pH, sendo aproximadamente 2,0 nas condições avaliadas. Dessa forma foi utilizado o $\text{pH} = 0,60 \pm 0,05$ como referência de pH ótimo para avaliar o efeito do extratante sobre o percentual de extração de ambos os metais.

4.2. Efeito do Extratante

Observou-se que os percentuais de extração de Tb e Dy aumentaram com a concentração inicial de extratante (Figura 2A) e que o Dy foi extraído preferencialmente em relação ao Tb na faixa de concentração inicial de extratante entre 10 e 50% v/v ($0,29$ e $1,47 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$), demonstrando que a afinidade do EHEHPA foi novamente $\text{Dy} > \text{Tb}$ em toda faixa avaliada. De fato, essa tendência era esperada no efeito do pH e do extratante, pois o Dy detém menor raio iônico pelo efeito da contração lantanídica, resultando numa maior atração pelo sítio aniônico do extratante em relação ao Tb (Gupta et al., 2005).

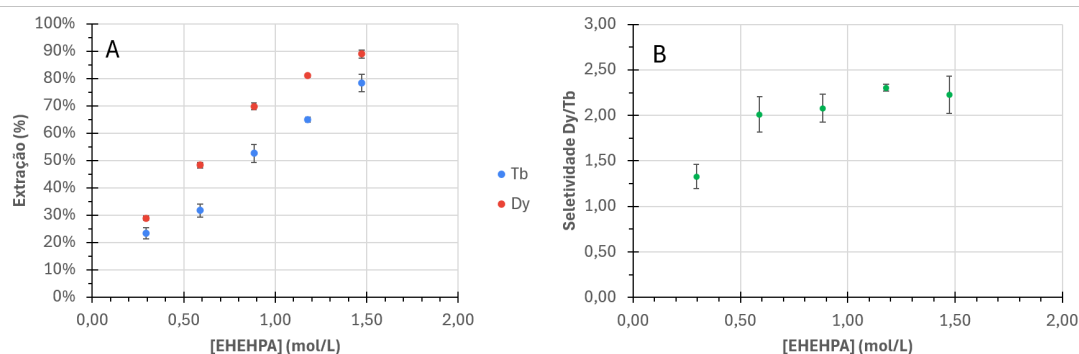


Figura 2: Percentual de extração de Tb e Dy (A) e seletividade Dy/Tb (B) em função da concentração inicial de extratante ($[Tb] = 10,97 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; $[Dy] = 13,16 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; $\text{pH} = 0,60 \pm 0,05$).

Em relação à seletividade (Figura 2B), houve aumento da seletividade quando a concentração inicial de extratante aumentou de 10% para 20%, mantendo-se constante e próxima de 2,0 nas condições subsequentes. Portanto, foi observado que não houve aumento de seletividade em nenhuma destas condições avaliadas. Dessa forma, foi utilizada a concentração inicial de 20%v/v como referência de concentração de extratante ótima para avaliar o efeito da concentração do ácido na etapa de lavagem.

4.3. Efeito da Concentração de Ácido Clorídrico na Lavagem

Para analisar o efeito da concentração de HCl na lavagem ácida, inicialmente foi produzido um orgânico carregado (extrato) contendo 4,0 e 8,7 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ de Tb e Dy, respectivamente. Observou-se que os percentuais de lavagem de Tb e Dy aumentaram com a concentração de ácido (Figura 3A) e que o Tb foi re-extraído preferencialmente em relação ao Dy na faixa de concentração de ácido entre 0,25 e 4 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Além disso, identificou-se re-extração completa a partir de 2,5 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ de HCl. De fato, o aumento da concentração de H^+ desloca o equilíbrio para o metal na fase aquosa (Eq. 3).

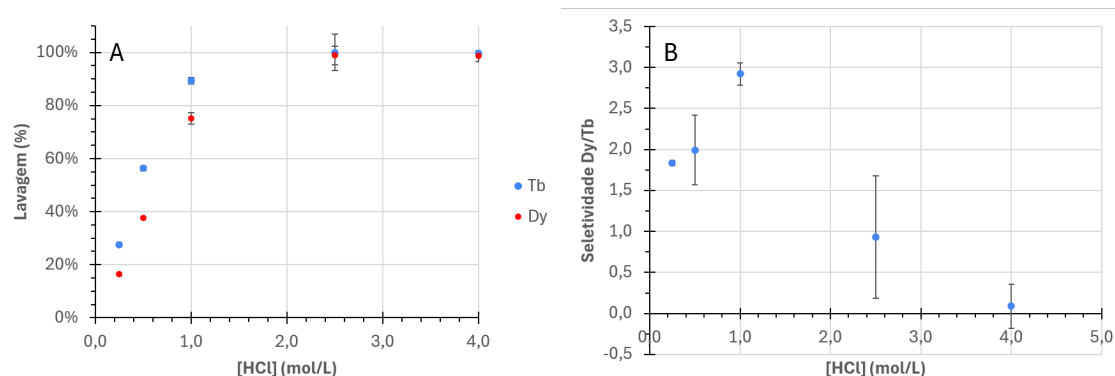


Figura 3: Percentual de re-extração de Tb e Dy (A) e seletividade Dy/Tb (B) em função da concentração inicial de ácido ($[Tb] = 4,0 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; $[Dy] = 8,70 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$; $A/O = 1$). As barras indicam o desvio padrão dos dados experimentais.

Em relação à seletividade (Figura 3B), não foi observado aumento da seletividade com a concentração inicial de HCl, sendo obtido aproximadamente 2,0 até 1,0 mol/L de HCl, o que está de acordo com o observado anteriormente na SX de licores monazíticos para o par Dy/Tb (Abreu e Moraes, 2014). Para experimentos futuros, serão conduzidos ensaios de lavagem do extrato com soluções ácidas de Dy e ensaios contínuos de SX em escala minimiloto para a obtenção de duas correntes puras de Tb e Dy. Portanto, observou-se um valor médio de fator de seletividade baixo ($\sim 2,0$) e que a variação dos parâmetros operacionais da extração e da lavagem ácida não alteraram a seletividade da operação. Isso significa que, para a obtenção de duas correntes puras de Tb e Dy, serão necessários múltiplos contatos sequenciais de extração e lavagem.

5. CONCLUSÕES

Portanto, a partir dos experimentos realizados, foi identificado que a seletividade Dy/Tb não foi alterada em função das condições operacionais da SX (pH de equilíbrio e concentração inicial do extratante), sendo obtido um fator de separação próximo de 2,0. Esse resultado justificaria a necessidade de múltiplos contatos sequenciais do licor com o extratante para a obtenção de correntes puras nos dois metais.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus orientadores Ysrael M. Vera e Marcelo D. L. Dourado pelo apoio e orientação ao longo deste trabalho; à equipe do CETEM pela ajuda; e ao CNPq pela concessão da bolsa de iniciação tecnológica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABREU, R. D.; CARLOS, A. M. “Study on separation of heavy rare earth elements by solvent extraction with organophosphorus acids and amine reagents”. *Minerals Engineering*, v. 61, p. 82-87, 2014.

CHEN, K. et al. Characterization of the interaction of rare earth elements with P507 in a microfluidic extraction system using spectroscopic analysis. *Chemical Engineering Journal*, v. 356, p. 453-460, 2019.

GUPTA, C. K.; KRISHNAMURTHY, N. *Extractive metallurgy of rare earths*. Boca Raton, Florida: CRC Press, p. 22-32, 2005.

HAN, Y.; JI, C.; YUEFENG, D.; TIANCHI, L.; HAILIAN, L.; DEQIAN, L. “An Innovative Technique for the Separation of Ion-Adsorption High Yttrium Rare Earth Ore by Er (III) / Tm (III) Grouping First”. *Separation and Purification Technology*, v. 280, 119929, 2022.

KENTISH, S.; GEOFF, W. S. “Innovations in separations technology for the recycling and re-use of liquid waste streams”. *Chemical Engineering Journal*, v. 84, n. 2, p. 149-59, 2001.

XIE, F. et al. A critical review on solvent extraction of rare earths from aqueous solutions. *Minerals Engineering*, v. 56, p. 10-28, 2014.

MAPEAMENTO ESTRUTURAL DE MACIÇO ROCHOSO COM USO DE VEÍCULOS AÉREOS NÃO TRIPULADOS (VANTS) PARA APOIO AO PLANEJAMENTO DE LAVRA DE ROCHAS ORNAMENTAIS

STRUCTURAL MAPPING OF ROCK MASSES USING UNMANNED AERIAL VEHICLES (UAVS) TO SUPPORT ORNAMENTAL STONE QUARRY PLANNING

Evandro Fonseca Filgueiras

Aluno de Graduação de Engenharia de Minas, 6º período, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026
filgueiras.engm@gmail.com

Kayrone Marvila de Almeida

Orientador, Engenheiro de Minas, M.Sc.
kmalmeida@cetem.gov.br

Leonardo Luiz Lyrio da Silveira

Coorientador, Geólogo, D.Sc.
leolysil@cetem.gov.br

RESUMO

A indústria brasileira de rochas ornamentais possui elevada relevância econômica e destaca-se no mercado internacional. O Espírito Santo é consolidado como principal polo produtor e beneficiador do país. Apesar de sua importância, a atividade apresenta elevada geração de resíduos durante a etapa de lavra, o que gera aproximadamente 121,5 milhões de toneladas de resíduos grosseiros por ano, tornando necessário o desenvolvimento de tecnologias que contribuam para o aumento do aproveitamento do maciço rochoso e a redução das perdas. Nesse contexto, este estudo busca aplicar Veículos Aéreos Não Tripulados (VANTS) para o mapeamento estrutural de um maciço rochoso em uma lavra de rochas ornamentais, em comparação com o método tradicional com bússola geológica, a fim de avaliar seu potencial como ferramenta de apoio ao planejamento de lavra e à redução da geração de resíduos. O estudo mostrou que as direções de mergulho de ambos os métodos convergiram para o quadrante sudeste, além de resultados semelhantes em mapas de contorno gerados a partir dos polos dos planos de fraturas coletados. Esse resultado aponta para a possibilidade da utilização de VANTS na tomada de decisões no avanço de lavra, de forma a diminuir a geração de resíduos.

Palavras chave: Rochas ornamentais, aerofotogrametria, famílias de fraturas, VANTS.

ABSTRACT

The Brazilian ornamental stone industry plays a significant economic role and holds a prominent position in the international market. The state of Espírito Santo is recognized as the country's leading producer and processor of ornamental stones. Despite its economic importance, quarrying operations generate substantial amounts of waste, with approximately 121.5 million tonnes of coarse waste produced annually, highlighting the need for technologies that improve rock mass utilization and reduce material losses. In this context, this study applied Unmanned Aerial Vehicles (UAVs) for the structural mapping of a rock mass in a ornamental stone quarry and compared the results with those obtained using the conventional geological compass method to evaluate the potential of UAVs as a supporting tool for quarry planning and

waste reduction. The results showed that the dip directions obtained by both methods converged toward the southeastern quadrant, in addition to producing similar density contour maps based on the poles of the mapped fracture planes. These findings indicate that UAV-based structural mapping can support decision-making during quarry advancement, contributing to improved quarry planning and reduced waste generation.

Keywords: ornamental stone, aerial photogrammetry, fracture sets, UAVs.

1. INTRODUÇÃO

A indústria de rochas ornamentais ocupa posição de destaque na mineração brasileira, sendo reconhecida pela elevada competitividade no mercado internacional. Em 2025, o setor alcançou um recorde histórico de exportações, ultrapassando US\$ 1,47 bilhão e mais de 2,1 milhões de toneladas comercializadas. Nesse cenário, o Espírito Santo consolida-se como o principal polo produtor e beneficiador do país, respondendo por 78% do faturamento das exportações brasileiras e concentrando mais de 90% da capacidade nacional de beneficiamento (ABIROCHAS, 2026). Apesar da importância econômica do segmento, a atividade ainda enfrenta um desafio recorrente relacionado à elevada geração de resíduos. No beneficiamento das rochas ornamentais, cerca de 26% do volume de um bloco transforma-se em resíduos finos (FiBRO), estimando-se que aproximadamente 3,5 milhões de toneladas sejam destinadas anualmente a aterros no Brasil (Maurício; Almeida, 2025). Além disso, a etapa de lavra produz cerca de 121,5 milhões de toneladas de resíduos grosseiros por ano, constituídos principalmente por fragmentos e blocos sem aproveitamento comercial (Tavares et al., 2026). Esse cenário evidencia a necessidade de adoção de práticas que promovam maior eficiência no uso dos recursos minerais, em consonância com os princípios da Política Nacional de Resíduos Sólidos (Lei nº 12.305/2010), que prioriza a não geração e a redução de resíduos.

Embora diferentes fatores influenciem o aproveitamento do maciço rochoso, as descontinuidades naturais, como fraturas e juntas, exercem papel determinante na recuperação de blocos comerciais. A distribuição e a orientação dessas estruturas condicionam o dimensionamento dos blocos e o direcionamento dos cortes, podendo comprometer significativamente o rendimento da lavra (Martini, 2018). Em muitos empreendimentos, a recuperação do material varia entre 20% e 30%, enquanto as perdas podem atingir até 80% do volume explotado (Nascimento Júnior et al., 2025). Nesse contexto, a caracterização das famílias de fraturas torna-se uma importante ferramenta para o planejamento de lavra, permitindo identificar áreas mais favoráveis à extração, orientar o avanço das frentes de lavra e aumentar o aproveitamento do recurso mineral, com reflexos na redução da geração de resíduos (Nascimento Júnior et al., 2025).

Os avanços recentes das geotecnologias ampliaram as possibilidades de aquisição e análise de informações geológicas em ambientes de mineração. Entre essas tecnologias, destacam-se os Veículos Aéreos Não Tripulados (VANTs), associados à fotogrametria digital e à técnica Structure from Motion (SfM), que permitem a obtenção de modelos tridimensionais de alta resolução para o mapeamento de descontinuidades em maciços rochosos. Além de proporcionar maior rapidez e segurança nas atividades de campo, essa abordagem possibilita análises estruturais com ampla cobertura espacial, constituindo uma alternativa promissora ao levantamento convencional realizado com bússola geológica (Maior et al., 2024; Hoffmann, 2024). Entretanto, ainda são escassos os estudos que avaliam essa aplicação em lavras de rochas ornamentais no Espírito Santo e que comparem, de forma direta, os resultados obtidos pelos dois métodos. Diante desse cenário, torna-se relevante investigar o potencial das geotecnologias baseadas em Veículos Aéreos Não Tripulados (VANTs) como ferramenta de apoio ao mapeamento estrutural em lavras de rochas ornamentais, avaliando sua aplicabilidade no planejamento de lavra e comparando seus resultados aos obtidos pelo método convencional de levantamento com bússola geológica.

2. OBJETIVOS

Realizar o mapeamento estrutural de um maciço rochoso em uma lavra de rochas ornamentais por meio da aerofotogrametria com Veículos Aéreos Não Tripulados (VANTs), comparando os resultados obtidos com o levantamento convencional realizado por bússola geológica, a fim de avaliar seu potencial como ferramenta de apoio ao planejamento de lavra e à redução da geração de resíduos.

3. METODOLOGIA

Inicialmente, foi realizada a caracterização geológica da área de estudo, uma lavra de rochas ornamentais, a partir do Mapa Geológico do Estado do Espírito Santo, disponibilizado pelo Serviço Geológico do Brasil (SGB). Os dados vetoriais foram processados no software QGIS, permitindo a análise das unidades litológicas e dos principais lineamentos estruturais presentes na região, servindo como base para a interpretação das descontinuidades observadas em campo.

Em seguida, foi realizado o levantamento estrutural convencional nas frentes de lavra utilizando bússola geológica, registrando-se a direção de mergulho (Dip Direction) e o mergulho (Dip) das descontinuidades identificadas. Posteriormente, foi executado o levantamento aerofotogramétrico da área com 8,8 ha, por meio de um veículo aéreo não tripulado (VANT), utilizando drone, cujas imagens foram processadas no software Agisoft Metashape para geração da nuvem de pontos densa, posteriormente exportada no formato .las.

A nuvem de pontos foi processada no software CloudCompare, onde foram empregados os plugins Facets, para segmentação automática de superfícies planares, e Compass, para identificação, validação e determinação das atitudes estruturais. Os planos obtidos foram validados com base nas estruturas observadas durante o levantamento de campo e tiveram suas atitudes estruturais exportadas para o software Stereonet. Os dados provenientes da bússola geológica e da fotogrametria foram analisados separadamente, sendo elaborados estereogramas de grandes círculos, estereogramas de polos e diagramas de contorno de densidade. O diagrama de rosas (Rose Diagram) foi elaborado utilizando direções de mergulho (Dip Direction) das descontinuidades, por meio do software OpenStereo. Os estereogramas e os diagramas de contorno foram utilizados para identificar as famílias de descontinuidades e avaliar sua distribuição espacial, enquanto os diagramas de rosas, permitiram determinar a orientação predominante das famílias de fraturas e comparar os resultados obtidos pelos dois métodos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise do Mapa Geológico do Estado do Espírito Santo permitiu identificar que a área de estudo está inserida em um contexto estrutural marcado pela presença de lineamentos regionais com orientação preferencial noroeste-sudeste (NW–SE), interceptando a região da lavra.

O levantamento estrutural convencional (bússola geológica), realizado em campo, possibilitou a obtenção de 17 medidas de planos de fraturas distribuídas nas diferentes frentes de lavra analisadas, onde foi observado como maior e menor mergulho (Dip), respectivamente, 44° e 14°. O levantamento aerofotogramétrico possibilitou a extração de diversos planos de fratura extraídos com ajuda do software, dos quais 17 planos estruturais foram selecionados após a validação comparativa com o observado em campo, onde foi observado como maior e menor mergulho (Dip), respectivamente, 46,56° e 13,97°.

Os resultados apresentados na Figura 1, estereogramas de grandes círculos, evidenciam elevada concordância entre os levantamentos convencional e aerolevantamento. Em ambos os conjuntos de dados observa-se uma concentração de fraturas com direção de mergulho semelhantes concentradas no quadrante sudeste (SE), indicando a predominância de uma família principal de descontinuidades no maciço estudado. Esse resultado associa-se ao lineamento regional observado na carta geológica.

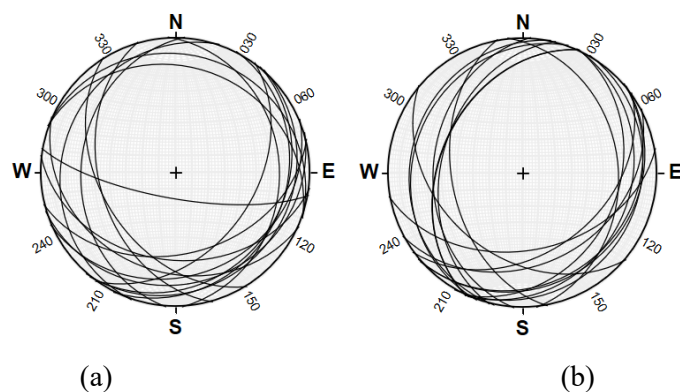


Figura 1: Estereogramas de grandes círculos para os dados obtidos por (a) bússola geológica e (b) aerolevantamento.

Os mapas de contorno de densidade, em ambos os métodos, reforçam essa interpretação ao evidenciarem uma concentração dos polos próximos ao quadrante noroeste, partindo do centro do diagrama, que indica a ocorrência de uma família dominante de descontinuidades, compatível com planos que apresentam direção de mergulho preferencial para sudeste, Figura 2.

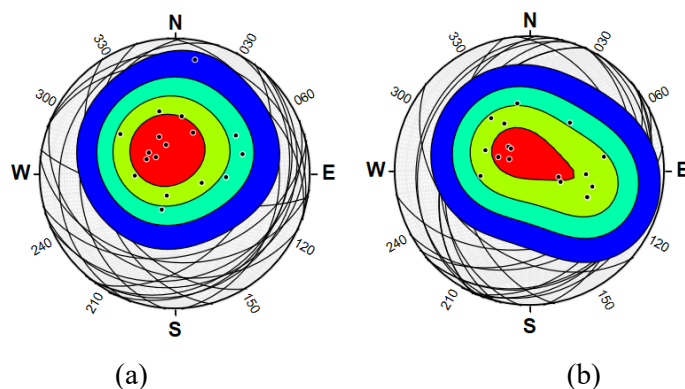


Figura 2: Estereogramas de polos e grandes círculos com mapas de contorno para os dados obtidos por (a) bússola geológica e (b) aerolevantamento.

Enquanto o levantamento convencional depende do acesso físico ao maciço e da seleção manual das superfícies medidas, a aerofotogrametria permite analisar um maior número de descontinuidades por meio do modelo tridimensional, ampliando a cobertura espacial e reduzindo limitações operacionais. De forma integrada, os resultados evidenciam a predominância de uma família principal de descontinuidades, com elevada concordância entre os levantamentos convencional e aerofotogramétrico, demonstrada pela similaridade dos estereogramas e dos mapas de contorno de densidade. Além disso, a orientação predominante das fraturas mostrou-se compatível com o principal lineamento regional de direção NW–SE observado na carta geológica, indicando que as estruturas locais refletem o controle estrutural regional e confirmando o potencial da aerofotogrametria associada ao processamento de nuvens de pontos como ferramenta confiável para a caracterização estrutural e o possível planejamento de lavra.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste estudo indicam que a aerofotogrametria associada ao processamento digital de nuvens de pontos foi capaz de representar de forma consistente as principais orientações das descontinuidades identificadas no levantamento convencional, apresentando compatibilidade entre os padrões observados nos estereogramas de grandes círculos e mapas de contorno de densidade. Ambos indicaram que as principais famílias de fraturas, nos dois métodos, possuem direções de mergulho semelhantes NW–SE, o que converge com o observado

na carta geológica regional. Além da concordância entre os métodos, a utilização da aerofotogrametria demonstra potencial como ferramenta de apoio à caracterização estrutural de maciços rochosos em lavras de rochas ornamentais, o que oferece vantagens relacionadas à visualização das superfícies expostas e à análise em ambiente tridimensional. Dessa forma, a aplicação integrada dessas geotecnologias pode contribuir para o planejamento futuro de lavra e para a caracterização estrutural em áreas de mineração. Como continuidade deste trabalho, recomenda-se a ampliação da base de dados e a realização de análises quantitativas que permitam avaliar, de forma mais detalhada, a precisão e a confiabilidade dos levantamentos fotogramétricos em relação ao método convencional e contribuir para a tomada de decisões no avanço de lavra, de forma a diminuir a geração de resíduos.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq, aos meus orientadores, à VENAGRAN – Venda Nova Granitos LTDA., à minha família, em especial à minha irmã Elisa, pelo apoio incondicional. Agradeço também ao CREA Jr-ES, pela imensa contribuição no estudante que sou, e, especialmente, a Alex Vinicius Soares Robles, pelo apoio único, pela presença inquestionável que fizeram o caminho o melhor que poderia ser.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS (ABIROCHAS). Balanço das exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais de janeiro a dezembro de 2025. Informe 12/2025. Brasília, DF, 2026.

BRASIL. Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Brasília, DF: Câmara dos Deputados, 2010.

HOFFMANN, V. H. Análise geomecânica em rochas carbonáticas com auxílio de drone: aplicação em mineração na Formação Irati. 2024. 71 p. Dissertação (Mestrado em Geociências e Meio Ambiente) – Universidade Estadual Paulista, Instituto de Geociências e Ciências Exatas, Rio Claro, 2024.

MAIOR, G. R. S.; PERONI, R. L.; MARIZ, J. L. V.; ZAGÔTO, J. T.; VALE, D.; KUCKARTZ, B. T.; NOVAES, R. Caracterização semiautomatizada de fraturas para otimizar a mineração de rochas ornamentais. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE MINA A CÉU ABERTO E MINA SUBTERRÂNEA, 12., 2024, Belo Horizonte. Anais [...]. Belo Horizonte: IBRAM, 2024.

MARTINI, L. Caracterização de descontinuidades com o auxílio de VANT aplicada à pesquisa de rocha ornamental no Complexo Metamórfico Palma, São Gabriel (RS). 2018. 43 p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Geologia) – Universidade Federal do Pampa, Caçapava do Sul, 2018.

MAURÍCIO, T. B.; ALMEIDA, K. M. Estudo da viabilidade de uso do resíduo fino do beneficiamento de rochas ornamentais (FiBRO) em massa cerâmica para produção de piso e porcelanato. In: Jornada de iniciação científica do CETEM, 33., 2025, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro, RJ, Brasil: CETEM/MCTI, 2025.

NASCIMENTO JÚNIOR, M. R.; MAIOR, G. R. S.; MAIA, L. X.; FREITAS, L. G. B. G.; LANDEIRO, R. S.; RIBEIRO, F. G. Caracterização geológica estrutural por meio virtual: apoio no planejamento e controle de lavra de rochas ornamentais. Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 22, e3234, 2025.

TAVARES, D. P.; ROCHA, A. M. D. S.; NOVAES, R. C.; ZAGÔTO, J. T.; FAZOLO, D. Z. (Org.). A engenharia de Minas e o direito da mineração: desafios, responsabilidades e caminhos para uma mineração responsável e integrada ao desenvolvimento sustentável. Vitória, ES: Gráfica e Editora GSA, 2026.

RELAÇÃO DA INTERAÇÃO DOS MINERAIS PRESENTES EM ROCHAS ORNAMENTAIS COM PP NA GERAÇÃO DE ARMAÇÃO DE ÓCULOS

THE RELATIONSHIP BETWEEN THE INTERACTION OF MINERALS PRESENT IN ORNAMENTAL ROCKS WITH PP IN THE GENERATION OF EYEGLOSS FRAMES

Filippe Jorge Santos de Araújo

Aluno de Graduação em Química, IFRJ

Período PIBIC/CETEM: agosto de 2025 – julho de 2026

fjsaraujo@gmail.com

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Orientador, Professor Engenheiro Químico, D.Sc.

rcarlos@cetem.gov.br

Daniele Cruz Bastos

Coorientadora, Engenheira Química, D.Sc.

dbastos@uerjzo.br

Nuria Fernández Castro

Coorientadora, Engenheira de Minas, D.Sc.

ncastro@cetem.gov.br

RESUMO

O presente trabalho avaliou a interação entre minerais presentes em resíduos de rochas ornamentais e o polipropileno (PP), visando sua aplicação na produção de armações de óculos. Foram estudados resíduos provenientes de granito, mármore, pedra-sabão e calcário sedimentar, contendo como principais fases minerais quartzo, feldspato, talco, calcita e dolomita. O PP utilizado apresentou índice de fluidez de 11 g/10 min e densidade de 0,90 g/cm³, enquanto os resíduos foram processados em partículas inferiores a 0,149, 0,044 e 0,020 mm, utilizando-se 10% em massa de carga mineral. As análises químicas indicaram aproximadamente 60% de SiO₂ e 20% de Al₂O₃ no granito, 50% de SiO₂ e 20% de MgO na pedra-sabão, enquanto os resíduos carbonáticos apresentaram teores superiores a 50% de CaO no calcário e aproximadamente 30% de CaO e 20% de MgO no mármore. Os melhores resultados de resistência ao impacto foram obtidos com granito, cerca de 40 J/m, seguido do mármore (33 J/m) e do calcário e pedra-sabão (30 J/m). Na flexão, pedra-sabão apresentou 130 MPa e calcário 120 MPa. A modelagem molecular indicou interação favorável para todos os minerais, destacando-se feldspato (8,21 J) e quartzo (10,44 J), em comparação ao PP isolado (19,78 J).

ABSTRACT

This study evaluated the interaction between minerals present in ornamental rock residues and polypropylene (PP), aiming at their application in the manufacture of eyeglass frames. Residues from granite, marble, soapstone, and sedimentary limestone were investigated, containing quartz, feldspar, talc, calcite, and dolomite as the main mineral phases. The PP used exhibited a melt flow index of 11 g/10 min and a density of 0.90 g/cm³, while the residues were processed to particle sizes below 0.149, 0.044, and 0.020 mm, using a mineral residue content of 10 wt.%. Chemical analyses indicated approximately 60% SiO₂ and 20% Al₂O₃ in the granite residue, 50% SiO₂ and 20% MgO in the soapstone residue, whereas the carbonate residues presented CaO contents above 50% in the limestone and approximately 30% CaO and 20% MgO in the marble. The highest impact resistance was obtained for the granite-containing composite, approximately 40 J/m, followed by marble (33 J/m) and limestone and soapstone (30 J/m). Regarding flexural strength, the soapstone composite exhibited 130 MPa, while the limestone

composite reached 120 MPa. Molecular modeling indicated favorable interactions for all mineral/PP systems, with the lowest potential energy values obtained for feldspar (8.21 J) and quartz (10.44 J), compared with 19.78 J for isolated PP. These results demonstrate that the mineralogical composition strongly influences the mechanical performance and interfacial interaction of the composites, supporting the potential reuse of ornamental rock residues in polymeric materials.

1. INTRODUÇÃO

Em quarto lugar na produção mundial de rochas ornamentais em 2025 e com produção de mais de 10 milhões de toneladas, a perspectiva do Brasil é aumentar 45% dessa produção em apenas oito anos (ABIROCHAS, 2025). No entanto, atrelado a essa produção, observa-se a geração de uma quantidade significativa de resíduos (Figura 1), gerados durante o corte e o beneficiamento das rochas, que podem acarretar grandes impactos ambientais além de problemas econômicos para o setor, que tem como grande desafio o reaproveitamento racional desses resíduos, tornando-o um subproduto economicamente viável para sua comercialização.



Figura 1: Resíduos gerados na lavra e no beneficiamento do Mármore Bege Bahia.

Atualmente, existem diversos estudos para a aplicação desses resíduos em vários setores industriais, como na produção de cerâmica, de papel, de cosméticos, como fertilizantes, dentre outros. Nesse contexto, aparece a indústria polimérica, que utiliza, anualmente, toneladas de cargas minerais para a geração de compósitos poliméricos, visando à redução de custos e melhora em suas propriedades mecânicas (LIMA, 2007). Baseado nisso, esse setor seria um possível nicho para absorção dos resíduos de rochas em seu processamento.

A escolha correta da matriz polimérica e da carga, bem como a proporção entre ambas é fundamental e, as características finais do produto dependerão das propriedades desses materiais. O tamanho, a forma, bem como sua aderência a matriz são características importantes para serem avaliadas na carga (TRINDADE et al., 2004)

2. OBJETIVOS

Verificar como a interação dos minerais (quartzo, feldspato, talco, calcita e dolomita) presentes em resíduos gerados no corte de rochas ornamentais com o polipropileno afeta o comportamento mecânico do compósito gerado para geração de armações de óculos, pois o CETEM assinou uma transferência tecnológica de sua patente com uma grande empresa do setor e se tornam necessários estudos mais aprofundados nesse setor.

3. METODOLOGIA

3.1 Origem dos Materiais

O polipropileno utilizado apresenta índice de fluidez 11g/10min e densidade 0,90 g.cm⁻³. Já os resíduos, são oriundos do corte das seguintes rochas ornamentais: um calcário sedimentar do Ceará, um mármore do Espírito Santo, uma pedra sabão de Minas Gerais e um granito do Espírito Santo. Tais resíduos serão identificados com as seguintes nomenclaturas, respectivamente, RCS, RM, RPS, RG.

3.2 Análise Química e Mineralógica dos Resíduos

A determinação da composição química e mineralógica dos resíduos foi realizada pela Coordenação de Análises Minerais (COAM) do CETEM.

3.3 Tratamento dos Resíduos

Os mesmos foram pulverizados e peneirados à úmido até a obtenção de tamanhos de partícula inferiores a 0,149 mm, 0,044 mm e 0,020 mm. Após o peneiramento, os resíduos foram secos em estufa a 70 °C por 24 horas e, em seguida, desagregados.

3.4 Processamento dos Compósitos Poliméricos

O processamento dos compósitos foi realizado por meio da extrusora dupla-rosca, com L/D=26, com velocidade de 200 r.p.m. e zonas de temperatura compreendidas entre 165 e 230 °C. O teor dos resíduos utilizado foi 10%, em massa, e cada compósito foi moldado por injeção em máquina *Battenfeld* a 230°C.

3.4.1 Comportamento Mecânico dos Compósitos

O ensaio de flexão em três pontos foi realizado segundo a norma ASTM D 790 e o ensaio de resistência ao impacto de acordo com a norma ASTM D 256.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análises Química e Mineralógica

Na Figura 2 estão apresentados os resultados da análise química dos resíduos, onde se pode verificar que o resíduo de granito apresenta altos teores de sílica, cerca de 60%, possivelmente associado às estruturas do quartzo e do feldspato, além de cerca de 20% de alumina, possivelmente associada, também, à estrutura do feldspato. O resíduo de pedra sabão apresenta altos teores de sílica (50%) e óxido de magnésio (20%), típicos da estrutura desse tipo de rocha. Os resíduos carbonáticos apresentam altos teores de óxido de cálcio, no entanto o calcário sedimentar apresenta mais de 50% desse elemento e o mármore apenas 30%, visto que o teor de óxido de magnésio corresponde a 20%.

Na Figura 3 estão apresentados os resultados da análise mineralógica que corroboram os resultados da análise química, uma vez que o resíduo de granito apresentou picos de quartzo e do feldspato albita, o resíduo de pedra sabão apresentou picos de talco, o resíduo de calcário sedimentar apresentou picos de calcita e o mármore apresentou picos de calcita e dolomita.

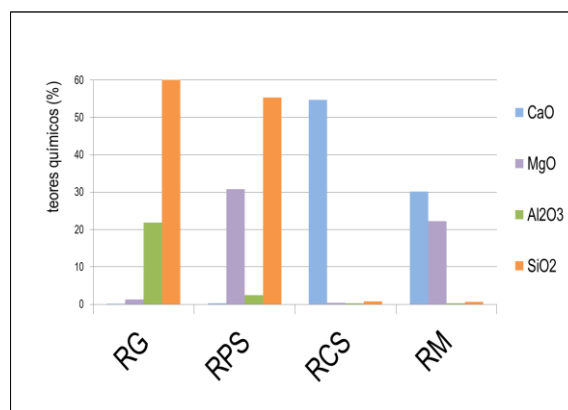


Figura 2: FRX dos resíduos.

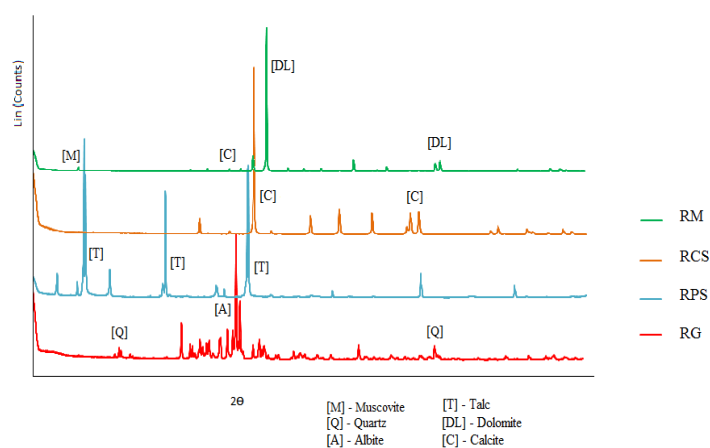


Figura 3: DRX dos resíduos.

4.2 Avaliação Mecânica dos Compósitos

A Figura 4 apresenta os resultados da resistência ao impacto dos compósitos onde se pode observar que o menor tamanho de partícula do resíduo (0,02 mm) favorece o aumento da resistência mecânica dos compósitos, independente do tipo de resíduo, visto que o aumento da área superficial propicia maior interação com o polipropileno, refletindo nos maiores valores de resistência ao impacto. Baseado nisso, as discussões serão baseadas nos compósitos onde o tamanho de partícula é 0,02 mm. Com isso, quando se compara os melhores desempenhos entre os compósitos, verifica-se que aqueles formados com resíduos de granito apresentaram maiores valores, em torno de 40 J.m, visto que a elevada concentração de sílica aumenta a dureza do compósito. O compósito contendo resíduo de mármore apresenta a segunda maior resistência ao impacto (33J.m), possivelmente pela presença de dolomita, que é um mineral que confere maior dureza ao compósito, se comparado à calcita, presente no compósito de calcário sedimentar, que apresentou um desempenho em torno de 30 J.m, assim como a pedra sabão, visto que o mineral talco não é responsável em conferir aumento de resistência mecânica.

Na Figura 5 apresentam-se os resultados de módulo de resistência à flexão dos compósitos, onde se observa que os compósitos formados por pedra sabão obtiveram os maiores valores (130 MPa), em função das características do mineral talco, que confere menor dureza e maior flexibilidade ao compósito. O mesmo ocorre com o compósito formado por calcário sedimentar, onde a baixa dureza da calcita confere maior resistência à flexão ao compósito (120 MPa). Em relação aos demais compósitos, RG e RM, observa-se uma diminuição da resistência à flexão, devido a presença de minerais quartzo e dolomita, que conferem maior dureza e menor flexibilidade ao compósito.

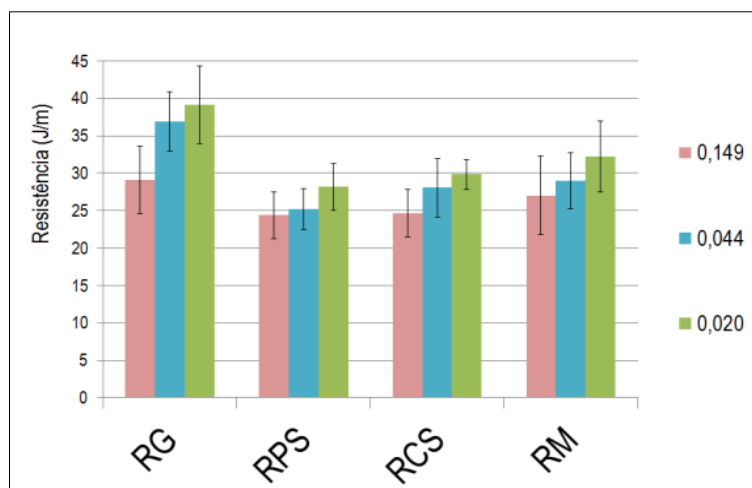


Figura 4: Resistência ao Impacto Izod.

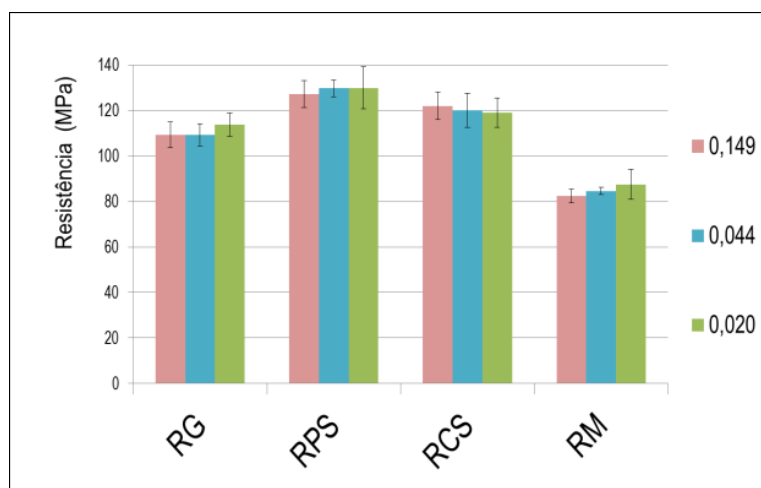


Figura 5: Módulo da resistência à flexão.

4.3 Avaliação da Interação Mineral/PP por Modelagem Molecular

Os resultados obtidos no processo de interação PP/Mineral estão apresentados na tabela 1, onde se pode observar que todos os sistemas apresentaram valores de energia potencial inferiores ao valor apresentado pelo PP isolado (19,78 J), indicando que a interação é favorável. Os menores valores obtidos foram na interação do PP com o feldspato (8,21 J) e com quartzo (10,44J) indicando melhores interações com esses minerais, possivelmente, devido às ligações intermoleculares do tipo pontes de hidrogênio, realizadas entre os hidrogênios do PP e os oxigênios desses minerais. No entanto, verifica-se que a presença do alumínio, elemento altamente polarizante, na estrutura do feldspato, contribui no fortalecimento da ligação com o PP. Tais ligações intermoleculares estão diretamente relacionadas com a maior resistência mecânica do compósito. Em relação à interação com os demais minerais com o PP, não se observa a geração preferencial de pontes de hidrogênio, mas sim de ligações dipolo-dipolo. A presença dos carbonatos, extremamente volumosos, dificultam essa interação, porém o magnésio, com menor raio, se comparado ao cálcio, apresenta papel importante na interação com PP. Os efeitos de penetração da blindagem molecular da estrutura da dolomita são mais favorecidos, pois os orbitais 3s do magnésio encontram-se com menor energia que os orbitais 4d do cálcio presente na calcita. No entanto, a sua complexação na estrutura do talco, impede qualquer tipo de ligação intermolecular nesse sítio de interação ou penetração de blindagem.

Tabela 1: Energia potencial dos sistemas PP/minerais.

Sistema	Energia Potencial (J)	Sistema	Energia Potencial (J)
PP/Quartzo	10,44	PP/Calcita	16,87
PP/ Feldspato	8,21	PP/Dolomita	13,94
PP/Talco	14,45		

Pôde-se concluir que cada mineral apresenta interação diferenciada com o PP e tal interação refletirá em suas propriedades mecânicas. Dessa forma, conhecendo-se previamente a composição mineralógica de um resíduo, pode-se utiliza-lo com mais precisão na formulação de um compósito.

5. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo apoio financeiro, ao CETEM e à Uerj, campus Zona Oeste pela infraestrutura.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIROCHAS – Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais, Informe 06/2025, São Paulo - SP, Brasil.

LIMA, A. B. T., Aplicações de Cargas Minerais em polímeros. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil. 2007.

TRINDADE, T., ESTEVES, A. C. e TIMMONS, A. B. Nanocompósitos de matriz polimérica – Química Nova, V. 27, N° 5, 2004.

DINÂMICA DA DISPONIBILIDADE DE BORO PROVENIENTE DE RESÍDUO DE ROCHA ORNAMENTAL COMO FONTE ALTERNATIVA NA AGRICULTURA

DYNAMICS OF BORON AVAILABILITY FROM ORNAMENTAL STONE WASTE AS AN ALTERNATIVE BORON SOURCE FOR AGRICULTURE

Gabriel Souza Campos

Aluno de Graduação em Agronomia 6º período, UFES
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: agosto de 2025 a julho de 2026
gabriel.s.campos@edu.ufes

Leonardo Luiz Lyrio da Silveira

Orientador, Geólogo, D.Sc.
leolysil@cetem.gov.br

Guilherme de Resende Camara

Coorientador, Agrônomo, D.Sc.
gcamara@cetem.gov.br

RESUMO

A geração de resíduos da extração de pegmatito e a elevada dependência brasileira da importação de fertilizantes minerais reforçam a necessidade de alternativas sustentáveis para o fornecimento de nutrientes à agricultura. Nesse contexto, objetivou-se avaliar a disponibilidade de boro proveniente de um resíduo da extração de pegmatito por meio de ensaio de incubação em Areia Normal Brasileira (ANB) e solo argiloso durante 150 dias. O experimento foi conduzido em delineamento fatorial $2 \times 3 \times 6$, utilizando três doses do material (0, 20 e 40 t ha⁻¹), seis épocas de avaliação e quatro repetições. A caracterização química por ICP-OES revelou teor de 34.664 mg kg⁻¹ de boro (3,5%). A aplicação do material promoveu incremento imediato nos teores de boro disponível em ambos os substratos, sendo os maiores valores observados na maior dose aplicada. Entretanto, a dinâmica da disponibilidade de boro não evidenciou aumento progressivo dos teores ao longo do período de incubação, indicando ausência de liberação gradual nas condições avaliadas. Conclui-se que o resíduo da extração de pegmatito apresenta potencial como fonte alternativa de boro, disponibilizando uma fração inicial do micronutriente, porém sem incremento contínuo da sua disponibilidade ao longo do tempo.

Palavras-chave: Agrominerais; economia circular; fertilidade do solo; micronutrientes.

ABSTRACT

The waste generated by pegmatite mining and Brazil's strong dependence on imported mineral fertilizers highlight the need for sustainable alternative nutrient sources for agriculture. In this context, this study evaluated boron availability from pegmatite mining waste through an incubation experiment conducted in Brazilian Standard Sand (BSS) and clay soil over 150 days. The experiment followed a $2 \times 3 \times 6$ factorial design, comprising three application rates (0, 20, and 40 t ha⁻¹), six evaluation periods, and four replicates. Chemical characterization by ICP-OES revealed a boron content of 34,664 mg kg⁻¹ (3.5%). The application of the material resulted in an immediate increase in available boron in both substrates, with the highest values observed at the highest application rate. However, boron availability did not increase progressively throughout the incubation period, indicating no evidence of gradual boron release under the evaluated conditions. The results indicate that pegmatite mining waste has potential as an alternative boron source, providing an initial readily available boron fraction but without a continuous increase in boron availability over time.

Keywords: Agrominerals; circular economy; soil fertility; micronutrients.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil destaca-se entre os maiores produtores de rochas ornamentais do mundo, atividade de expressiva importância econômica, mas que gera elevados volumes de resíduos durante o beneficiamento das rochas (Abirochas, 2026), evidenciando a necessidade de alternativas para seu aproveitamento. Paralelamente, o agronegócio brasileiro permanece fortemente dependente da importação de fertilizantes minerais, condição que eleva os custos de produção e aumenta a vulnerabilidade do setor às oscilações do mercado internacional (Globalfert, 2021).

Nesse contexto, o aproveitamento de subprodutos da indústria de rochas ornamentais como fontes alternativas de nutrientes representa uma estratégia alinhada aos princípios da Economia Circular, agregando valor aos resíduos minerais e reduzindo a dependência de insumos externos (Camara et al., 2021). Entretanto, a baixa solubilidade dos minerais presentes nessas rochas limita a disponibilidade dos nutrientes às plantas e, consequentemente, sua eficiência agrônoma. Entre esses nutrientes, destaca-se o boro, micronutriente essencial ao crescimento e ao desenvolvimento vegetal e frequentemente deficiente nos solos brasileiros (Faquin, 2005).

A busca por fontes alternativas de nutrientes para o sistema solo-planta tem adquirido importância estratégica para a agricultura brasileira, sobretudo após as limitações no fornecimento internacional de fertilizantes observadas durante os conflitos entre Rússia e a Ucrânia, que evidenciaram a vulnerabilidade da dependência nacional de insumos importados. Nesse cenário, a avaliação de materiais minerais ricos em boro provenientes de subprodutos da cadeia de rochas ornamentais pode contribuir para o desenvolvimento de alternativas mais sustentáveis, conciliando o aproveitamento de resíduos minerais com a diversificação das fontes de nutrientes para a agricultura.

2. OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a disponibilidade de boro proveniente de um pegmatito, por meio de ensaio de incubação em Areia Normal Brasileira (ANB) nº 50 (ABNT NBR 7214:2015) e em solo argiloso, durante 150 dias, visando compreender a dinâmica temporal do boro disponível e o potencial desse material como fonte alternativa desse micronutriente para a agricultura.

3. METODOLOGIA

O experimento foi conduzido em delineamento fatorial $2 \times 3 \times 6$, constituído por dois substratos (S1: Areia Normal Brasileira nº 50 – ANB e S2: solo argiloso), três doses de pegmatito (D0: 0,00 t ha⁻¹; D1: 20,00 t ha⁻¹; D2: 40,00 t ha⁻¹) e seis épocas de avaliação (EA0, EA30, EA60, EA90, EA120 e EA150), correspondentes a 0, 30, 60, 90, 120 e 150 dias de incubação, respectivamente. O pegmatito foi previamente cominuído conforme a Instrução Normativa MAPA nº 05/2016, sendo utilizado material com 100% das partículas passantes em peneira ABNT nº 50 (< 0,30 mm). As doses foram definidas de forma a ampliar a sensibilidade do ensaio para a avaliação da disponibilidade de boro proveniente do pegmatito durante o período de incubação.

Foram utilizadas quatro repetições, totalizando 36 combinações fatoriais e 144 unidades experimentais. Cada unidade experimental foi constituída por 300 g de substrato previamente seco ao ar, peneirado, homogeneizado ao respectivo tratamento e acondicionado em recipientes plásticos transparentes. O solo argiloso foi previamente caracterizado quanto aos seus atributos físicos e químicos, enquanto a Areia Normal Brasileira foi utilizada conforme especificação da ABNT NBR 7214.

As unidades experimentais permaneceram incubadas em casa de vegetação, sob incidência indireta de luz solar. Durante todo o período experimental, a umidade dos substratos foi mantida em aproximadamente 60% da capacidade de campo, enquanto a temperatura, a umidade relativa do ar e a luminosidade ambiente foram monitoradas continuamente por meio de *datalogger*, com registros realizados a cada 10 minutos. Em todos os recipientes foi mantida uma pequena abertura nas tampas para permitir a troca gasosa com o ambiente.

A cada 30 dias (épocas de avaliação), foram realizadas as análises da disponibilidade de boro no substrato. As análises estatísticas foram realizadas no software R (R Core Team, 2025), por meio de análise de variância (ANOVA), sendo as médias comparadas pelo teste de Scott-Knott ao nível de 5% de probabilidade.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise química do pegmatito por ICP-OES evidenciou teor de 34.664 mg kg⁻¹ de boro (3,5%), confirmando que o material constitui uma fonte expressiva desse micronutriente. Contudo, a presença de elevados teores totais não implica, necessariamente, elevada disponibilidade às plantas, uma vez que essa depende da mineralogia da fonte e dos processos físico-químicos que controlam a liberação e a permanência do elemento na solução do solo. Nesse contexto, a dinâmica da disponibilidade de boro foi avaliada por meio do ensaio de incubação.

As doses de pegmatito influenciaram significativamente ($p < 0,01$) os teores de boro disponível em ambos os substratos avaliados (Tabela 1). Em todas as épocas de avaliação, a aplicação do pegmatito promoveu incremento nos teores de B em relação à testemunha (D0), sendo os maiores valores observados na maior dose aplicada (D2), seguida por D1. Esses resultados demonstram que o pegmatito apresenta boro potencialmente disponível ao sistema, evidenciando seu potencial como fonte alternativa desse micronutriente.

Tabela 1: Disponibilidade de boro em Areia Normal Brasileira (ANB) e solo argiloso submetidos à aplicação de diferentes doses de pegmatito durante 150 dias de incubação.

DOSE	Época de Avaliação (dias)											
	EA0		EA30		EA60		EA90		EA120		EA150	
D0	0,0100	cA	0,0500	cA	0,0325	cA	0,0925	cA	0,0950	cA	0,000	cA
D1	0,6025	bA	0,3425	bB	0,3700	bB	0,6525	bA	0,4125	bB	0,2600	bB
D2	1,0450	aA	0,7700	aB	0,8275	aB	0,9525	aA	0,7000	aB	0,6450	aB
F	45.3989**											
CV%	23.62											

DOSE	Época de Avaliação (dias)											
	EA0		EA30		EA60		EA90		EA120		EA150	
D0	0,2400	cA	0,3400	cA	0,2525	cA	0,2475	cA	0,3475	bA	0,1700	cA
D1	0,6400	bA	0,5575	bA	0,5400	bA	0,5350	bA	0,5250	bA	0,4300	bA
D2	1,3750	aA	0,8575	aB	0,8575	aB	0,9050	aB	0,8950	aB	0,6725	aC
F	25.5240**											
CV%	21.49											

Médias seguidas pela mesma letra, minúsculas na coluna e maiúsculas na linha, não diferem entre si pelo teste de Scott-Knott ($p \leq 0,05$). Foi aplicado o Teste de Scott-Knott ao nível de 5% de probabilidade.

** significativo ao nível de 1% de probabilidade ($p < 0,01$).

* significativo ao nível de 5% de probabilidade ($0,01 \leq p < 0,05$).

^{ns} não significativo ($p \geq 0,05$).

Entretanto, a dinâmica da disponibilidade de boro observada durante os 150 dias de incubação não evidenciou comportamento compatível com uma fonte de liberação gradual. Tanto na Areia Normal Brasileira quanto no solo argiloso, os maiores teores de B disponível foram registrados na instalação do experimento (EA0), especialmente na dose D2, seguidos por oscilações e, de maneira geral, tendência de redução ao longo do período de incubação (Figura 1). Apesar das variações observadas entre as épocas de avaliação, não ocorreu incremento progressivo da disponibilidade de B, indicando que o pegmatito não promoveu aumento contínuo da fração disponível do micronutriente nas condições avaliadas.

É importante destacar que este estudo avaliou a fração operacionalmente disponível de boro, determinada pelo método de análise de solo, e não o teor total do elemento presente no sistema. Assim, a redução dos teores de B disponível ao longo da incubação não deve ser interpretada como perda do nutriente, uma vez que o experimento foi conduzido em sistema fechado, sem possibilidade de lixiviação. Os resultados sugerem, portanto, que ocorreu redistribuição do boro entre diferentes compartimentos do sistema, reduzindo a fração prontamente disponível sem, necessariamente, alterar seu conteúdo total.

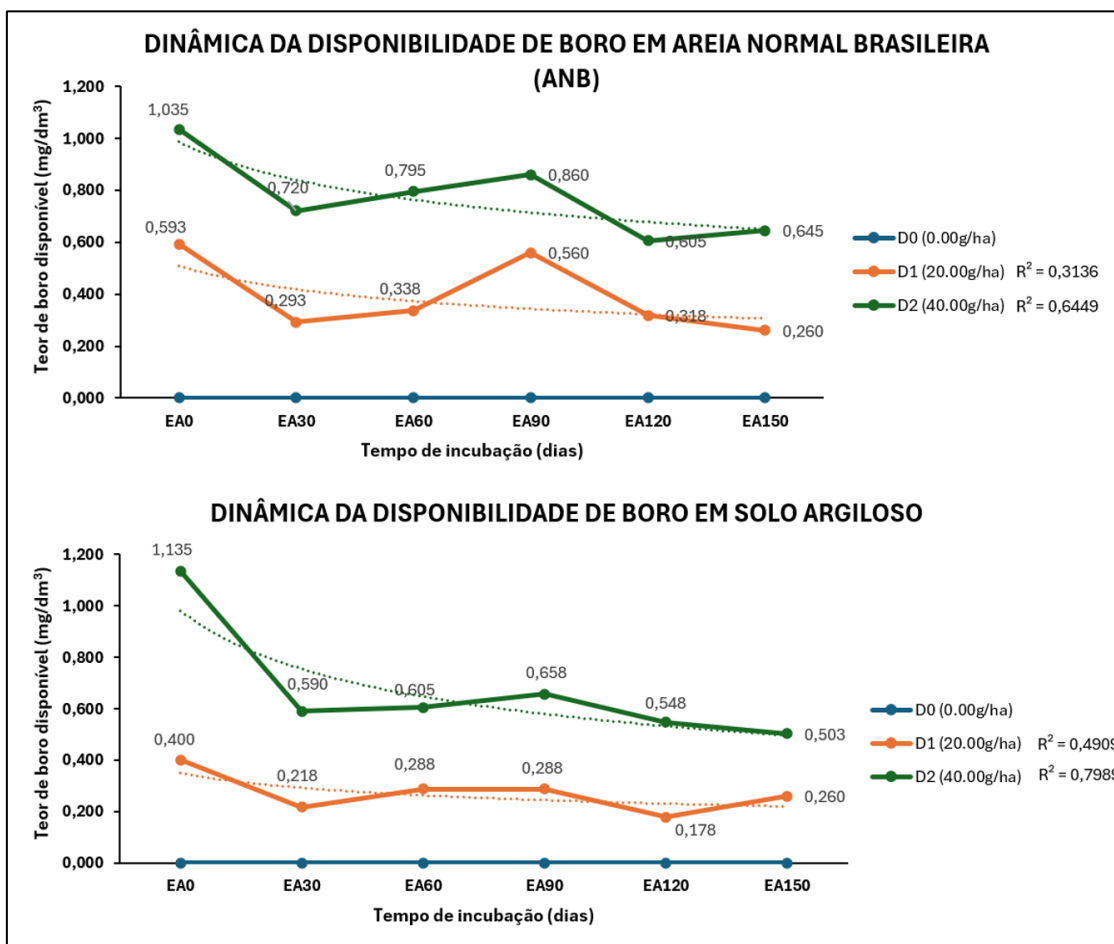


Figura 1: Dinâmica da disponibilidade de boro em Areia Normal Brasileira (ANB) e solo argiloso após a aplicação de diferentes doses de pegmatito durante 150 dias de incubação.

Esse comportamento pode ser explicado pela natureza mineralógica do pegmatito. O boro encontra-se predominantemente associado a minerais borossilicáticos, nos quais está incorporado à estrutura cristalina e depende do intemperismo para sua liberação. Dessa forma, após a disponibilização da fração mais lábil do material, o sistema tende a estabelecer um novo equilíbrio entre as fases sólida e líquida, reduzindo a concentração de boro prontamente extraível. Além da limitada dissolução do mineral, processos como adsorção específica às superfícies minerais, difusão para sítios menos acessíveis e envelhecimento químico provavelmente contribuíram para a redução da disponibilidade do elemento ao longo do tempo.

As oscilações observadas durante a incubação também podem estar relacionadas às alterações do pH dos substratos decorrentes da aplicação do pegmatito. A disponibilidade de boro é fortemente influenciada pelo potencial hidrogeniônico do meio, uma vez que modificações no pH alteram os processos de adsorção e dessorção do elemento nas superfícies minerais. Assim, variações no pH ao longo da incubação podem ter modificado temporariamente o equilíbrio entre o boro presente na solução e aquele retido na fase sólida, contribuindo para as flutuações observadas nos teores determinados analiticamente.

Embora o solo argiloso apresente maior capacidade de retenção de boro em razão de sua maior superfície específica e da presença de óxidos de ferro e alumínio, o comportamento temporal foi semelhante ao observado na Areia Normal Brasileira. Em ambos os substratos, verificou-se incremento inicial da disponibilidade de B após a aplicação do pegmatito, seguido por estabilização ou redução dos teores durante o período experimental. Esses resultados sugerem que, nas condições avaliadas, a mineralogia da fonte exerceu maior influência sobre a disponibilidade do boro do que as diferenças texturais entre os substratos.

De forma geral, os resultados evidenciam que o pegmatito apresenta capacidade de disponibilizar boro imediatamente após sua aplicação, porém não evidenciam aumento progressivo da disponibilidade desse micronutriente durante os 150 dias de incubação. Esse comportamento indica que a fração inicialmente disponível representa apenas uma parcela do boro presente no material, permanecendo a maior parte do elemento retida na estrutura mineral e, conseqüentemente, indisponível em curto prazo.

5. CONCLUSÃO

O pegmatito apresentou capacidade de disponibilizar boro imediatamente após sua aplicação, evidenciando seu potencial como fonte alternativa desse micronutriente. No entanto, a dinâmica da disponibilidade de boro durante os 150 dias de incubação não evidenciou aumento progressivo dos teores disponíveis, indicando ausência de liberação gradual nas condições avaliadas. Esses resultados demonstram que o material apresenta uma fração de boro prontamente disponível, enquanto a maior parte do elemento permanece retida na estrutura mineral ou em formas menos disponíveis ao longo do período de incubação.

6. AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica; ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), em especial, à equipe do Laboratório Multiusuário de Solos (LABSOL), pelo suporte técnico; aos pesquisadores Leonardo Silveira e Guilherme Camara, pela orientação da pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIROCHAS - Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais. Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais: Informe 06/2026. Brasília: Abirochas, 2026.

BRASIL. Instrução Normativa número 5, de 10 de março de 2016: estabelece as regras sobre definições, classificação, especificações e garantias, tolerâncias, registro, embalagem, rotulagem e propaganda dos remineralizadores e substratos para plantas, destinados à agricultura. Brasília: Governo Federal; 2016.

CAMARA, G. R.; FAITANIN, B. X.; SILVEIRA, L. L. L.; CHIODI FILHO, C.; SANTOS, E. S. Utilização de rochas ornamentais ricas em minerais potássicos como fonte alternativa de insumo agrícola via rochagem – Parte I. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2021.

FAQUIN, V. Nutrição mineral de plantas. Lavras: UFLA/FAEPE, 2005.

GLOBALFERT. Outlook GlobalFert 2021: 2º reporte anual do mercado de fertilizantes – 2021. Brasília: GlobalFert, 2021.

R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2025.

CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL, TÉRMICA E RENDIMENTO DE BIOFLOCULANTES EXTRAÍDOS DE PALMA FORRAGEIRA

STRUCTURAL, THERMAL AND YIELD CHARACTERIZATION OF BIOFLOCCULANTS EXTRACTED FROM FORAGE PALM

Gustavo Felipe da Silva

Aluno de Graduação de Engenharia Química, 12º período
Universidade do Estado do Rio de Janeiro
PIBITI/CETEM: Fevereiro de 2026 a Agosto de 2026
silva.gustavo_1@graduacao.uerj.br

Sílvia Cristina Alves França

Orientadora, Engenheira Química, D.Sc.
sfranca@cetem.gov.br

Antonio Gutiérrez Merma

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
amerma@cetem.gov.br

RESUMO

Este estudo avaliou o impacto dos métodos de precipitação etanólica e liofilização nas propriedades estruturais, térmicas e no rendimento da mucilagem de palma forrageira (*Opuntia ficus-indica* L.) visando sua aplicação como biofloculante. Após a extração aquosa por maceração, a mucilagem foi isolada por: precipitação etanólica e seca em estufa a 40°C ou apenas por liofilização, sendo caracterizada por FTIR, TGA/DTG e rendimento. A análise de FTIR revelou que a liofilização preservou os grupos funcionais originais da planta, sugerindo que a precipitação reduziu seletivamente carbonilas e carboxilatos. O TGA/DTG mostrou que o extrato precipitado apresentou uma degradação térmica simplificada em apenas duas etapas, enquanto o liofilizado degradou-se em cinco etapas, refletindo uma mistura multicomponente complexa. O rendimento da liofilização mostrou-se superior, alcançando 0,488% em comparação com 0,025% da precipitação etanólica. Conclui-se que a liofilização mostrou maior preservação estrutural e recuperação dos compostos hidrossolúveis da palma e maior rendimento.

Palavras chave: *Opuntia ficus-indica*, biofloculante, liofilização.

ABSTRACT

This study evaluated the impact of ethanolic precipitation and freeze-drying methods on the structural and thermal properties, as well as the yield, of forage palm mucilage (*Opuntia ficus-indica* L.) aiming for its application as a biofloculant. Following aqueous extraction by maceration, the mucilage was isolated either by ethanolic precipitation (followed by oven drying at 40°C) or by freeze-drying alone, and then characterized by FTIR, TGA/DTG, and extraction yield. FTIR analysis revealed that freeze-drying preserved the original functional groups of the plant, whereas precipitation selectively reduced carbonyls and carboxylates. TGA/DTG showed that the precipitated extract exhibited a simplified thermal degradation in only two stages, while the freeze-dried extract degraded in five stages, reflecting a complex multi-component mixture. The freeze-drying yield proved to be superior, reaching 0.488% compared to 0.025% for ethanolic precipitation. In conclusion, freeze-drying proved to be more effective for the structural preservation and recovery of the palm's water-soluble compounds, as well as providing higher yields.

Keywords: *Opuntia ficus-indica*, biofloculant, freeze-drying.

1. INTRODUÇÃO

O tratamento de efluentes fundamenta-se tradicionalmente em coagulantes e floculantes sintéticos ou inorgânicos como a poliacrilamida, contudo, preocupações ambientais e de saúde pública surgem devido à carcinogenicidade e neurotoxicidade de monômeros residuais de acrilamida (Tepe; Çebi, 2019). Nesse cenário, os biofloculantes vegetais, como a mucilagem de *Opuntia ficus-indica* L., composta por polissacarídeos complexos e frações proteicas (Da Costa et al., 2025), emergem como alternativas atóxicas, biodegradáveis e renováveis (Yin, 2010). Tais macromoléculas promovem a aglomeração e sedimentação de partículas coloidais por mecanismos como neutralização de cargas e ponte polimérica através de seus grupos funcionais (Koul et al., 2022). Contudo, dada a sua complexidade estrutural, a caracterização por FTIR é essencial para identificar variações funcionais estruturais entre os diferentes tratamentos, enquanto a análise térmica (TGA) integra a caracterização do material ao avaliar a estabilidade da matriz e sua viabilidade para outros métodos e condições de secagem, permitindo prever seus mecanismos de atuação e aplicação.

Apesar das vantagens ambientais, o extrato aquoso bruto de mucilagem *In Natura* apresenta alto teor de água e elevadas taxas de matéria orgânica, o que o torna altamente susceptível à proliferação microbiana e à degradação biológica em curto tempo de armazenamento. Assim, a secagem por liofilização torna-se indispensável para remover a umidade livre, inibindo a rápida degradação microbiológica, permitindo estender a vida útil do material (Nakra; Tripathy; Srivastav, 2025) e garantir a conservação de suas propriedades estruturais originais sem alterações significativas. Além disso, viabiliza o armazenamento em pó, o que facilita o transporte, o manuseio e a padronização das doses para a aplicação em escala.

2. OBJETIVOS

Avaliar a influência de diferentes métodos de obtenção da mucilagem de palma forrageira (precipitação etanólica e liofilização) no rendimento e nas propriedades estruturais e térmicas do material para aplicação como biofloculante.

3. METODOLOGIA

3.1. Coleta e Preparo da Matéria-prima

Os cladódios de *Opuntia ficus indica* L. foram higienizados, sanitizados com NaClO (15 mL/L) e enxaguados. Uma fração foi reservada para análise in natura.

3.2. Processamento e Extração da Mucilagem

O restante do material higienizado foi cortado em cubos e submetido à extração aquosa por maceração, utilizando água destilada na proporção 1:1 (m/v) à temperatura ambiente (~25°C). Após 72 h, o extrato bruto foi recuperado por meio de filtração a vácuo, esse procedimento foi realizado para cada tratamentos subsequente.

Para o extrato precipitado, o etanol comercial foi vertido no extrato aquoso na proporção volumétrica de 1:1 (v/v) sob agitação constante para promover a precipitação da mucilagem. O precipitado foi isolado por filtração, transferido para placas de Petri e seco em estufa com circulação de ar a 40°C por 24 h.

Para o extrato liofilizado, o extrato aquoso foi previamente congelado a -80 °C e, em seguida, submetido à secagem por sublimação em um liofilizador (Modelo L101, Liotop), operando sob vácuo. O biofloculante em pó obtido foi armazenado em dessecador até o momento das análises.

3.3. Caracterização dos Biofloculantes

As análises de FTIR foram realizadas em um espectrômetro Frontier (PerkinElmer) utilizando um acessório de Refletância Atenuada Total (ATR) com cristal de germânio. Os espectros foram obtidos na região de 4000 a 650 cm⁻¹, com resolução de 4 cm⁻¹ e acúmulo de 256 varreduras, operando em temperatura ambiente.

As análises de termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG) foram executadas em um analisador térmico simultâneo (Modelo STA, Netzsch). As amostras foram aquecidas de 25 a 600 °C sob taxa de aquecimento de 5 °C/min, utilizando atmosfera de gás nitrogênio (N₂).

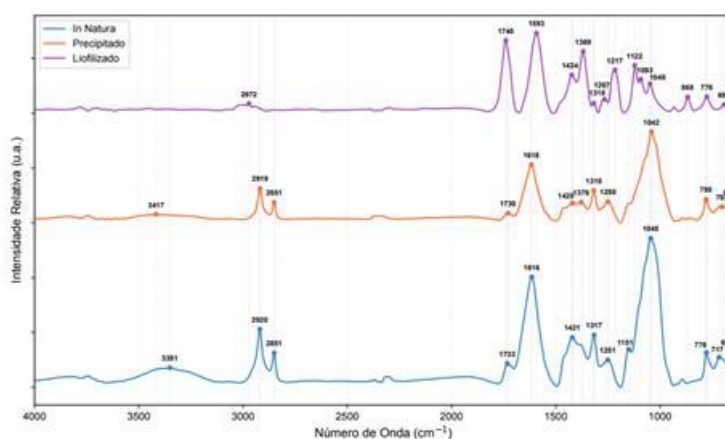
3.4. Determinação do Rendimento do Processo

O rendimento de extração do biofloculante para os tratamentos Precipitado e Liofilizado foi determinado com base na relação entre a massa seca obtida ao final do processo e a massa inicial de cladódios de palma utilizada em cada extração. O cálculo expressa o percentual de matéria seca recuperada em relação à matéria-prima integral (*In natura*), sendo realizado por meio da equação.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análise por Espectroscopia no Infravermelho (FTIR)

Os espectros das amostras *In natura*, Precipitado e Liofilizado mostram diferenças estruturais e conformacionais significativas em razão dos métodos de extração, ainda apresentando as bandas características de materiais lignocelulósicos e polissacarídicos vegetais reportados para o gênero *Opuntia* (Mannai et al., 2024).



4.2. Análise Termogravimétrica (TGA/DTG)

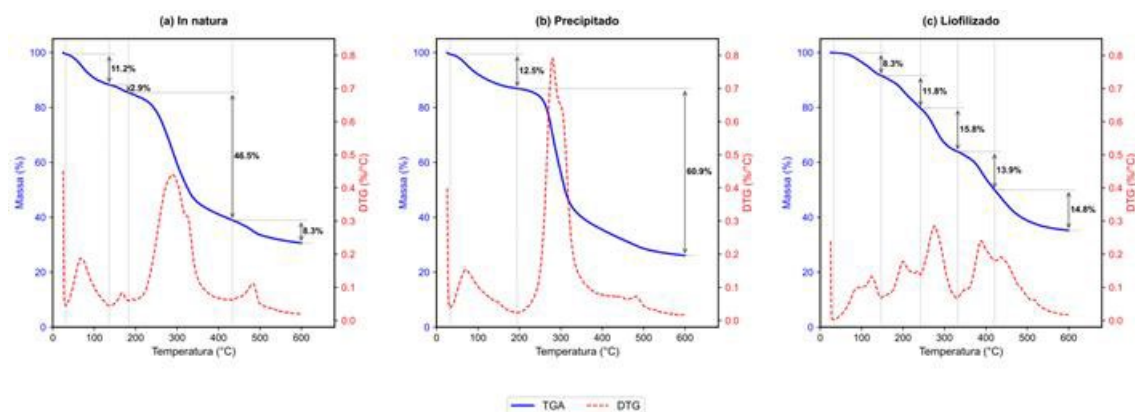


Figura 2: Análises de TGA/DTG para amostra *In Natura*, Precipitada e Liofilizada.

As curvas TGA/DTG revelam que o método de isolamento influencia a estabilidade e a complexidade molecular da mucilagem. O primeiro evento térmico ($< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$) em todas as amostras refere-se à evaporação da água livre e ligada (Nkosi; Tabit, 2026), com menor perda na amostra liofilizada (8,3%) comparada à precipitada (12,5%), sugerindo uma maior eficiência de secagem por sublimação.

O evento principal de decomposição ($200\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$) corresponde à depolimerização dos polissacarídeos (Da Costa et al., 2025). O extrato precipitado exibiu um comportamento térmico altamente homogêneo, realizado em apenas duas etapas, com uma degradação de 60,9% concentrada em $\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ e menor resíduo a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ (26,6%). Isso sugere que a adição de etanol tenha promovido o isolamento seletivo de uma fração polissacarídica purificada e de composição uniforme. Em contrapartida, o extrato liofilizado apresentou decomposição em cinco estágios distintos, gerando 34,0% de resíduo final. Esse perfil multicomponente confirma que a liofilização manteve as propriedades e a integridade da matriz original sem causar degradações estruturais (Nkosi; Tabit, 2026).

4.3. Determinação do Rendimento do Processo

A partir de 500 mL de extrato aquoso bruto para cada tratamento a partir de uma massa inicial de aproximadamente 800 g de cladódios de palma forrageira *In Natura*. Após a aplicação dos respectivos métodos de purificação e secagem, a massa final de material seco obtida para o tratamento precipitado foi de 0,2 g (rendimento de 0,025%) e o tratamento liofilizado produziu 3,9 g (rendimento de 0,488%).

A precipitação por via etanólica sugere uma maior seletividade, isolando uma fração específica dos componentes originais. Por outro lado, a liofilização direta do extrato aquoso sugere a preservação e conservação da totalidade dos solutos polares e compostos hidrossolúveis originalmente presentes no extrato aquoso.

Os baixos rendimentos observados para ambos os métodos são atribuídos, principalmente, à natureza dos cladódios de *Opuntia ficus-indica*, que possuem elevado teor de umidade, 75–90% da massa *In Natura* (Inglese et al., 2017), dependendo da temporada, e remoção da casca.

5. CONCLUSÕES

As análises estruturais e térmicas sugerem que as rotas de obtenção influenciam diretamente a composição e a complexidade das matrizes extraídas. Enquanto a precipitação etanólica sugere uma maior seletividade na purificação seletiva da fração polissacarídica, a liofilização preservou com maior fidelidade a integridade estrutural, a diversidade de grupos funcionais e a complexidade da matriz vegetal original.

A liofilização demonstrou uma eficiência de recuperação de matéria seca superior à via etanólica. Portanto, a liofilização sugere-se como a rota mais promissora para a obtenção da mucilagem de *Opuntia ficus-indica*, sendo recomendada para estudos posteriores voltados à aplicação no tratamento de efluentes como biofloculante, com a realização de ensaios de sedimentação para confirmar se os métodos de obtenção e as variações estruturais observadas causam impacto direto na eficiência de floculação e o efeito do tempo de vida do material devido a rápida degradação da palma.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela concessão da bolsa de Iniciação Científica, aos meus orientadores, à equipe técnica e à infraestrutura disponibilizada para a realização deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DA COSTA, Erivaldo P. *et al.* Rheological synergy between *Opuntia cochenillifera* mucilage and xanthan gum: application of cactus biomass as an additive for water-based drilling fluids. *Journal of Molecular Liquids*, v. 435, p. 128133, out. 2025.

INGLESE *et al.* Crop ecology, cultivation and uses of cactus pear. *[S.l.: S.n.]*.

KOUL, Bhupendra *et al.* Application of Natural Coagulants in Water Treatment: A Sustainable Alternative to Chemicals. *Water*, v. 14, n. 22, p. 3751, 18 nov. 2022.

MANNAI, Faten *et al.* Comparative study of conventional and combined ultrasound-assisted methods on the quality of mucilage extracted from *Opuntia ficus-indica* cladodes. *Industrial Crops and Products*, v. 214, p. 118566, ago. 2024.

NAKRA, Sarthak; TRIPATHY, Soubhagya; SRIVASTAV, Prem Prakash. Drying as a preservation strategy for medicinal plants: Physicochemical and functional outcomes for food and human health. *Phytomedicine Plus*, v. 5, n. 2, p. 100762, maio 2025.

NKOSI, Nelly Virginia; TABIT, Frederick Tawi. Aqueous extraction optimisation of okra (*Abelmoschus esculentus*) mucilage for food processing applications: rheological, FTIR, and TGA characterisation. *Journal of Food Measurement and Characterization*, v. 20, n. 5, p. 7592-7608, maio 2026.

TEPE, Yalçın; ÇEBİ, Ayşegül. Acrylamide in Environmental Water: A Review on Sources, Exposure, and Public Health Risks. *Exposure and Health*, v. 11, n. 1, p. 3-12, mar. 2019.

YIN, Chun-Yang. Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment. *Process Biochemistry*, v. 45, n. 9, p. 1437-1444, set. 2010.

VALIDAÇÃO DE UMA METODOLOGIA INTEGRADA E DE BAIXO CUSTO PARA A AVALIAÇÃO DA APLICABILIDADE DE PRÉ-CONCENTRAÇÃO: UM ESTUDO DE CASO PARA MINÉRIO DE CROMO

METHODOLOGY FOR ASSESSING THE APPLICABILITY OF PRE-CONCENTRATION USING SMALL SAMPLE MASSES: A CASE STUDY FOR CHROMIUM ORE

Helena Freitas Norkus

Aluna de Graduação do 7º período Química Industrial
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: agosto de 2025
helenanorkus@eq.ufrj.br

Júlia Guimarães Sanches

Orientadora, Engenharia Mineral, M.Sc.
jsanches@cetem.gov.br

Maurício Guimarães Bergerman

Coorientador, Engenharia Mineral, D.Sc.
mbergerman@usp.br

RESUMO

A diminuição dos teores e a maior complexidade dos minérios têm levado à necessidade de circuitos de beneficiamento mais elaborados, resultando no aumento dos custos de implementação e operação. Uma das alternativas para redução desses custos é a pré-concentração, que busca eliminar material com pouco ou nenhum mineral de minério antes da moagem. Porém, não há uma metodologia capaz de avaliar a aplicação da pré-concentração utilizando pouca massa nos ensaios, de modo a ser aplicada em etapas iniciais de projetos e para pequenas mineradoras. Este trabalho visa caracterizar um minério de cromo apenas com técnicas não destrutivas, de modo a observar a viabilidade do uso de pré-concentração. Foram analisadas 100 partículas individualmente em duas amostras de alimentação de diferentes pontos do circuito industrial, uma de teor mais elevado e outra de teor mais baixo, avaliando massa específica, suscetibilidade magnética, mapeamento elementar por microfluorescência de raios X (μ FRX) e teor por fluorescência de raios X portátil (p-FRX). Nenhum parâmetro isolado foi suficiente para classificar as partículas, sendo necessária a avaliação conjunta e sequencial das técnicas realizadas. Essa abordagem resultou em 49 partículas classificadas como minério e 51 como estéril na amostra de maior teor, e 11 como minério e 89 como estéril na amostra de menor teor, mostrando o potencial da metodologia para a avaliação de pré-concentração.

Palavras chave: Pré-concentração; minério de cromo; técnicas não destrutivas.

ABSTRACT

The decline in ore grades and the increasing complexity of orebodies have led to the need for more elaborate beneficiation circuits, resulting in higher implementation and operational costs. One alternative for reducing these costs is pre-concentration, which seeks to eliminate material with little or no ore mineral content prior to grinding. However, there is no methodology capable of assessing the applicability of pre-concentration using small sample masses, so that it can be applied in early project stages and by small mining companies. This work aims to characterize a chromium ore using only non-destructive techniques, in order to assess the feasibility of applying pre-concentration. 100 particles were individually analyzed in two feed samples from different points of the industrial circuit, one of higher grade and one of lower grade, evaluating specific gravity, magnetic susceptibility, elemental mapping by X-ray

microfluorescence (μ XRF), and grade by portable X-ray fluorescence (p-XRF). No single parameter was sufficient to classify the particles, requiring a joint and sequential evaluation of the techniques performed. This approach resulted in 49 particles classified as ore and 51 as waste in the higher-grade sample, and 11 as ore and 89 as waste in the lower-grade sample, demonstrating the potential of the methodology for pre-concentration assessment.

Keywords: Pre-concentration; chromium ore; non-destructive techniques.

1. INTRODUÇÃO

Com o passar dos anos e o aumento populacional, houve um aumento do consumo de bens minerais. Esse fato somado à queda dos teores dos minérios, resultou no uso de materiais de processamento cada vez mais complexo com, por exemplo, liberação mais fina (NORGATE; HAQUE, 2013; BEARMAN, 2013), tornando o beneficiamento mais custoso.

A pré-concentração surge como uma opção de viabilização de novos projetos ou prolongamento da vida útil de operações existentes. Trata-se da inserção de uma separação antes da moagem, de modo a rejeitar a parcela do material com nenhum ou quase nenhum teor do mineral de interesse, ainda em granulometria grossa. Diversas técnicas podem ser empregadas, como peneiramento, separação magnética ou densitária e sensores *ore sorters* (SANCHES; BERGERMAN, 2024).

A transição energética destacou os minerais críticos e estratégicos: substâncias de alta relevância econômica e tecnológica, cuja oferta é considerada vulnerável quanto ao fornecimento (IBRAM, 2025). No Brasil, o cromo é um mineral estratégico (ANM, 2025), e a FERBASA é a única produtora de ferroligas de cromo. Ela utiliza pré-concentração em sua operação industrial (SAMPAIO; LUZ; LINS, 2001; SARUBBI et al., 2024), tornando-se um relevante estudo de caso.

O uso da pré-concentração, contudo, demanda estudos técnicos e econômicos detalhados, que tradicionalmente requerem altos volumes de amostra e de investimentos (DUNCAN; DEGLON, 2022; NORTHERN MINER, 2022). Isso, muitas vezes, torna inviável sua avaliação em estágios iniciais de projeto. Diante disso, metodologias simplificadas, baseadas em técnicas não destrutivas de análise química, têm sido investigadas como forma de contornar essa limitação, permitindo o uso das mesmas partículas em múltiplos ensaios (SANCHES et al., 2025).

2. OBJETIVOS

O objetivo deste projeto de pesquisa foi validar uma metodologia simplificada e de baixo custo com o propósito de avaliar a aplicabilidade de operações de pré-concentração. Para tal, foi realizado um estudo de caso com um minério de cromita.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O material de estudo é um minério de cromo do Complexo de Jacurici, tendo a cromita como mineral de interesse e silicatos e óxidos de ferro como ganga. As amostras foram coletadas na alimentação, concentrado e rejeito em duas etapas do circuito: RX03 e RX05/06. Foram seis pontos amostrados. As amostras da alimentação foram britadas de maneira estagiada em circuito fechado na faixa granulométrica de 22,4+19,1 mm e 100 partículas foram selecionadas por pilha alongada, lavadas com água deionizada, secas a 100°C e numeradas sequencialmente.

Como referência, uma alíquota de cada amostra foi pulverizada ($<75\ \mu\text{m}$) e analisada por FRX em equipamento PANalytical Axios Max (pastilhas fundidas). A mineralogia foi avaliada por DRX pelo método do pó (Bruker D4 Endeavor, radiação Co K α , 35 kV/40 mA, goniômetro de 5° a 80° 2 θ , passo de 0,02° e 1 s/passos), utilizando o software Bruker AXS Diffrac.Plus com a base PDF02 (ICDD, 2006).

A massa e massa específica foram medidas em triplicata em balança Shimadzu AY220 com kit hidrostático.

Para as 100 partículas de cada amostra foi realizada a fluorescência de raios X portátil (p-FRX) com espectrômetro Bruker Tracer 5i (ânodo de Rh, spot de 8 mm), operando no modo GeoMining OxideConcentrations (6–50 kV; 4,5–200 μ A). Quatro medidas foram realizadas em pontos distintos de cada partícula, sendo o teor final determinado pela média aritmética das leituras.

A suscetibilidade magnética das partículas foi medida com um Kappameter portátil (modelo KT-9, Exploranium G.S. Limited), equipado com um oscilador LC de 10 kHz e sensibilidade de leitura de 1×10^{-5} unidades SI (Exploranium G.S. Limited, 1997). Como o equipamento fornece a leitura em suscetibilidade volumétrica (valor adimensional), foi necessário convertê-la em suscetibilidade magnética específica (χ específica) para possibilitar a comparação com a mineralogia das partículas. Para isso, o valor lido foi multiplicado por um fator de 1000 e por 4π , ajustando-o à ordem de grandeza (10^{-6}) e ao sistema de unidades usados na literatura (PARFENOFF et al., 1970), e em seguida dividido pela massa específica de cada partícula, obtendo assim o valor normalizado por massa.

O mapeamento elementar superficial foi executado em espectrômetro de microfluorescência de raios X (μ FRX) M4 Tornado Plus – Bruker (50 kV, 600 μ A, 10 ms/pixel, pixel de 200 μ m), em grupos de 33–34 partículas fixadas com massa adesiva de polibutileno. Os mapas elementares de cromo gerados pelo μ FRX foram processados no ImageJ: cada partícula foi delimitada com a ferramenta Freehand (ROI manager) e, sobre o mapa de Cr, foi usada a função Color Threshold (Hue 0–20, Saturation 100–255, Brightness 50–255) para segmentar seletivamente o a cor referente ao cromo. A área foi quantificada e convertida em teor químico pelo fator estequiométrico da cromita.

A análise dos dados foi realizada com o auxílio de programação a partir de linguagem Python por meio do software Jupyter Notebook, para a geração de gráficos de correlações e outras ferramentas estatísticas dos resultados.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 1 apresenta os teores médios de Cr nas três técnicas utilizadas - FRX Clássico, Microfluorescência da raios X/ImageJ e FRX Portátil.

Tabela: Informações de teores das técnicas utilizadas.

	RX03			RX05/06		
	μ FRX	p-FRX	FRX	μ FRX	p-FRX	FRX
Teor mínimo (%)	0,00	0,02	-	0,00	0,00	-
Teor máximo (%)	45,80	23,42	-	45,43	20,73	-
Teor médio calculado (%)	21,26	9,01	-	4,57	1,94	-
Teor analisado (%)	-	-	12,11	-	-	4,04

Como mostra a Tabela 1, a μ FRX superestima os teores em relação à p-FRX, tanto no valor médio quanto no máximo. Para quantificar o Cr a partir das imagens do ImageJ, os percentuais de cromita foram convertidos por estequiometria (fator 0,46459). Em ambas as amostras, a razão entre o teor médio de Cr obtido por μ FRX e por p-FRX foi de 2,36, sugerindo uma relação proporcional constante entre os dois métodos.

Para avaliar a relação entre o teor de Cr no p-FRX e as demais variáveis não destrutivas, foram construídos os gráficos de dispersão da: Figura 1: suscetibilidade magnética específica, Figura 2: massa específica e Figura 3: teor de Cr por μ FRX/ImageJ.

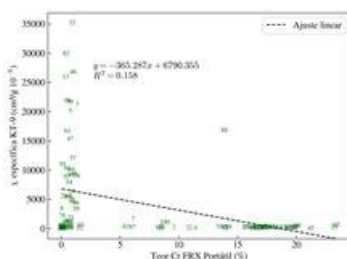


Figura 1: Gráfico de dispersão suscetibilidade magnética e teor de Cr determinado por FRX portátil na amostra RX03.

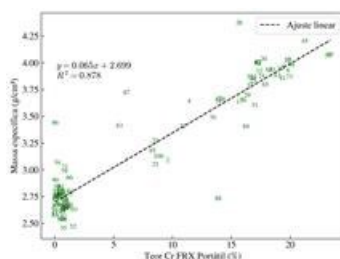


Figura 2: Gráfico de dispersão massa específica e teor de Cr determinado por FRX portátil na amostra RX03.

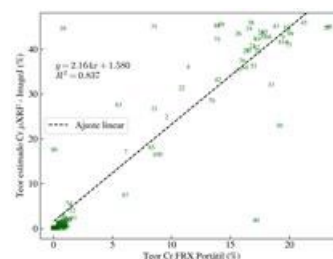


Figura 3: Gráfico de dispersão pFRX x μFRX para amostra RX03.

A classificação das partículas em minério e estéril foi construída a partir da avaliação conjunta e sequencial de três critérios: suscetibilidade magnética, massa específica e teor de Cr (p-FRX e μFRX).

Como primeiro critério, avaliou-se a suscetibilidade magnética, que apresentou correlação baixa com o teor de Cr ($R^2 = 0,158$) (Figura 1), provavelmente pela presença de magnetita, mineral que compõe a ganga e possui resposta magnética muito maior que a da cromita. A cromita apresenta suscetibilidade magnética média de $100 \text{ cm}^3/\text{g } 10^{-6}$, enquanto a magnetita varia entre $20.000 \text{ cm}^3/\text{g } 10^{-6}$ e $80.000 \text{ cm}^3/\text{g } 10^{-6}$. Observou-se no gráfico uma faixa específica onde partículas com alta suscetibilidade magnética também apresentaram baixa massa específica e menor teor de Cr, indicando a presença de magnetita associada à ganga. Com base nesse padrão, adotou-se um corte em $7.500 \text{ cm}^3/\text{g } 10^{-6}$ na suscetibilidade magnética: valores acima desse limite foram considerados estéril.

Como segundo critério, aplicou-se a massa específica sobre as partículas classificadas como minério pela suscetibilidade: aquelas com massa específica abaixo de 3 g/cm^3 foram consideradas estéril. Esse critério é consistente com a diferença de densidade entre a cromita ($\sim 4,8 \text{ g/cm}^3$) (WEBMINERAL, 2026) e os principais minerais de ganga da amostra, como quartzo e serpentina ($\sim 2,6\text{--}2,7 \text{ g/cm}^3$): partículas mais densas tendem a apresentar maior teor de Cr, o que se confirma na correlação entre massa específica e teor de Cr por p-FRX (Figura 2), de $R^2 = 0,878$ na RX03 e $R = 0,761$ na RX05/06.

Por fim, como terceiro critério, o teor de Cr foi avaliado por p-FRX e μFRX, técnicas que apresentaram boa correlação entre si (Figura 3): $R^2 = 0,837$ na RX03 e $R^2 = 0,875$ na RX05/06), consistente com a razão proporcional identificada na Tabela 1. A partir do mapeamento superficial de Cr por μFRX, em conjunto com o teor de p-FRX, aplicou-se o critério de classificação por teor ($< 3\%$ estéril; $3\text{--}7\%$ intermediário; $> 7\%$ minério reprocessável): partículas com detecção de Cr na superfície mapeada e teor de p-FRX de acordo com o critério adotado foram consideradas minério.

Essa análise conjunta resultou em 49 partículas classificadas como minério e 51 como estéril na RX03, e 11 como minério e 89 como estéril na RX05/06, amostra de teor consideravelmente mais baixo. Na RX03, foi rejeitada uma massa de 42,5%, elevando o teor do concentrado de 9,01% para 15,07% de Cr, com recuperação metalúrgica de 96,16%. Já na RX05/06, foi rejeitada uma massa ainda maior, de 87,1%, e mesmo com uma recuperação metalúrgica mais baixa (68,78%), explicada pelo teor de alimentação já ser baixo, o teor do concentrado subiu de 1,94% para 10,33% de Cr.

Os resultados indicam que as técnicas não destrutivas avaliadas apresentam potencial para serem utilizadas de forma complementar ou substituível entre si na etapa de avaliação de pré-concentração, permitindo a escolha do método mais acessível ou mais adequado às condições do material estudado.

5. CONCLUSÕES

Os resultados apresentaram boa identificação das propriedades intrínsecas das partículas por meio de técnicas não destrutivas. Observou-se, porém, que nenhum parâmetro isolado foi suficiente para classificar as partículas em minério e estéril, sendo necessária uma avaliação conjunta das técnicas. Essa abordagem combinada resultou em 49 partículas classificadas como minério e 51 como estéril na RX03, e 11 como minério e 89 como estéril na RX05/06, com recuperação metalúrgica de 96,2% e 68,8%, respectivamente, reforçando o potencial da metodologia.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer à FERBASA pela doação das amostras utilizadas na pesquisa, ao SCT/COAMI e ao CORON do CETEM pela parceria e pelo fornecimento dos equipamentos necessários para os ensaios experimentais. Os autores também agradecem aos pesquisadores Dr. Carlos Oba e Prof. Dr. Weslei Ambrós pelo apoio acadêmico durante o desenvolvimento deste estudo. Os autores agradecem à CAPES pela bolsa de doutorado (Processo nº 88887.842560/2023-00) e ao CNPq pela bolsa PIBIC (Processo nº 185899/2025-0). Este trabalho também foi apoiado pelo CNPq por meio de bolsa DT (nº 313411/2019) e bolsa de pós-doutorado (nº 200298/2022-4), bem como pela FAPESP por meio de bolsa BPE (nº 2021/11923-9).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). *Anuário Mineral Brasileiro: principais substâncias metálicas*. Brasília, DF: ANM, 2025. 55p.

BEARMAN, R.A. Step change in the context of comminution. *Minerals Engineering*, v.43-44, p.2-11, 2013. DOI: 10.1016/j.mineng.2012.06.010.

DUNCAN, M.; DEGLON, D. A methodology to determine the potential for particulate ore sorting based on intrinsic particle properties. *Minerals*, v.12, n.5, art.630, 2022. DOI: 10.3390/min12050630.

INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). *Minerais críticos e estratégicos no Brasil: um passaporte para o futuro*. Brasília, DF: IBRAM, 2025. 268p.

MURTHY, Y.R.; TRIPATHY, S.K.; KUMAR, C.R. Chrome ore beneficiation challenges & opportunities – A review. *Minerals Engineering*, v.24, p.375-380, 2011.

NORGATE, T.; HAQUE, N. The greenhouse gas impact of IPCC and ore-sorting technologies. *Minerals Engineering*, v.42, p.13-21, 2013. DOI: 10.1016/j.mineng.2012.11.012.

NORTHERN MINER STAFF. JV Article: SRK Consulting aims to help miners unlock hidden value through pre-concentration. *The Northern Miner*, 2022. Disponível em: <https://www.northernminer.com/joint-venture-article/jv-article-srk-consulting-aims-to-help-miners-unlock-hidden-value-through-pre-concentration/1003845391/>. Acesso em: 22 jul. 2026.

SAMPAIO, J.A.; LUZ, A.B. da; LINS, F.A.F. (Eds.). *Usinas de beneficiamento de minérios do Brasil*. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: CETEM/MCT, 2001.

SANCHES, J.G.; BERGERMAN, M.G. Pré-concentração no Brasil: uma revisão das práticas brasileiras. In: SEMINÁRIO DE MINERAÇÃO, 23., 2024, São Paulo, SP. *Anais da ABM Week 8ª edição*. São Paulo: ABM, 2024.

SANCHES, J.G.; MILAGRES, I.O.; ESTEVES, P.M.; QUEIROZ, H.A.; ULSEN, C.; BRAGA, P.F.A.; BERGERMAN, M.G. Methodology for assessing the applicability of pre-concentration using small sample masses: A case study of a Brazilian sulphide copper ore. In: INTERNATIONAL MINERAL PROCESSING CONGRESS, 30., 2026, Cape Town, South Africa. *Proceedings of the XXX International Mineral Processing Congress*. Cape Town, South Africa, 2026.

SARUBBI, A.V.M.; ESTEVES, P.M.; SENNA, C.M.; CARVALHO NETO, D.B.; SILVA, A.C.; NAPOLI, L.B. Análise comparativa entre um jig e sensor-based-sorting na concentração de cromita na mina de Ipueira. In: SEMINÁRIO DE MINERAÇÃO, 23., 2024, São Paulo, SP. *Anais da ABM Week 8ª edição*. São Paulo, SP, Brasil: Editora Blucher, 2024. p.545-558. DOI: 10.5151/2594-357X-41134.

WEBMINERAL. Chromite Mineral Data. Disponível em: <https://www.webmineral.com/data/Chromite.shtml>. Acesso em: 20 jul. 2026.

APLICAÇÃO DA MINI PLANTA PILOTO DE FLOTAÇÃO PARA MINÉRIO SULFETADO DE COBRE DO PROJETO FURNAS

APPLICATION OF A MINI PILOT PLANT FOR FLOTATION OF SULFIDE COPPER ORE FROM THE FURNAS PROJECT

Henrique Moreno Ribeiro Alves

Aluno de Graduação de Engenharia de Petróleo, 4º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: fevereiro de 2026 a agosto de 2026

henriquemoreno2659@gmail.com

Elves Matiolo

Orientador, Engenheiro de Minas, D.Sc.

ematiolo@cetem.gov.br

Thalia Lopes de Sousa

Coorientador, Engenheira de Minas

thaialiaopes@outlook.com

RESUMO

O desenvolvimento de projetos minerais em fases iniciais frequentemente enfrenta a limitada disponibilidade de amostras para ensaios em escala piloto. A Mini Planta Piloto (MPP) surge como uma alternativa para simular circuitos contínuos de flotação utilizando quantidades reduzidas de material, da ordem de centenas de quilogramas. Este trabalho avaliou a aplicabilidade da MPP para o minério sulfetado de cobre do Projeto Furnas (ERO Copper), localizado na Província Mineral de Carajás (PA). A amostra, com teor médio de 0,7% Cu, foi submetida a uma campanha de flotação contínua de dois dias, utilizando aproximadamente 250 kg de material, em um circuito composto pelas etapas *Rougher*, *Scavenger* da *Rougher*, *Cleaner* 1, *Scavenger* da *Cleaner* 1, *Cleaner* 2 e *Cleaner* 3, com remoagem do concentrado *Rougher*. Os ensaios alcançaram teores de concentrado final entre 20 e 30% Cu e recuperação metalúrgica média de 80%. O monitoramento contínuo permitiu correlacionar as variações no teor do concentrado com ajustes operacionais realizados, como dosagem de coletor, rotação do moinho de remoagem e porcentagem de sólidos, demonstrando a flexibilidade da MPP para otimização de parâmetros. A MPP mostrou-se uma ferramenta estratégica para projetos *greenfield*, viabilizando a obtenção de balanços de massa, água e consumo de reagentes com reduzida demanda de amostra, gerando dados confiáveis para validação de circuitos e redução de incertezas em etapas posteriores de engenharia.

Palavras chave: Flotação, mini planta piloto, minério de cobre, projeto *greenfield*.

ABSTRACT

The development of mineral projects in early stages often faces limited sample availability for pilot-scale testing. The Mini Pilot Plant (MPP) emerges as an alternative to simulate continuous flotation circuits using reduced amounts of material, in the order of hundreds of kilograms. This study evaluated the applicability of the MPP for the sulfide copper ore from the Furnas Project (ERO Copper), located in the Carajás Mineral Province (PA). The sample, with an average grade of 0.7% Cu, was submitted to a two-day continuous flotation campaign, using approximately 250 kg of material, in a circuit comprising the *Rougher*, *Rougher Scavenger*, *Cleaner* 1, *Cleaner* 1 *Scavenger*, *Cleaner* 2, and *Cleaner* 3 stages, with regrinding of the *Rougher* concentrate. The tests achieved final concentrate grades between 20 and 30% Cu and an average metallurgical recovery of 80%. Continuous monitoring allowed correlating variations in concentrate grade with operational adjustments performed, such as collector dosage, regrinding mill speed, and solids percentage, demonstrating the flexibility of the MPP

for parameter optimization. The MPP proved to be a strategic tool for greenfield projects, enabling the obtainment of mass, water, and reagent consumption balances with reduced sample demand, generating reliable data for circuit validation and uncertainty reduction in subsequent engineering stages.

Keywords: Flotation, mini pilot Plant, copper ore, greenfield project.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de projetos minerais depende da realização de estudos tecnológicos que permitam definir e otimizar rotas de beneficiamento antes da implantação de uma unidade industrial. Quando há disponibilidade de amostra e recursos, os ensaios em escala piloto representam a etapa de maior representatividade no desenvolvimento de processos, uma vez que permitem reproduzir as condições operacionais de uma planta de beneficiamento e gerar informações para o dimensionamento de equipamentos e validação do circuito (MACDONALD; HELLYER; HARPER, 1985). Entretanto, em projetos *greenfield*, a disponibilidade de amostras normalmente é restrita aos testemunhos de sondagem ou a pequenas quantidades de minério, tornando inviável a realização de campanhas em escala piloto convencional, que demandam dezenas a centenas de toneladas de material (SEPPÄLÄ et al., 2016).

Buscando reduzir essa lacuna entre os ensaios de bancada e as plantas piloto convencionais, foi desenvolvida a Mini Planta Piloto (MPP), originalmente pela *Canadian Process Technologies* (CPT), posteriormente incorporada pela Eriez. A MPP foi concebida para simular circuitos contínuos de flotação utilizando reduzidas quantidades de amostra, possibilitando a obtenção de parâmetros de processo, como tempos de residência, distribuição da carga circulante e balanços de massa e metalúrgicos, normalmente associados a ensaios em escala piloto (SEPPÄLÄ et al., 2016; OHENOJA et al., 2023). Estudos recentes demonstram que ensaios em mini-piloto são capazes de fornecer resultados representativos do comportamento contínuo do processo, com recuperações comparáveis às obtidas em escala industrial (MATIOLO et al., 2025).

O Projeto Furnas, pertencente à ERO Copper e localizado na Província Mineral de Carajás (PA), corresponde a um depósito do tipo Iron Oxide Copper Gold (IOCG), cuja mineralização é composta predominantemente por calcopirita e bornita (RPM ADVISORY SERVICES, 2024). Assim como em diversos empreendimentos minerais em fase de desenvolvimento, a disponibilidade de amostras para estudos tecnológicos é limitada, tornando necessária a utilização de metodologias capazes de fornecer informações confiáveis para o desenvolvimento do circuito de beneficiamento sem demandar grandes quantidades de minério.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a aplicabilidade da Mini Planta Piloto de flotação para o minério sulfetado de cobre do Projeto Furnas, analisando os resultados metalúrgicos obtidos e discutindo as potencialidades e limitações dessa metodologia para o desenvolvimento de circuitos de flotação em projetos com disponibilidade restrita de amostra.

3. METODOLOGIA

3.1. Amostra

A amostra utilizada neste estudo é proveniente do localizado em Carajás (PA), e consiste em um minério sulfetado de cobre predominantemente composta por calcopirita e bornita como portadores de cobre. A amostra foi recebida na forma de testemunhos de furo de sonda, e posteriormente homogeneizada e caracterizada quanto à composição química em laboratório externo, e à distribuição granulométrica, por peneiramento a úmido.

3.2. Ensaios de flotação

Os ensaios de flotação contínua foram conduzidos no CETEM, utilizando uma Mini Planta Piloto. O circuito compreendeu as etapas *Rougher*, *Scavenger* da *Rougher*, *Cleaner 1*, *Scavenger* da *Cleaner 1*, *Cleaner 2* e *Cleaner 3*. Os parâmetros operacionais (tempo de flotação, % sólidos, pH, reagentes e dosagens) foram estabelecidos conforme rota definida para o projeto. Durante a operação, amostras foram coletadas a cada hora para monitoramento do desempenho e cálculo dos balanços de massa e metalúrgico.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A amostra utilizada nos ensaios em MPP apresentou teor de 0,7% Cu, e tem como principais contaminantes o SiO_2 e Fe_2O_3 , com teores de, respectivamente, 53 e 33%. A amostra britada apresentou P_{90} de 2,8 mm, sendo que aproximadamente 24% da massa encontrava-se abaixo de 106 μm . Com base nos estudos preliminares realizados com essa amostra, definiu-se a etapa de moagem visando à redução de todo o material até uma granulometria de P_{80} igual a 106 μm , condição previamente estabelecida para os ensaios subsequentes.

Os ensaios foram conduzidos na Mini Planta Piloto do CETEM, utilizando aproximadamente 250 kg de amostra, com campanha operacional de dois dias. O circuito de flotação empregado compreendeu as etapas *Rougher*, *Scavenger* da *Rougher*, *Cleaner 1*, *Scavenger* da *Cleaner 1*, *Cleaner 2* e *Cleaner 3*, sendo o concentrado desta última tido como o concentrado final. O circuito incluiu ainda uma etapa de remoagem do concentrado *Rougher* antes da alimentação no *Cleaner 1*. Além disso, parâmetros como tempo de condicionamento e de flotação, % de sólidos, pH, reagentes e dosagens, foram mantidos iguais em ambos os métodos.

Os ensaios realizados na MPP apresentaram teores de cobre no concentrado final variando entre 20 e 30%, com recuperação metalúrgica média de aproximadamente 80%. A Figura 1 apresenta a evolução do teor de cobre no concentrado final (*Cleaner 3*) ao longo dos testes, evidenciando as variações ocorridas durante a campanha.

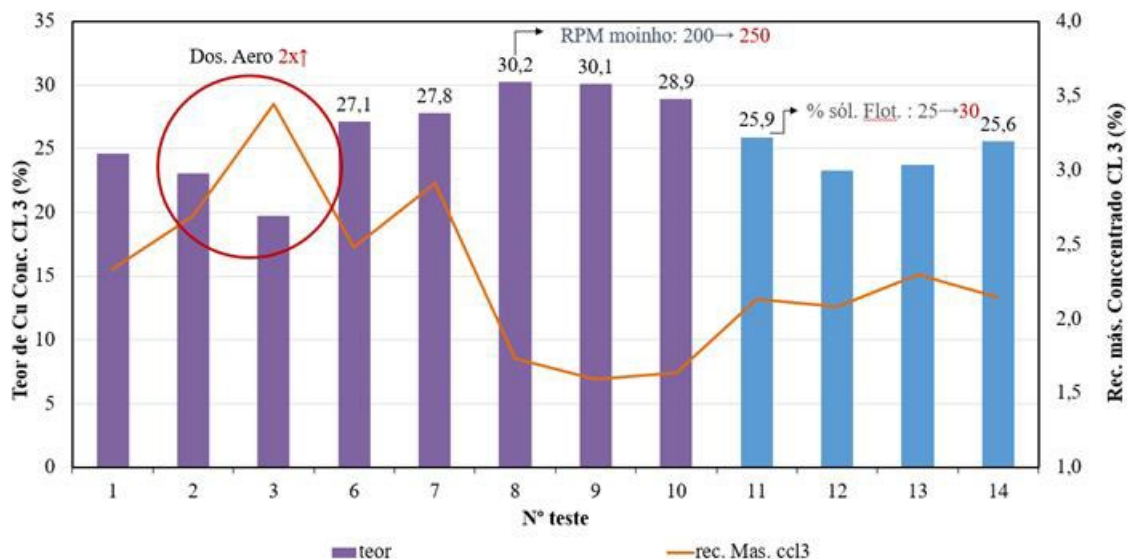


Figura 1: Teor de Cu no concentrado final (CL3) ao longo dos ensaios na MPP. Em roxo, testes correspondentes ao primeiro dia de operação; em azul, testes do segundo dia.

A Figura 1 permite correlacionar as variações no teor de cobre com as alterações nos parâmetros operacionais realizadas ao longo da campanha. No início do primeiro dia de operação, observou-se uma queda significativa no teor de cobre do concentrado (testes T1 a T3), esse comportamento foi atribuído à dosagem elevada de coletor utilizada nesse período. O excesso de coletor promoveu a perda de seletividade do processo, com o arraste de partículas não sulfetadas para o concentrado, reduzindo assim o teor do produto final. A partir do teste T6,

com a redução da dosagem de coletor, os teores começaram a se recuperar, atingindo valores entre 27 e 30% Cu. Simultaneamente, foi realizado o aumento da rotação do moinho de remoagem do concentrado *Rougher* de 200 para 250 RPM, promovendo maior liberação das partículas de calcopirita e bornita e refletindo diretamente no aumento do teor de cobre no concentrado final.

No segundo dia (testes T11 a T14), a porcentagem de sólidos na flotação foi elevada de 25 para 30%. Embora essa condição tenha favorecido a cinética de flotação e a formação de espuma, resultou em maior recuperação de massa, o que provocou uma leve queda no teor do concentrado final.

5. CONCLUSÕES

Os ensaios realizados na Mini Planta Piloto para o minério de cobre do Projeto Furnas demonstraram a viabilidade da rota de flotação estabelecida, com teores de concentrado final entre 20 e 30% Cu e recuperação metalúrgica média de 80%. O monitoramento contínuo ao longo da campanha de dois dias permitiu avaliar o efeito de diferentes parâmetros operacionais sobre o desempenho do circuito, como dosagem de coletor, rotação do moinho de remoagem e porcentagem de sólidos.

A MPP destacou-se como uma ferramenta estratégica para o desenvolvimento de projetos com disponibilidade restrita de amostra. Sua operação com aproximadamente 250 kg de material viabiliza ensaios contínuos utilizando apenas testemunhos de sondagem, eliminando a necessidade de abertura de galerias para retirada de amostras. A simulação do estado estacionário proporciona dados mais confiáveis que os obtidos em ensaios de bancada, com resultados equivalentes aos de plantas piloto convencionais, porém com menor necessidade de amostra. Além disso, a flexibilidade operacional da MPP permite ajustes em parâmetros como dosagem de reagentes, pH, inclusão de remoagem ao circuito e porcentagem de sólidos. Os balanços de massa, água e consumo de reagentes gerados ao longo da operação fornecem informações essenciais para o dimensionamento de plantas industriais, indisponíveis em ensaios descontínuos. Essas características tornam a MPP uma ferramenta fundamental para projetos *greenfield*, contribuindo para a validação de circuitos, redução de incertezas e geração de dados confiáveis para etapas posteriores de engenharia.

6. AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao orientador e coorientadora, pela oportunidade e conhecimentos repassados, à equipe envolvida na realização deste projeto, ao CETEM/MCTI pelo suporte para execução deste estudo, e ao CNPq pela bolsa de iniciação tecnológica concedida.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

MACDONALD, R. D.; HELLYER, W. C.; HARPER, R. W. Process development testing. In: WEISS, N. L. (Ed.). SME Mineral Processing Handbook. New York: Society of Mining Engineers, 1985.

MATIOLO, E.; MENDES, F. D.; COUTO, H. J. B.; SOUSA, T. L. Aplicação da Mini Planta Piloto (MPP) de flotação para definição de circuitos de flotação. In: XXX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa (ENTMME), 2025.

OHENOJA, M. et al. Continuous adaptation of a digital twin model for a pilot flotation plant. *Minerals Engineering*, v. 198, 108081, 2023.

RPM ADVISORY SERVICES. NI 43-101 Technical Report – Furnas Copper Project, Pará, Brazil. Prepared for ERO Copper Corp. Toronto, 2024.

SEPPÄLÄ, P. et al. Development and calibration of a dynamic flotation circuit model. *Minerals Engineering*, v. 96-97, p. 168-176, 2016.

INFLUÊNCIA DA REDUÇÃO GRANULOMÉTRICA DE MASSA CERÂMICA INCORPORADA COM RESÍDUO FINO DO BENEFICIAMENTO DE ROCHAS ORNAMENTAIS NA PRODUÇÃO DE CERÂMICA DE REVESTIMENTO

INFLUENCE OF PARTICLE SIZE REDUCTION OF CERAMIC MASS INCORPORATING ORNAMENTAL STONE PROCESSING FINE WASTE ON THE PRODUCTION OF CERAMIC TILES

Isabella Guidinelli Cardoso Ferri

Aluna de Graduação da Engenharia de Minas, 5º período, Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo
Período PIBIC/CETEM: janeiro de 2026 a agosto de 2026
isaengmifes@gmail.com

Kayrone Marvila de Almeida

Orientador, Engenheiro de Minas, M.Sc.
kmalmeida@cetem.gov.br

Mariane Costalonga de Aguiar

Coorientadora, Química, D.Sc.
maguiar@cetem.gov.br

RESUMO

A indústria de rochas ornamentais representa um dos segmentos mais importantes do setor mineral, sendo o Brasil um dos maiores produtores mundiais, com produção anual de aproximadamente 10,5 milhões de toneladas. Em contrapartida, essa atividade gera grandes volumes de resíduos finos do beneficiamento de rochas ornamentais (FiBRO), tornando necessária a busca por alternativas sustentáveis para seu reaproveitamento. Nesse contexto, a indústria cerâmica apresenta elevado potencial para a incorporação desse resíduo. O presente trabalho teve como objetivo reduzir a granulometria de uma massa cerâmica contendo FiBRO, visando sua aplicação futura na produção de revestimentos cerâmicos, como pisos e porcelanatos. A massa foi submetida à moagem e classificação em peneira de 80 mesh, sendo posteriormente caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), análise granulométrica e ensaios de limites de Atterberg. Foram produzidos corpos de prova contendo 0%, 10%, 20% e 30% de FiBRO, prensados e sinterizados a 1100 °C. As amostras foram avaliadas quanto à retração linear, perda de massa, absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente e resistência à flexão. Os resultados demonstraram que a incorporação do FiBRO promoveu redução da absorção de água, de 16,27% para 12,51%, e da porosidade aparente, de 30,18% para 24,05%, além de elevar o módulo de resistência à flexão de 4,65 MPa para 10,48 Mpa. Isso mostra uma melhora significativa das propriedades físico-mecânicas da massa cerâmica, o que indica o potencial de utilização do resíduo na produção de cerâmica de revestimentos.

Palavras chave: Rochas Ornamentais, FiBRO, massa cerâmica, porcelanato.

ABSTRACT

The ornamental stone industry is one of the most important segments of the mining sector, and Brazil is among the world's leading producers, with an annual production of approximately 10.5 million tons. However, this activity generates large amounts of ornamental stone processing fine waste (FiBRO), highlighting the need for sustainable alternatives for its reuse. In this context, the ceramic industry represents a promising destination for incorporating this waste. This study aimed to reduce the particle size of a ceramic mass containing FiBRO to enable its future application in the production of ceramic tiles, including floor and porcelain tiles. The ceramic mass was milled and classified through an 80-mesh sieve and subsequently characterized by scanning electron microscopy (SEM), particle size analysis, and Atterberg limits tests.

Specimens containing 0, 10, 20, and 30 wast % FiBRO were uniaxially pressed and sintered at 1100 °C. The samples were evaluated in terms of linear shrinkage, mass loss, water absorption, apparent porosity, bulk density, and flexural strength. The results showed that the incorporation of FiBRO reduced water absorption from 16.27% to 12.51% and apparent porosity from 30.18% to 24.05%, while increasing flexural strength from 4.65 MPa to 10.48 MPa. These findings demonstrate a significant improvement in the physicommechanical properties of the ceramic mass, indicating that ornamental stone processing fine waste has strong potential as an alternative raw material for the manufacture of ceramic tiles.

Keywords: Ornamental Stone, FiBRO, ceramic mass, porcelain tile.

1. INTRODUÇÃO

No ano de 2025, o Brasil registrou o recorde anual da série histórica de suas exportações no segmento, atingindo um faturamento expressivo de US\$ 1.475,8 milhões, representando um aumento de 17,5% em relação a 2024 (ABIROCHAS, 2026a). Tendo o Espírito Santo liderando de forma expressiva as exportações nacionais, correspondendo a 78% do valor total faturado e por 69% do volume exportado em 2025 e mantendo a liderança 2026 faturando US\$ 416,6 milhões e exportando 563,5 mil toneladas (ABIROCHAS, 2026b). O desenvolvimento da indústria de rochas ornamentais resulta, conseqüentemente, no aumento da geração de resíduos provenientes das etapas de extração e beneficiamento, os quais são destinados à disposição em aterros. Esses materiais, quando não destinados adequadamente, podem ocasionar impactos ambientais e elevar os custos de disposição final, reforçando a necessidade de alternativas para seu reaproveitamento (Gadioli et al., 2021). Diante disso, é importante a implementação de medidas que seguem a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS), instituída pela Lei nº 12.305/2010, que estabelece diretrizes voltadas à redução, reutilização, reciclagem e destinação ambientalmente adequada dos resíduos.

Na mesma linha, o Plano Nacional de Economia Circular (PLANEC 2025–2034) torna-se um aliado fundamental na busca por promover a reinserção de resíduos como matérias-primas em novos ciclos produtivos (Brasil, 2025). A indústria cerâmica de revestimento apresenta elevado potencial para absorção de resíduos minerais devido ao grande consumo de matérias-primas naturais (Neves et al., 2024). Tendo isso em vista, o aproveitamento do Fino do Beneficiamento de Rochas Ornamentais (FiBRO) em massas cerâmicas destinadas à produção de revestimentos representa uma alternativa alinhada aos princípios da economia circular (AMORIM et al., 2023). Entretanto, embora estudos anteriores tenham demonstrado que a incorporação do FiBRO promove melhorias nas propriedades tecnológicas da massa cerâmica, como a redução da absorção de água e o aumento da resistência à flexão, os resultados ainda indicam a necessidade de otimizar o processamento da matéria-prima para atender aos requisitos exigidos para pisos e porcelanatos (Maurício; Almeida, 2025). Nesse sentido, o presente trabalho propõe a redução granulométrica da massa cerâmica, por meio de operações de cominuição, visando melhorar o empacotamento das partículas e, conseqüentemente, reduzir a absorção de água e aumentar a resistência à flexão dos corpos cerâmicos.

2. OBJETIVOS

Reduzir a granulometria da massa cerâmica contendo FiBRO e avaliar sua viabilidade técnica para a produção de cerâmica de revestimento por meio da confecção e caracterização físico-mecânica de corpos de prova.

3. METODOLOGIA

As matérias-primas do estudo, a massa cerâmica e o resíduo Fino do Beneficiamento de Rochas Ornamentais (FiBRO), foram caracterizadas em trabalhos anteriores (Maurício; Almeida, 2025). A massa cerâmica é composta por argila branca (40%), Areinha (36%) e Batinga (24%).

Para melhorar suas propriedades físicas e mecânicas, a massa cerâmica foi submetida à redução granulométrica. Inicialmente, o material foi processado *in natura*, passando pelas etapas de destorroamento em triturador elétrico e, em seguida, peneiramento em malha de 20 mesh.

A segunda etapa consistiu na redução granulométrica da massa cerâmica para malha de 80 mesh. O material foi submetido à moagem a seco em moinho de bolas de alumina, utilizando corpos moedores ocupando 30% do volume do jarro cerâmico. O equipamento operou em velocidade máxima fixa, com ciclos contínuos de moagem de 15 a 20 minutos. Posteriormente, o material foi peneirado em malha de 80 mesh, sendo o passante considerado o produto final. O material retido foi reprocessado em moinho de barras de aço inoxidável até passar completamente pela peneira de 80 mesh, assegurando a uniformidade granulométrica da massa cerâmica.

Após a obtenção da massa cerâmica com granulometria inferior a 80 mesh, foram preparadas quatro formulações contendo 0%, 10%, 20% e 30% de incorporação de FiBRO. As formulações foram submetidas aos ensaios dos limites de Atterberg (limite de liquidez e limite de plasticidade), conforme as normas ABNT NBR 6459 e ABNT NBR 7180. A massa cerâmica foi caracterizada por análise granulométrica por sedimentação (ABNT NBR 7181), enquanto o FiBRO foi analisado por difração a laser, utilizando o equipamento Malvern Mastersizer 2000. Também foi realizada análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), com o objetivo de comparar a morfologia e a distribuição granulométrica das partículas da massa cerâmica processada em malha de 20 mesh e da massa reprocessada abaixo de 80 mesh.

Em seguida, foram confeccionados corpos de prova cerâmicos com dimensões de $11 \times 2,5 \times 1$ cm e umidade de 8%, utilizando pressão de 15 toneladas em prensa uniaxial. Cada formulação foi submetida à sinterização em forno mufla, com rampa de aquecimento de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ até 1100°C , permanecendo nessa temperatura por 3 horas. Após a queima, os corpos de prova foram avaliados quanto à retração linear, perda de massa, absorção de água, porosidade aparente, densidade aparente, densidade relativa aparente e resistência à flexão, conforme as normas ABNT NBR ISO 10545-3 e ABNT NBR ISO 10545-4, permitindo analisar a influência da redução granulométrica e da incorporação do FiBRO nas propriedades tecnológicas da massa cerâmica.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A massa cerâmica processada abaixo de 80 mesh apresentou aproximadamente 30% de partículas na fração argila ($<0,002$ mm), além de cerca de 90% das partículas com granulometria inferior a 0,1 mm e praticamente 100% abaixo de 0,2 mm, evidenciando a eficiência da moagem na redução das frações mais grosseiras e na obtenção de uma distribuição granulométrica mais contínua e homogênea. O FiBRO, por sua vez, apresentou aproximadamente 10% de partículas na fração argila ($<0,002$ mm) e uma distribuição granulométrica concentrada nas faixas de partículas finas e médias. Essa combinação favorece o empacotamento das partículas na matriz cerâmica, promovendo maior densificação durante a sinterização, com consequente redução da porosidade e da absorção de água, além de contribuir para o aumento da resistência mecânica dos corpos cerâmicos. Esses resultados corroboram os apresentados por Prado et al. (2008), que destacam a importância de distribuições granulométricas mais finas e ajustadas para o fechamento dos poros e a produção de revestimentos cerâmicos de baixa absorção de água.

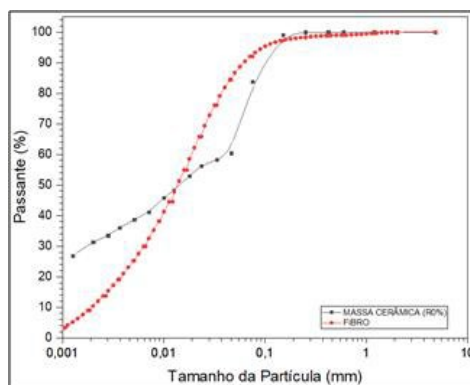


Figura 1: Análise granulométrica da massa cerâmica e do FiBRO.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), apresentou em ambas as amostras (20 mesh e abaixo de 80 mesh), o comportamento lamelar característico das argilas. Na amostra de 20 mesh, observa-se uma textura heterogênea, caracterizada pela presença de grãos grosseiros com dimensões variadas, Figura 2A. Essas partículas, visualmente isoladas nas imagens, representam quartzo e argilominerais *in natura* que não sofreram redução significativa durante o processo inicial de moagem. Já a amostra abaixo de 80 mesh, Figura 2B, apresentou maior homogeneidade em comparação à de 20 mesh. A morfologia do material influencia sua porosidade e capacidade de absorção de água, portanto, o maior processamento da massa cerâmica, com peneiramento em malha de 80 mesh, pode contribuir para o controle dessas características, conforme evidenciado nas imagens de MEV.

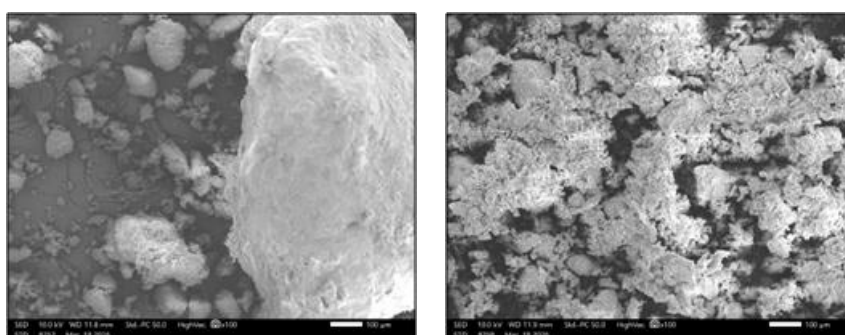


Figura 2: (A) amostra de 20 mesh - zoom de 100x / (B) amostra em 80 mesh - zoom de 100x.

Os ensaios de Limites de Atterberg (Tabela 1) evidenciam a influência da incorporação do resíduo FiBRO no comportamento da massa cerâmica na presença de água. Observa-se uma redução gradual e linear do Limite de Liquidez (LL), do Limite de Plasticidade (LP) e do Índice de Plasticidade (IP) à medida que o resíduo é incorporado à massa. Essa redução favorece a moldagem, diminui as deformações durante a secagem e a queima e resulta em menor absorção de água.

Tabela 1: Limites de Atterberg e Índice de Plasticidade.

Limites de Atterberg	R0%	R10%	R20%	R30%
LL	40,08%	39,04%	37,70%	37,06%
LP	24,98%	24,57%	23,42%	22,88%
IP	15,10%	14,47%	14,28%	14,18%

É possível observar na Figura 3, que a incorporação do FiBRO promoveu redução da absorção de água e da porosidade aparente, acompanhada pelo aumento da densidade aparente dos corpos de prova. Esses resultados indicam melhor empacotamento das partículas e maior densificação da massa cerâmica durante a sinterização, favorecidos pela distribuição granulométrica do

resíduo. Em contrapartida, verificou-se uma discreta redução da densidade relativa aparente com o aumento do teor de FiBRO. Como a densidade real do resíduo é semelhante à das argilas empregadas, esse comportamento pode estar associado à formação ou permanência de microvazios fechados na estrutura cerâmica, os quais não são detectados pelo ensaio de absorção de água, mas podem influenciar a densidade relativa aparente.

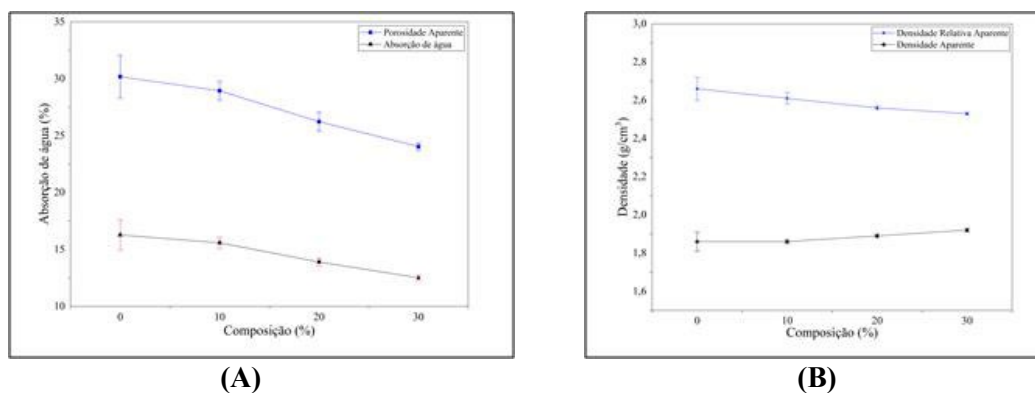


Figura 2: Resultado da absorção de água e porosidade aparente (A), densidade aparente e densidade relativa aparente (B).

A Figura 4 apresenta os resultados dos ensaios de perda de massa, retração linear e módulo de resistência à flexão em três pontos. Observa-se que a incorporação do FiBRO promoveu uma redução gradual da perda de massa durante a queima, passando de aproximadamente 8,1% na formulação R0% para 6,6% na formulação R30%. Em contrapartida, a retração linear aumentou progressivamente, atingindo cerca de 3,1% na formulação com 30% de FiBRO. Esse comportamento é compatível com uma maior densificação da massa cerâmica durante a sinterização, favorecida pelo melhor empacotamento das partículas proporcionado pela distribuição granulométrica do resíduo. Como consequência, verificou-se um aumento expressivo do módulo de resistência à flexão em três pontos, que passou de aproximadamente 4,65 MPa na composição de referência para cerca de 10,48 MPa na formulação contendo 30% de FiBRO. Esse fator está diretamente relacionado à redução da porosidade aparente e da absorção de água, bem como ao aumento da densidade aparente, fatores que contribuem para a formação de uma microestrutura mais compacta e resistente.

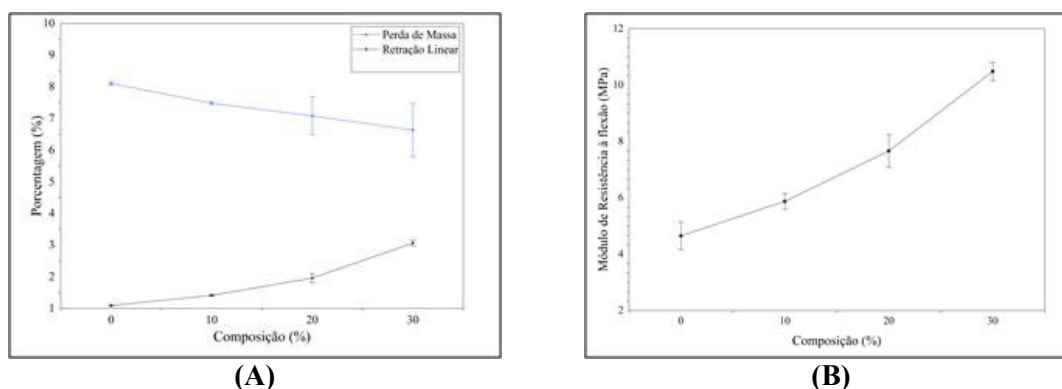


Figura 3: Ensaio de retração linear e perda de massa (A), e resistência à flexão em 3 pontos (B).

5. CONCLUSÕES

A redução granulométrica obtida por mais etapas de cominuição e reprocessamento da massa cerâmica resultou em um material com uma distribuição granulométrica mais homogênea, o que proporcionou um melhor empacotamento. Ela promoveu a redução progressiva da absorção de água, porosidade aparente e perda de massa, ao mesmo tempo em que proporcionou aumento da resistência à flexão em três pontos, passando de 4,65 MPa em R0% para 10,48 MPa na

formulação de 30% de FiBRO. Esse fato mostra que a redução granulométrica do resíduo potencializou a capacidade de preencher os vazios entre as partículas da massa cerâmica, o que favorece a sinterização, reduz defeitos internos e melhora o desempenho mecânico dos corpos de prova.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica concedida, agradeço também aos meus orientadores Kayrone de Almeida Marvila e Mariane Costalonga de Aguiar, ao IFES campus Cachoeiro, e à minha família.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMORIM, M.M.; AGUIAR, M.C.; ALMEIDA, K.M.; SANT'ANA, M.A.K.; GADIOLI, M.C.B. Incorporação de resíduos de rochas ornamentais na produção de cerâmica vermelha: uma abordagem sustentável.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS (ABIROCHAS). Balanço das exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais de janeiro a dezembro de 2025. Informe 12/2025. Brasília, DF, jan. 2026a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE ROCHAS ORNAMENTAIS (ABIROCHAS). Exportações e importações brasileiras de rochas ornamentais: período janeiro-maio de 2026. Informe 06/2026. Elaborado por Cid Chiodi Filho e Denize Kistemann Chiodi. Brasília, DF, jun. 2026b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO 10545-3: Placas cerâmicas – Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e densidade aparente. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: ABNT, 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO 10545-4: Placas cerâmicas – Parte 4: Determinação da carga de ruptura e módulo de resistência à flexão. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: ABNT, 2020.

BRASIL. Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos; altera a Lei nº 9.605, de 12 de fevereiro de 1998; e dá outras providências. Diário Oficial da União, Brasília, DF, ano 147, n. 147, p. 3, 3 ago. 2010.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente e Mudança do Clima. Plano Nacional de Economia Circular (PLANEC 2025–2034). Brasília, DF, Brasil, 2025.

GADIOLI, M.C.B.; AGUIAR, M.C.; VIDAL, F.W.H.; SANT'ANA, M.A.K.; ALMEIDA, K.M.; GIORI, A.J.N. Incorporation of Ornamental Stone Waste in the Manufacturing of Red Ceramics. *Materials*, v. 15, n. 16, p. 5635, 2022.

MAURÍCIO, T.B.; ALMEIDA, K.M. Estudo da viabilidade de uso do resíduo fino do beneficiamento de rochas ornamentais (FiBRO) em massa cerâmica para produção de piso e porcelanato. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DO CETEM, 33., 2025, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro, RJ, Brasil: CETEM/MCTI, 2025.

NEVES, M.S.; MOSCON, L.B.P.; REIS, A.S.; FERREIRA, E.P.; SAGRILLO, V.P.D. Sustentabilidade na cerâmica: o potencial do resíduo do beneficiamento de rochas ornamentais na massa cerâmica argilosa. *Fórum Ambiental da Alta Paulista*, v. 20, n. 3, 2024.

PRADO, A.C.A.; ZANARDO, A.; MENEGAZZO, A.P.M.; MORENO, M.M.T. Influência da distribuição granulométrica na estabilidade dimensional de placas cerâmicas de base vermelha. *Cerâmica*, v. 54, p. 466-471, 2008.

RECOMENDAÇÕES PARA A CONSERVAÇÃO DE UMA COLEÇÃO DE PATRIMÔNIO PÉTREO JESUÍTICO, COM BASE EM ANÁLISES CIENTÍFICAS

RECOMMENDATIONS FOR THE CONSERVATION OF A JESUIT HERITAGE STONE COLLECTION, BASED ON SCIENTIFIC ANALYSES

Isabelle Alves Paiva de Lima

Aluna de Graduação em Conservação e Restauração, 3º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBITI/CETEM: março de 2026 a agosto de 2026

isabelleapdelima@gmail.com

Nuria Fernández Castro

Orientadora, Enga. de Minas, D.Sc.

ncastro@cetem.gov.br

Brunna Rodrigues Barresi Mello

Coorientadora, Conservadora-Restauradora, Bolsista PCI do CETEM

barresibru@gmail.com

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Coorientador, Eng. Química, D.Sc.

rcarlos@cetem.gov.br

RESUMO

O conjunto de capitéis em Calcário Lioz provenientes da Nova Igreja de Santo Inácio do Morro do Castelo e atualmente exposto no Museu de Geodiversidade (MGEO/UFRJ), representa um importante registro da arquitetura jesuítica no período colonial. O presente trabalho teve como objetivo realizar análises e propor medidas de conservação para essa coleção. Para isso, foram considerados dados de estudos anteriores referentes à caracterização física dos bens pétreos e à identificação de formas de deterioração. Complementarmente, foram realizadas análises para determinar a absorção de água pelo método da esponja de contato, a contaminação biológica e a composição química das peças, depósitos, filmes e crostas, por MEV/EDS e FRX, além de pesquisa bibliográfica. Os resultados evidenciaram a fissuração e os filmes escuros (provavelmente biofilmes, pelas análises de FRX) como principais degradações a serem visadas em ações de conservação. Nessas áreas com biofilmes obtiveram-se os maiores valores de absorção de água, bem como em algumas com estilólitos abertos. Em menor extensão, foram identificadas algumas crostas negras, manchas e depósitos. Recomenda-se, com base nas informações obtidas, a sequência de ações: aplicação de biocida, higienização com trinchas de cerdas macias, lavagem com água nebulizada, selamento de fissuras e hidrofugação das peças para a preservação dessa coleção.

Palavras-chave: Calcário, lioz, conservação.

ABSTRACT

The collection of Lioz Limestone capitals from the New Church of Saint Ignatius of the Castelo Hill, currently exhibited at the Museum of Geodiversity (MGEO/UFRJ), stands as an important record of Jesuit architecture in the colonial period. This research aimed to gather and produce new data through analyses and propose conservation measures for this collection. For that purpose, data from previous studies regarding the physical characterisation of the stone objects and the identification of deterioration patterns were considered, and complementary examinations were carried out to determine the water absorption by the contact sponge method, biological colonisation, and the chemical composition of the capitals, dark films and crusts by XRF and SEM/EDS, along with bibliographic research. The findings showed that the primary

forms of degradation to target in conservation interventions are fissuring and dark films, which XRF analyses suggested to be biofilms. The highest water absorption values were recorded in these biofilm-covered areas, as well as in certain zones with open stylolites. To a lesser extent, black crusts, staining, and surface deposits were also identified. Based on the gathered evidence, the following sequence of measures is recommended: application of a biocidal product, surface cleaning using soft-bristled brushes, rinsing with nebulised water, sealing of fissures, and the application of a water-repellent treatment to the stone elements to ensure the long-term preservation of this collection.

Keywords: Limestone, lioz, conservation.

1. INTRODUÇÃO

No primeiro núcleo urbano da cidade do Rio de Janeiro, o Morro do Castelo, a Companhia de Jesus iniciou a construção da Nova Igreja de Santo Inácio em 1744, mas, em 1759, a expulsão da ordem resultou no abandono da construção, que gradativamente entrou em processo de arruinamento. A reforma urbana de 1922, que culminou no desmonte do morro, ocasionou a perda e a dispersão do patrimônio oriundo da ocupação jesuítica no local, salvando-se algumas peças e fragmentos que foram conservados em diversos locais da cidade (Silva, 2013). Partes das pilastras daquela igreja compõem, atualmente, o acervo do Museu Dom João VI e se encontram em comodato para o Museu de Geodiversidade (MGEO), ambos vinculados à Universidade Federal do Rio de Janeiro. Tais componentes arquitetônicos foram esculpidos em pedra portuguesa, Calcário Lioz, no estilo compósito da arquitetura clássica, sendo possível observar volutas dispostas nas extremidades e ornamentação em folhas de acanto ao longo do corpo compositivo (Brandão et al., 2025). O Calcário Lioz, designado como Pedra do Patrimônio pela União Internacional de Ciências Geológicas (IUGS), é uma rocha sedimentar cretácica constituída predominantemente por carbonato de cálcio (CaCO_3), com textura microcristalina e abundância de fósseis e estilólitos (Delgado Rodrigues, 2022). As peças se encontram em exposição em recinto aberto e, conseqüentemente, suscetíveis à degradação por agentes ambientais e biológicos (Figura 1).

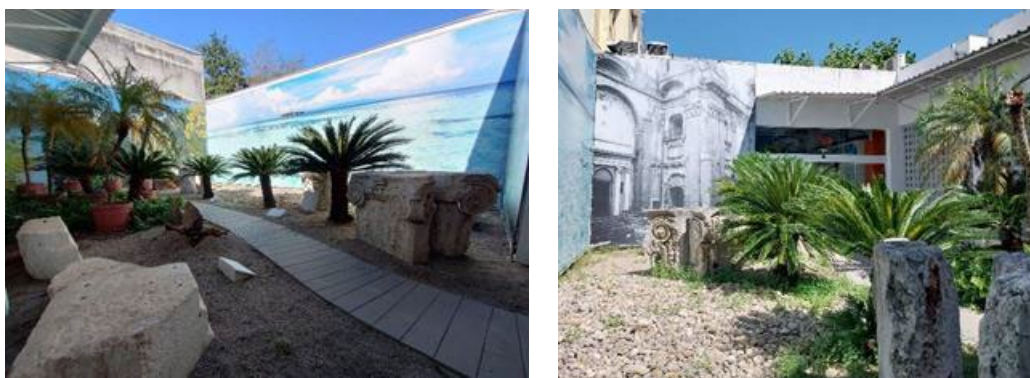


Figura 1: Vistas das peças expostas no jardim do MGEO.

Em vista da importância desses bens enquanto documentos materiais da história da cidade e como registros vinculados à presença jesuítica no Rio de Janeiro no período colonial, torna-se fundamental a avaliação de seu estado de conservação e dos processos de deterioração aos quais estão submetidos, assim como a recomendação de ações de conservação na busca pela preservação desse patrimônio.

2. OBJETIVO

Propor recomendações de conservação, com base em análises científicas, para o conjunto pétreo jesuítico exposto no Museu de Geodiversidade da UFRJ.

3. METODOLOGIA

Com o intuito de fundamentar a proposição de recomendações para a preservação, foram executadas as seguintes análises: absorção de água pelo método da esponja de contato (EN 17655; BSI, 2022), com tempo de contato de 60 segundos, em 240 pontos de diferentes características (estilólitos abertos e fechados - EA e EF, filmes escuros - FE, e matriz fossilífera - MF); Fluorescência de Raios X (FRX), com espectrômetro portátil Tracer, da Bruker; Microscopia Eletrônica de Varredura acoplada à Espectroscopia por Dispersão de Energia (MEV/EDS) em duas amostras de depósitos de cor avermelhada e amarronzada, na COAMI/CETEM; e análise biológica, realizada na Fiocruz, por semeadura em placas com meio de cultura, seguida de incubação à 25°C de 7 a 21 dias. Complementarmente, foram consideradas análises feitas anteriormente (Brandão et al., 2025).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

O conjunto é composto por onze partes de pilastras: dois capitéis de duas peças (base e volutas, 288 e 289), dois capitéis monolíticos (286 e 288), três capitéis monolíticos de canto (283, 284 e 285), uma peça de volutas (290), e três peças que assemelham cornijas (291, 292, e 293), dispostas no jardim conforme ilustrado na Figura 2.

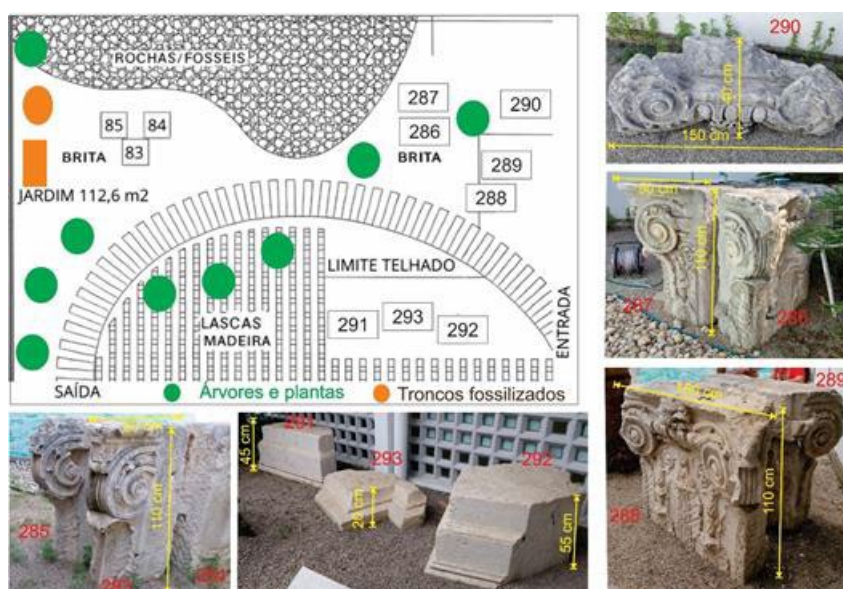


Figura 2: Mapa de localização e identificação dos capitéis, com dimensões aproximadas.

Observam-se formas de deterioração nos capitéis como alterações cromáticas, depósitos, crostas, filmes atribuídos à colonização biológica e, especialmente, fendas, fissuração, destacamentos em área e perdas de material. No entanto, as peças estão aparentemente coesas, e não se observa desagregação superficial, em concordância com os resultados de ultrassom e dureza superficial de Brandão e outros (2025).

4.1. Esponja de Contato

Os valores de absorção variaram de ~2,5 até ~14 mg/cm².min. A Figura 3A mostra que as peças com menos filmes escuros (291, 292 e 293) absorveram menos (ao redor de 5 mg/cm².min), sendo a de maior absorção a mais coberta por esses filmes (290), com média próxima a 11 mg/cm².min.

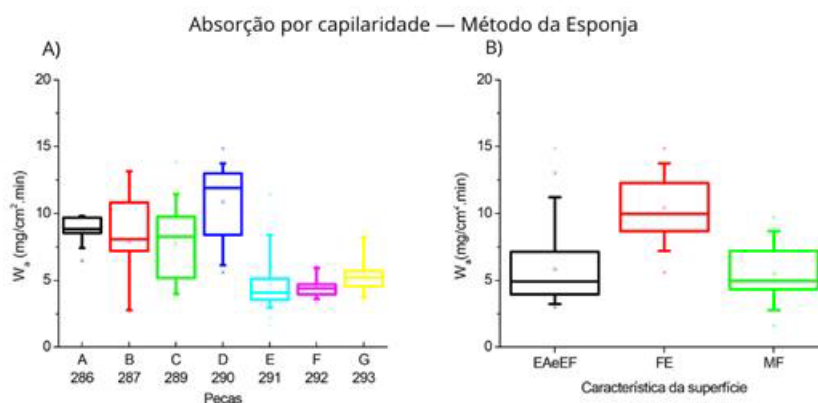


Figura 3: Absorção pelo método da esponja: (A) medições agrupadas para cada peça; (B) medições de todas as peças agrupadas de acordo com a característica da superfície analisada.

De fato, percebe-se na Figura 3B que superfícies com filmes escuros (FE) apresentam uma média superior a $10 \text{ mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{min}$, enquanto as médias das áreas de matriz e estilólitos ficaram em torno de $5,5 \text{ mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{min}$. Nota-se também uma maior dispersão nos valores das áreas com estilólitos (EA e EF), o que já era esperado, pois há a presença tanto de estilólitos ainda compactos (fechados) quanto daqueles que já sofreram um certo grau de degradação e permitem maior passagem de água (abertos).

4.2. Análise Biológica

Os resultados da análise biológica indicaram a presença de fungos do filo Ascomycetos: *Aspergillus* sp., *Cladosporium* sp., *Fusarium solani*, *Neurospora* sp., *Trichoderma* sp. e *Nigrospora* sp. Estes fungos são frequentemente associados à formação de biofilmes escuros, crostas negras e *pitting* e suas hifas penetram na rocha, produzindo o alargamento de fissuras e até lascamentos (Corbu et al., 2023).

4.3. FRX e MEV/EDS

A Figura 4 ilustra os resultados da FRX. As análises em áreas sem (1) e com filmes escuros na pedra (2) corroboram a composição do calcário Lioz, com presença majoritária de CaCO_3 , menores proporções de Al_2O_3 e SiO_2 , e vestígios de K_2O , TiO_2 , MnO e Fe_2O_3 ; desse modo, supõe-se que a coloração dos filmes escuros esteja relacionada à colonização biológica e não a reações químicas. Já em outras áreas escuras (6), mediu-se até 42% de SO_3 , indicativo do desenvolvimento de crostas negras sobre a superfície da pedra devido à poluição atmosférica e a presença de fungos.

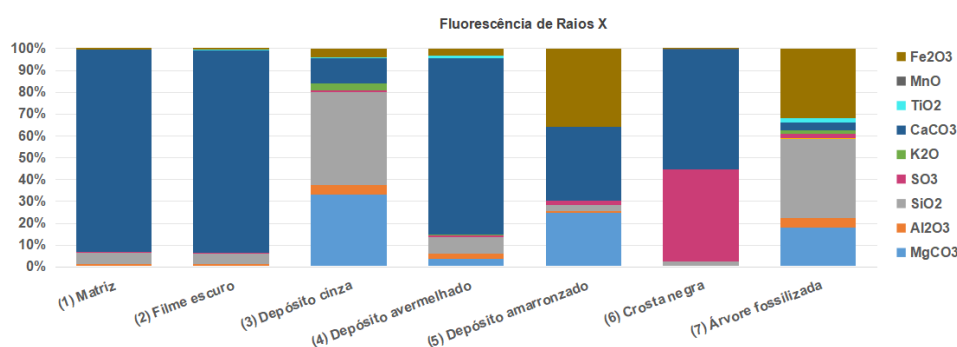


Figura 4: Fluorescência de Raios X.

No depósito avermelhado do capitel 284 (4), o FRX indicou proporções similares às da pedra, porém com maior teor de ferro, cerca de 3%, resultado corroborado pelo MEV/EDS que também identificou S e P, associados, possivelmente, a poluentes atmosféricos e contaminantes biológicos. Desconhece-se quando esse depósito foi formado: o ferro poderia ser originário de

peças metálicas da construção; de contaminação posterior; ou, ainda, de uma árvore fossilizada próxima, com cor semelhante (Figura 5A e 5B) e $>30\%$ Fe. Em um depósito cinza (3), o teor de SiO_2 , em torno de 42%, sugere tratar-se de cimento decorrente de obras. Por fim, no depósito amarronzado do capitel 285 (5), observou-se alta proporção de ferro ($\sim 35\%$) por FRX, enquanto o MEV/EDS acrescentou a identificação de chumbo (Pb), indicando vestígios de um antigo encavilhamento, ou seja, as hastes e pinos de metal originalmente utilizados para unir as diferentes partes de pedra na arquitetura da igreja.

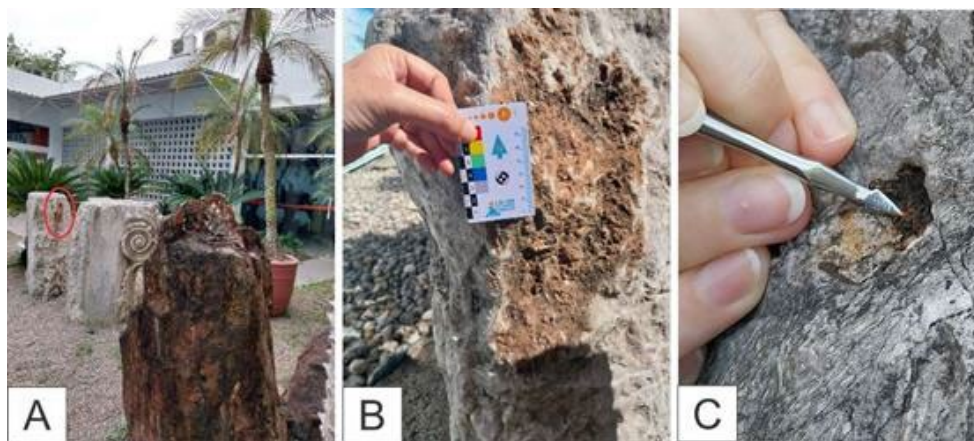


Figura 5: A) Árvore fossilizada próxima ao capitel 284, com depósito de cor semelhante; B) detalhe do depósito avermelhado no capitel 284; C) depósito amarronzado no capitel 285.

4.4. Recomendações para a Conservação

A conservação de elementos pétreos abrange diferentes procedimentos, cuja adoção depende das condições identificadas na etapa de diagnóstico. Para o conjunto de capitéis estudado, as medidas propostas concentram-se em procedimentos de limpeza, proteção e higienização periódica. Nos monumentos históricos, a limpeza de cantarias visa à remoção de substâncias responsáveis pela degradação da pedra ou que catalisam esse processo, sendo fundamental que as operações de limpeza sejam realizadas apenas em superfícies que apresentem coesão suficiente, na qual não haja comprometimento em sua estrutura formadora (Almeida, 2000). Recomenda-se iniciar com a aplicação de biocidas para remover os biofilmes e, seguidamente, higienizar com trinchas de cerdas macias a superfície das peças, para depois prosseguir com a limpeza. Tendo em vista a sensibilidade do calcário à água, o método de limpeza por água vaporizada é preferível (Delgado Rodrigues, 2022) podendo ser complementado com emplastos de carbonatos e bicarbonatos de amônio diluídos em água e/ou EDTA. (Decato, 2017). A fim de se evitar a progressão das fragmentações, recomenda-se o selamento de fissuras e fraturas com misturas de pó de rocha e resina ou cal. Bons resultados foram relatados com Primal B60A, areia e pó de mármore para fissuras, e cal e areia para lacunas maiores (Decato, 2017). Pode-se considerar também o emprego de hidrofugante para reduzir a penetração de água na rocha, mas mantendo a permeabilidade ao vapor de água. Hidrofugantes comercializados no Brasil apresentam compatibilidade com o Calcário Lioz (Caetano et al., 2025). Entretanto, qualquer intervenção deve ser precedida por estudos e análises específicas, a fim de avaliar a viabilidade do emprego dos produtos e técnicas propostas, considerando as características e o estado de conservação dos capitéis.

5. CONCLUSÕES

Os resultados analíticos possibilitaram um aprofundamento do estudo sobre os capitéis da Nova Igreja de Santo Inácio e suas formas de deterioração, o que viabilizou, com apoio da pesquisa bibliográfica, a elaboração de propostas de conservação para esse conjunto arquitetônico. As medidas sugeridas concentram-se em procedimentos de limpeza, como a aplicação de biocidas e remoção de manchas e crostas negras, e de proteção, mediante o selamento de

fraturas e aplicação de hidrofugantes, complementadas por manutenção periódica, visando prolongar os efeitos das ações realizadas. Portanto, espera-se que as recomendações apresentadas possam atender às necessidades identificadas, contribuindo para a preservação desse patrimônio.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, aos colegas do LACON pela colaboração nos procedimentos analíticos utilizados neste estudo, e à COAMI (Coordenação de Análises Minerais) e Fiocruz (Fundação Oswaldo Cruz), pelo apoio na realização dos ensaios laboratoriais.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, Frederico Faria Neves. **Manual de Conservação de Cantarias**. IPHAN, 2000. 43 p.

BRANDÃO, J. A.; CASTRO, N. F.; CERQUEDA, M. L. A. Diagnóstico da Degradação do Calcário Lioz nos Capitéis Jesuíticos do Morro do Castelo. In: JIC, 33.; JIDTI,9 **Anais [...]**. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2025.

BSI. EN 17655: **Conservation of cultural heritage – Determination of water absorption by contact sponge method**. London: BSI, 2022.

CAETANO, L. M. G.; CASTRO, N. F.; CERQUEDA, M. L. A. Avaliação Comparativa da Eficácia de Hidrofugantes em Calcário Lioz: Uma Abordagem para a Conservação da Pedra do Patrimônio. In: JIC, 33.; JIDTI,9 **Anais [...]**. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2025.

CORBU, Viorica Maria et al. Current insights in fungal importance – a comprehensive review. **Microorganisms**, v. 11, n. 6, p. 1384, 2023. <https://doi.org/10.3390/microorganisms11061384>.

DECATO. **Restauração da fachada em pedra de lioz do Real Gabinete Português de Leitura**. Rio de Janeiro: Real Gabinete Português de Leitura, 2017.

DELGADO RODRIGUES, J. The Portuguese Lioz stone: an overview on the deterioration problems and conservation perspectives. **Geoheritage**, v. 14, n. 1, p. 23, 2022. <https://doi.org/10.1007/s12371-022-00657-0>.

SILVA, Cesar Augusto Tovar. **A igreja de Santo Inácio: cem anos de história, 1912-2012**. Rio de Janeiro: Colégio Santo Inácio, 2013. 36 p.

VALORIZAÇÃO DE RESÍDUOS DE ROCHAS ORNAMENTAIS NA PRODUÇÃO DE VIDRO SODO-CÁLCICO: UMA ESTRATÉGIA PARA A ECONOMIA CIRCULAR

VALORIZATION OF ORNAMENTAL STONE WASTE IN THE PRODUCTION OF SODA-LIME GLASS: A STRATEGY FOR THE CIRCULAR ECONOMY

Janaína Davel dos Anjos

Aluna de Graduação da Engenharia de Minas 10º período
Instituto Federal do Espírito Santo - IFES
Período PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026
janainadavel355@gmail.com

Mariane Costalonga de Aguiar

Orientadora, Química, D.Sc.
maguiar@cetem.gov.br

Monica Castoldi Borlini Gadioli

Coorientadora, Engenheira Química, D.Sc.
monicaborlini28@hotmail.com

RESUMO

A indústria de rochas ornamentais gera grandes volumes de resíduos durante as etapas de extração e beneficiamento, o que evidencia a necessidade de desenvolver alternativas para seu aproveitamento, reduzindo o descarte desses materiais e a extração de recursos naturais utilizados como matérias-primas. Nesse contexto, a valorização desses resíduos por meio de sua incorporação no desenvolvimento de novos materiais representa uma estratégia promissora para fomentar a economia circular, reduzir a exploração de recursos naturais e minimizar os impactos ambientais associados ao seu descarte. O objetivo com este trabalho foi desenvolver vidro sodo-cálcico utilizando resíduo de quartzito Perla Venata como fonte alternativa de sílica, avaliando sua viabilidade técnica, visando à valorização de resíduos da indústria de rochas ornamentais, à redução da extração de recursos naturais e à promoção dos princípios da economia circular. Inicialmente, o resíduo foi caracterizado por fluorescência de raios-X (FRX) e difração de raios-X (DRX), sendo posteriormente empregado na formulação do vidro. O vidro produzido foi caracterizado por fluorescência de raios-X (FRX), difração de raios-X (DRX), análise térmica, microdureza Vickers e resistência hidrolítica. Os resultados evidenciaram que o vidro produzido apresentou composição química compatível com a de vidros sodo-cálcicos comerciais, além de estrutura predominantemente amorfa, elevada estabilidade térmica, microdureza e resistência hidrolítica adequadas às aplicações desse tipo de material. Esses resultados demonstram a viabilidade técnica da utilização do resíduo de quartzito Perla Venata como matéria-prima alternativa na fabricação de vidros, contribuindo para a redução do descarte de resíduos, a substituição parcial de matérias-primas minerais convencionais e o fortalecimento dos princípios da economia circular e da sustentabilidade na cadeia produtiva de rochas ornamentais.

Palavras-chave: rochas ornamentais, resíduos, vidro sodo-cálcico.

ABSTRACT

The ornamental stone industry generates large volumes of waste during the extraction and processing stages, highlighting the need to develop alternatives for its utilization, reducing the disposal of these materials and the extraction of natural resources used as raw materials. In this context, the valorization of these wastes through their incorporation into the development of new materials represents a promising strategy to foster the circular economy, reduce the exploitation of natural resources, and minimize the environmental impacts associated with their

disposal. The objective of this work was to develop soda-lime glass using Perla Venata quartzite waste as an alternative source of silica, evaluating its technical feasibility, aiming at the valorization of waste from the ornamental stone industry, the reduction of natural resource extraction, and the promotion of the principles of the circular economy. Initially, the waste was characterized by X-ray fluorescence (XRF) and X-ray diffraction (XRD), and subsequently used in the glass formulation. The produced glass was characterized by X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), thermal analysis, Vickers microhardness, and hydrolytic resistance. The results showed that the glass produced had a chemical composition compatible with that of commercial soda-lime glasses, as well as a predominantly amorphous structure, high thermal stability, microhardness, and hydrolytic resistance suitable for applications of this type of material. These results demonstrate the technical feasibility of using Perla Venata quartzite waste as an alternative raw material in glass manufacturing, contributing to the reduction of waste disposal, the partial replacement of conventional mineral raw materials, and the strengthening of the principles of circular economy and sustainability in the ornamental stone production chain.

Keywords: ornamental stones, waste, soda-lime glass.

1. INTRODUÇÃO

O vidro é um sólido amorfo que não apresenta estrutura atômica periódica de longo alcance e possui uma região característica de transformação vítrea. Considera-se vidro todo material, inorgânico, orgânico ou metálico, produzido por qualquer técnica de processamento, desde que apresente comportamento característico de transformação vítrea (Shelby, 2005).

A produção de vidro utiliza a sílica como principal formadora de rede, geralmente proveniente de areias quartzosas, quartzitos ou arenitos. Além da sílica, diferentes óxidos atuam como formadores, modificadores e intermediários da rede vítrea, conferindo propriedades específicas ao material (Luz; Lins, 2005; Axinte, 2011; Granados et al., 2021).

Como alternativa à utilização da areia, resíduos de rochas ornamentais têm sido empregados na fabricação de vidros. Estudos demonstram que esses resíduos permitem a obtenção de vidros sodo-cálcicos, ao chumbo e borossilicatos com propriedades semelhantes às dos vidros comerciais, evidenciando seu potencial como matéria-prima alternativa para a indústria vidreira (Babisk et al., 2023; Sabino et al., 2023; Gevu et al., 2024).

O aproveitamento desses resíduos contribui para reduzir seu descarte e a extração de recursos naturais, além de promover sua valorização e fortalecer práticas alinhadas aos princípios da economia circular (Chinelatto et al., 2015).

2. OBJETIVOS

Desenvolver vidro sodo-cálcico utilizando resíduo de quartzito Perla Venata como fonte alternativa de sílica, avaliando sua viabilidade técnica e seu potencial para valorização de resíduos da indústria de rochas ornamentais, redução da extração de recursos naturais e promoção da economia circular.

3. METODOLOGIA

3.1. Materiais

Para a produção do vidro sodo-cálcico foi utilizado resíduo de quartzito Perla Venata como principal fonte de sílica, além dos reagentes carbonato de sódio (Na_2CO_3) e carbonato de cálcio (CaCO_3) como óxidos modificadores de rede.

3.2. Caracterização do Resíduo de Perla Venata

A caracterização tecnológica dos resíduos de rochas ornamentais foi realizada por meio das técnicas de difração de raios-X (DRX) e fluorescência de raios-X (FRX). A análise por DRX foi utilizada para identificar as fases minerais presentes no material, enquanto a FRX foi empregada para determinar sua composição química.

3.3. Caracterização do Vidro Sodo-Cálcico

A composição química dos vidros foi determinada por fluorescência de raios-X por dispersão de comprimento de onda (WDXRF), utilizando espectrômetro PANalytical Axios Max, após preparação das amostras pelo método de fusão com mistura de tetraborato e metaborato de lítio (1:10, amostra/fundente) e iodeto de lítio como agente desmoldante. A perda por calcinação (PPC) foi determinada em analisador termogravimétrico LECO TGA-701 a 1000 °C. A identificação da estrutura amorfa foi realizada por difração de raios-X (DRX). O comportamento térmico foi avaliado por análise térmica simultânea (TG-DSC) no IFES *campus* Vitória em equipamento NETZSCH STA 449 F3 Jupiter, na faixa de 20 a 1200 °C, sob atmosfera de argônio e taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹. A microdureza Vickers foi determinada em microdurômetro FM-700, após preparação metalográfica das amostras por lixamento e polimento, realizando-se cinco indentações com carga de 300 gf (gramas-força) e tempo de aplicação de 10 s. A resistência hidrolítica foi realizada na UFES *campus* Vitória e avaliou a resistência química do vidro à água a 98°C. O método consiste em submeter grãos de vidro à água aquecida e determinar, por titulação, a quantidade de álcalis liberados, classificando o material quanto à sua resistência hidrolítica.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização do Resíduo

A composição química do resíduo de quartzito Perla Venata mostrou que o dióxido de silício (SiO₂) é o principal constituinte do material, com teor de 93,40%, sendo o principal óxido formador da rede vítrea. Além da sílica, foram identificados outros óxidos em menores proporções, tais como Fe₂O₃ (0,11%), Al₂O₃ (5,09%), K₂O (1,08%) MgO (0,166%), entre outros.

O difratograma de raios-X apresentou o quartzo como fase mineral predominante, em concordância com os resultados da composição química do FRX. Além do quartzo, foram identificados picos característicos de albita.

4.2. Caracterização do Vidro Produzido

A Tabela 1 apresenta a composição química do vidro produzido a partir do resíduo, onde apresenta uma composição de óxido de silício de 66,8% e o óxido de cálcio e sódio com 11,9% e 12 %, respectivamente. De acordo com Akerman (2000) e Shelby (2005), no vidro sodo-cálcico comercial o teor de sílica está entre 72% e 74% e o teor de óxido de sódio e cálcio entre 8% e 12%, 12% e 17%, respectivamente. Dessa forma, embora o teor de sílica do vidro produzido seja inferior ao normalmente encontrado em vidros sodo-cálcicos comerciais, os teores de óxido de sódio e óxido de cálcio encontram-se dentro da faixa dos vidros sodo cálcicos comerciais, o que indica compatibilidade com o tipo de vidro produzido.

Tabela 1: Composição do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito.

Composição	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	CaO	MgO	TiO ₂	Na ₂ O	P ₂ O ₅	SO ₃	ZrO ₂	PPC*
Vidro sodo-cálcico	66,8	4,3	2,6	0,58	11,9	0,33	0,66	12,0	0,21	0,19	0,10	0,11

*PPC – Perda por Calcinação.

A Figura 1 apresenta a difração de raios-X do vidro produzido. Nota-se a ausência de picos cristalinos, indicando que o material possui estrutura amorfa e não apresenta fases cristalinas. Além disso, verifica-se a presença de um halo amorfo na faixa de aproximadamente 25° (2θ), devido as características associadas ao dióxido de silício (SiO_2). Esses resultados confirmam a natureza amorfa do vidro produzido.

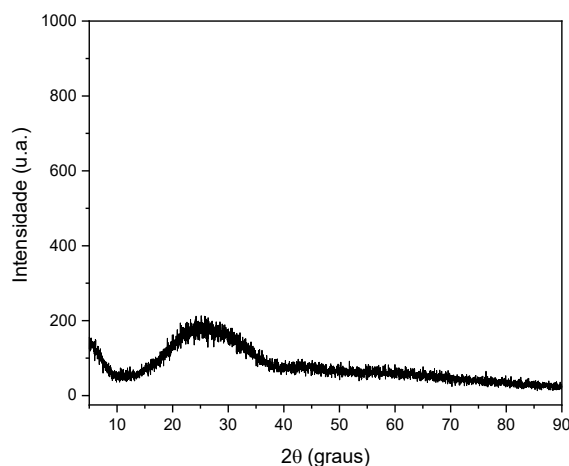


Figura 1: Difratograma de raios-X do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito.

A Figura 2 apresenta as curvas de análise térmica simultânea (TG-DSC) do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito Perla Venata. A curva DSC evidencia uma inflexão em aproximadamente 603°C , atribuída à temperatura de transição vítrea (T_g), correspondente ao aumento da mobilidade da estrutura amorfa do vidro. Em torno de 1050°C , observa-se um pico exotérmico, associado ao processo de cristalização do material durante o aquecimento, indicando a formação de fases cristalinas a partir da matriz vítrea. A curva TG apresentou baixa variação de massa ao longo do ensaio, evidenciando elevada estabilidade térmica do vidro e indicando a ausência de processos significativos de decomposição ou volatilização na faixa de temperatura investigada.

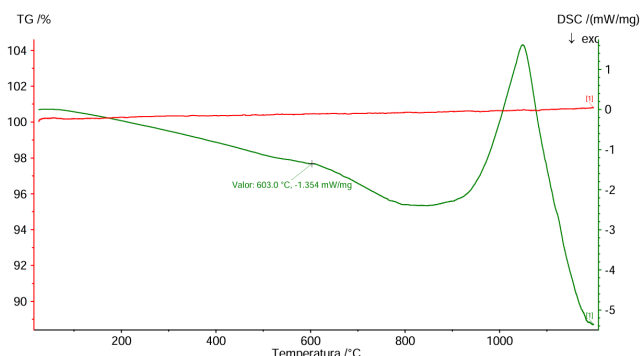


Figura 2: Curva TG/DSC do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito.

A Tabela 2 apresenta o valor médio de dureza do vidro sodo-cálcico produzido, correspondente a 4,88 GPa. De acordo com Shelby (2005), a dureza típica dos vidros é de aproximadamente 6,0 GPa, sendo que a maioria dos vidros silicáticos apresenta valores que podem variar cerca de 30% em relação a esse valor de referência. Dessa forma, nota-se que o vidro produzido possui dureza compatível com os vidros sodo-cálcicos comerciais.

Tabela 2: Microdureza do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito.

Vidro	Dureza (GPa)	Desvio Padrão
Sodo-cálcico	4,88	$\pm 0,38$

A Tabela 3 apresenta os valores da resistência hidrolítica do vidro sodo-cálcico produzido. O material apresentou consumo de ácido de 0,606 mL/g, sendo classificado como HGB 3, o que indica resistência hidrolítica média. Esse resultado está de acordo com a ISO 719, na qual a classe HGB 3 corresponde a valores entre 0,20 e 0,85 mL/g, caracterizando materiais com resistência hidrolítica média. Segundo Akerman (2013), a resistência hidrolítica está diretamente relacionada à composição química do vidro, especialmente ao teor de óxidos alcalinos. Quanto maior o teor de álcalis na composição, maior é a solubilidade do material em meio aquoso e, conseqüentemente, menor é sua resistência ao ataque químico.

Tabela 3: Resistência hidrolítica do vidro sodo-cálcico produzido com resíduo de quartzito.

Classe	mL/g	Interpretação
HGB 3	0,606	Resistência média

4.3. Vidro Sodo-Cálcico Produzido

A Figura 3 apresenta o vidro sodo-cálcico produzido a partir do resíduo de Perla Venata, o qual apresenta coloração verde escura. Essa coloração estar associada à presença de óxidos de ferro (Fe_2O_3) no resíduo utilizado como matéria-prima, uma vez que o ferro é um dos principais elementos responsáveis pela coloração de vidros.

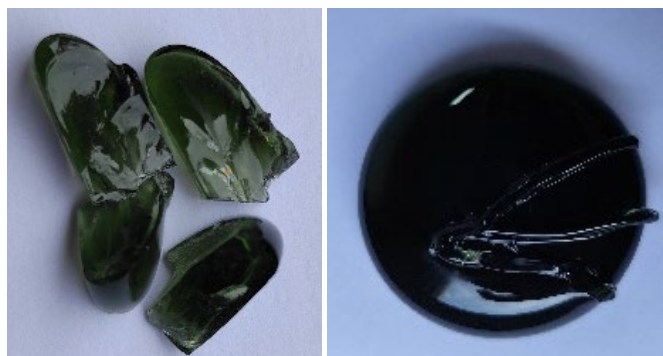


Figura 3: Vidro sodo-calcico produzido.

5. CONCLUSÕES

Conclui-se que os resultados obtidos nas caracterizações tecnológicas dos vidros produzidos apresentaram valores compatíveis com os vidros sodo-cálcicos comerciais. Esses resultados demonstram a viabilidade da utilização do resíduo de rocha ornamental Perla Venata como matéria-prima alternativa na produção de vidros sodo-cálcicos. Além de agregar valor ao resíduo industrial, sua aplicação contribui para a redução de descartes dos resíduos em larga escala e para a diminuição da extração de areia, importante fonte de sílica utilizada na indústria vidreira.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq nº 161657/2025-7 pela bolsa concedida, ao CETEM pela realização dos ensaios, à Mariane Costalonga de Aguiar pela orientação, à Viviana Possamai Della Sagrillo pela colaboração, apoio e por viabilizar a produção dos vidros no IFES Campus Vitória, à Thana Milena, pelo auxílio na produção dos vidros e à Daina Bourguignon, pela execução do ensaio de resistência hidrolítica na UFES Vitória.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AKERMAN, M. Introdução ao Vidro Plano e sua Produção. Escola do Vidro. 2013. p. 4-56.

AKERMAN, M. Natureza, estrutura e propriedades do vidro. Centro Técnico de Elaboração do Vidro. CETEV, 2000.

AXINTE, E. Glasses as engineering materials: a review. *Materials & Design*, [S.L.], v. 32, n. 4, p. 1717-1732, abr. 2011. Elsevier BV.

BABISK, M. P.; GAVA, V. B.; SAMPAIO, J. A.; TABELINI, D. B.; GADIOLI, M. C. B.; VIEIRA, C. M. F. Desenvolvimento de vidros ao chumbo contendo resíduos de rochas ornamentais. *Revista observatorio de la economia latinoamericana*, v. 21, n. 12, p. 25100-25113, 2023.

CHINELATTO, A. S. A.; CHINELLATTO, L. A.; MUNHOZ, D. E. F.; GRALIK, G. Estudo da viabilidade do uso de resíduo de polimento de rochas ornamentais em porcelanas. *matéria*, v. 20, n. 4, p. 1075-1086, 2015.

GEVU, G.; BABISK, M. P.; GADIOLI, M. C. B.; SAMPAIO, J. A.; SOFFNER, M. E. Granite waste as a source of network former for soda-lime glass production: Evaluation of their potential use in proportions higher than 70%. *materials letters*. v. 377, p. 137420, 2024.

GRANADOS, L.; MORENA, R.; TAKAMURE, N.; SUGA, T.; HUANG, S.; MCKENZIE, D. R.; BAILLIE, A. Silicate glass-to-glass hermetic bonding for encapsulation of next-generation optoelectronics: a review. *Materials Today*, [S.L.], v., n., p. 1-25, fev. 2021. Elsevier BV.

International Standard For Standardization. ISO 719:1985 – Glass: Hydrolytic resistance of glass grains at 98 °C – Method of test and classification. ISO, 1985.

LUZ, A. B.; LINS, F. A. F. Areia Industrial. In: Luz, Adão Benvindo da; Lins, Fernando A. Freitas (Ed.). *Rochas E Minerais Industriais: Usos E Especificações*. 2. Ed.: Cetem, 2005. Cap. 5. P. 103-124.

SABINO, T. M. L.; GADIOLI, M. C. B.; AGUIAR, M. C.; BABISK, M. P. Vidros produzidos com rejeitos do beneficiamento de rochas ornamentais. CETEM, In: XXXII Jornada de Iniciação Científica e VIII Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação, 2023.

SHELBY, J. E. *Introduction to glass science and technology*. 2005.

RECUPERAÇÃO DE METAIS DE PILHAS ESGOTADAS POR LIXIVIAÇÃO EMPREGANDO ÁCIDOS ORGÂNICOS

RECOVERY OF METALS FROM SPENT BATTERIES BY LEACHING USING ORGANIC ACIDS

Julia Baroni dos Santos

Aluna de Graduação de Ciências Biológicas, 7º período
Universidade Estadual do Rio de Janeiro
Período PIBITI/CETEM: 09/25 a 08/26
baronijulia.bj@gmail.com

Flávio de Almeida Lemos

Orientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
mdourado@cetem.gov.br

Judith Liliana Solórzano Lemos

Coorientador, Engenheira Química, D.Sc.
liliana.lemos@gmail.com

RESUMO

O aumento da geração de pilhas exauridas tem estimulado o desenvolvimento de processos para a recuperação de manganês e zinco. Neste trabalho, avaliou-se a lixiviação da black mass de pilhas zinco-carbono, alcalinas e baterias descartadas utilizando ácidos cítrico, láctico e sulfúrico. Os ácidos orgânicos apresentaram comportamento semelhante na recuperação de Mn, com valores entre 14,27 e 18,95%, enquanto o ácido sulfúrico proporcionou as maiores recuperações de Zn, entre 88,98 e 96,63%. A adição de H₂O₂ ao sistema com ácido cítrico aumentou a recuperação de Mn para até 71,17% e a de Zn para até 67,66%. Entretanto, a dissolução de Fe alcançou 83,63% em uma das amostras, indicando redução da seletividade. Os resultados demonstram que o desempenho da lixiviação depende do tipo de pilha, do agente lixiviante e da presença de H₂O₂.

Palavras-chave: Pilhas exauridas; black mass; lixiviação; ácidos orgânicos; manganês; zinco.

ABSTRACT

The increasing generation of spent batteries has stimulated the development of processes for manganese and zinc recovery. This study evaluated the leaching of black mass obtained from spent zinc-carbon batteries, alkaline batteries, and other discarded batteries using citric, lactic, and sulfuric acids. The organic acids showed similar behavior in Mn recovery, with values ranging from 14.27 to 18.95%, whereas sulfuric acid provided the highest Zn recoveries, ranging from 88.98 to 96.63%. The addition of H₂O₂ to the citric acid system increased Mn recovery to as much as 71.17% and Zn recovery to as much as 67.66%. However, Fe dissolution reached 83.63% in one of the samples, indicating reduced selectivity. The results demonstrate that leaching performance depends on the type of battery, the leaching agent, and the presence of H₂O₂.

Keywords: Spent batteries; black mass; leaching; organic acids; manganese; zinc.

1. INTRODUÇÃO

O crescimento acelerado da produção e do consumo de equipamentos eletroeletrônicos tem contribuído para o aumento expressivo da geração de resíduos sólidos contendo metais de interesse econômico, como manganês, zinco e ferro. De acordo com o Global E-waste Monitor 2024, aproximadamente 62 milhões de toneladas de resíduos eletroeletrônicos foram geradas mundialmente em 2022, com projeção de crescimento contínuo nas próximas décadas. Entretanto, menos de um quarto desse volume foi destinado à coleta e à reciclagem formal (BALDÉ et al., 2024). Nesse contexto, destacam-se as pilhas alcalinas e zinco-carbono, cuja disposição inadequada pode favorecer a liberação de seus constituintes para o solo e os corpos hídricos, comprometendo a qualidade ambiental e podendo causar efeitos adversos aos ecossistemas e à biodiversidade.

No caso das pilhas esgotadas, a recuperação de manganês e zinco apresenta relevância tanto ambiental quanto econômica, uma vez que esses metais podem ser reinseridos em cadeias produtivas, contribuindo para a redução da demanda por recursos minerais primários e para uma gestão mais sustentável desses resíduos (SADEGHI; AFONSO; VEIT, 2020).

Entre as tecnologias empregadas para a recuperação desses metais, os processos hidrometalúrgicos destacam-se pela possibilidade de alcançar elevadas taxas de extração e, em determinadas condições, apresentar menor demanda energética quando comparados às rotas pirometalúrgicas. Nos últimos anos, a lixiviação empregando ácidos orgânicos tem recebido crescente atenção devido à possibilidade de utilização de reagentes de menor toxicidade e potencialmente biodegradáveis, constituindo uma alternativa de interesse no desenvolvimento de processos alinhados aos princípios da química verde e da economia circular (GHASEMI et al., 2023). Entre esses reagentes, o ácido cítrico destaca-se por sua capacidade de complexação de íons metálicos, característica que pode favorecer a solubilização de metais como manganês, zinco e ferro presentes em pilhas esgotadas (MARTINS et al., 2023). Dessa forma, sua utilização tem sido investigada como alternativa aos sistemas convencionais de lixiviação baseados em ácidos minerais.

2. OBJETIVOS

Avaliar a recuperação de manganês e zinco presentes na black mass de diferentes tipos de pilhas esgotadas por lixiviação com ácidos cítrico, láctico e sulfúrico, bem como investigar o efeito da adição de peróxido de hidrogênio ao sistema com ácido cítrico sobre a recuperação de Mn e Zn e a dissolução de Fe.

3. METODOLOGIA

Foram utilizadas amostras de pilhas alcalinas, zinco-carbono e baterias descartadas, submetidas à desmontagem mecânica para obtenção da massa preta. O material foi seco, triturado e homogeneizado e, posteriormente, submetido aos ensaios de lixiviação, utilizando como agentes lixiviantes soluções de ácido cítrico e ácido láctico, ambas na concentração de $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. Os ensaios foram realizados a $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 4 horas, com aquecimento em plataformas IKA C-MAG HP 7 e agitação mecânica utilizando agitador mecânico digital RW20, com capacidade de 20 L, da IKA. Após a lixiviação, o lixiviado foi separado do resíduo sólido. O lixiviado foi analisado por espectrometria de absorção atômica (AAS) para determinação das concentrações metálicas, enquanto o resíduo sólido foi caracterizado por fluorescência de raios X (FRX), permitindo avaliar sua composição elementar.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Lixiviações Atmosféricas

Os resultados apresentados na Tabela 1 evidenciam que a eficiência de lixiviação foi influenciada pelo tipo de agente lixiviante e pelo metal considerado. Para o manganês, os ácidos orgânicos apresentaram desempenho superior ao ácido sulfúrico. As recuperações obtidas com ácido cítrico variaram entre 14,4 e 18,95%, enquanto, para o ácido lático, foram observados valores entre 14,27 e 18,47%. Em contraste, o ácido sulfúrico apresentou recuperações de Mn inferiores a 10%, variando de 8,74 a 9,21%. Esses resultados indicam comportamento relativamente semelhante entre os ácidos cítrico e lático para a solubilização do manganês nas diferentes amostras avaliadas.

Para o zinco, entretanto, observou-se comportamento distinto. O ácido sulfúrico apresentou recuperações substancialmente superiores às obtidas com os ácidos orgânicos, alcançando 96,51% e 96,63% para as pilhas zinco-carbono e alcalina, respectivamente, e 88,98% para a bateria. Entre os ácidos orgânicos, as recuperações de Zn foram consideravelmente menores e mais dependentes do tipo de amostra. O ácido cítrico apresentou recuperações entre 4,99 e 21,38%, enquanto o ácido lático resultou em valores entre 8,25 e 22,8%. Destaca-se que, para a bateria, o ácido cítrico apresentou recuperação de Zn superior à obtida com ácido lático, enquanto comportamento inverso foi observado para as pilhas zinco-carbono e alcalina.

Tabela 1: Recuperações de Mn e Zn de *black mass* de diferentes pilhas.

Lixiviante	Ácido Cítrico (C ₆ H ₈ O ₇)		Ácido Láctico (C ₃ H ₆ O ₃)		Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄)	
Tipo de Pilha	Recuperações (%)					
	Mn	Zn	Mn	Zn	Mn	Zn
Zinco-carbono	18,95	4,99	18,47	22,8	8,81	96,51
Alcalina	14,4	5,67	16,76	12,53	8,74	96,63
Bateria	18,34	21,38	14,27	8,25	9,21	88,98

Os resultados mostram que as concentrações de manganês nos licores foram, de maneira geral, superiores às de zinco para todos os sistemas avaliados. Na lixiviação com ácido cítrico, as concentrações de Mn variaram de 10.705 a 24.973 mg L⁻¹, sendo o maior valor observado para a amostra de bateria. Com ácido lático, foram obtidas concentrações entre 12.660 e 14.253 mg L⁻¹, indicando menor variação em função do tipo de amostra. Por sua vez, o ácido sulfúrico proporcionou concentrações de Mn entre 15.580 e 21.313 mg L⁻¹, com valores mais elevados para as pilhas zinco-carbono e alcalina.

Para o zinco, as concentrações foram consideravelmente inferiores às de manganês, variando de 590 a 6.285 mg L⁻¹. O maior valor foi obtido para a pilha alcalina lixiviada com ácido lático (6.285 mg L⁻¹), enquanto a menor concentração foi observada para essa mesma amostra quando empregado ácido cítrico (590 mg L⁻¹). Nos ensaios com ácido sulfúrico, as concentrações de Zn variaram entre 1.102 e 3.894 mg L⁻¹, sendo o maior valor obtido para a pilha zinco-carbono.

Tabela 2: Concentrações de Mn e Zn nos licores de lixiviação.

Lixivante	Ácido Cítrico (C ₆ H ₈ O ₇)		Ácido Lático (C ₃ H ₆ O ₃)		Ácido Sulfúrico (H ₂ SO ₄)	
Tipo de Pilha	Concentrações (mg L ⁻¹)					
	Mn	Zn	Mn	Zn	Mn	Zn
Zinco-carbono	10.705	1.272	14.253	1.747	21.313	3.894
Alcalina	16.138	590	12.660	6.285	21.155	3.467
Bateria	24.973	2.297	13.010	1.146	15.580	1.102

4.2. Lixiviação com Ácido Cítrico na Presença de Peróxido de Hidrogênio

Os resultados apresentados na Tabela 3 mostram que a lixiviação empregando ácido cítrico na presença de peróxido de hidrogênio proporcionou aumento nas recuperações de manganês e zinco, embora com comportamento dependente da composição da amostra. Para o Mn, a maior recuperação foi obtida para a pilha zinco-carbono (71,17%), enquanto as pilhas alcalina e bateria apresentaram recuperações de 42,55% e 44,49%, respectivamente. Para o Zn, a maior recuperação foi observada na pilha alcalina (67,66%), seguida pela bateria (38,47%) e pela pilha zinco-carbono (31,71%).

O aumento da recuperação de Mn na presença de H₂O₂ pode estar associado à ação redutora do peróxido sobre espécies de Mn em estados de oxidação mais elevados, favorecendo sua conversão para Mn²⁺, que apresenta maior solubilidade no meio ácido e pode ser estabilizado pela complexação com espécies citrato. Dessa forma, o sistema ácido cítrico–H₂O₂ mostrou-se particularmente eficiente para a recuperação de Mn da pilha zinco-carbono e de Zn da pilha alcalina. Entretanto, a elevada dissolução de Fe observada em algumas amostras indica que a otimização das condições de lixiviação deve considerar não apenas as recuperações de Mn e Zn, mas também a seletividade em relação ao Fe, especialmente visando às etapas posteriores de purificação do licor.

Tabela 3: Recuperação de Mn, Zn e Fe de pilhas exauridas por lixiviação com ácido cítrico na presença de H₂O₂.

Tipo de pilha	Recuperações (%)		
	Mn	Zn	Fe
Zinco-carbono	71,17	31,71	0
Alcalina	42,55	67,66	83,63
Bateria	44,49	38,47	56,27

5. CONCLUSÕES

Os ácidos cítrico e lático apresentaram comportamento semelhante na recuperação de Mn, enquanto a recuperação de Zn foi mais influenciada pelo tipo de pilha e pelo agente lixivante. O H₂SO₄ proporcionou as maiores recuperações de Zn, entre 89 e 97%, mas apresentou recuperações de Mn inferiores a 10%.

A adição de H₂O₂ ao sistema com ácido cítrico aumentou expressivamente a recuperação de Mn, alcançando 71,17% para a pilha zinco-carbono, e de Zn, atingindo 67,66% para a pilha alcalina. Entretanto, a elevada dissolução de Fe observada nas amostras alcalina e de bateria indica redução da seletividade do sistema e possível aumento da complexidade das etapas posteriores de purificação.

Desta forma, o sistema ácido cítrico–H₂O₂ apresenta potencial para a recuperação desses metais, mas suas condições operacionais devem ser otimizadas considerando simultaneamente recuperação, seletividade, consumo de reagentes e geração de efluentes.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus orientadores Flávio de Almeida Lemos e Judith Liliana Solórzano Lemos pelo apoio e orientação ao longo deste trabalho; à equipe do CETEM pela ajuda; e ao CNPq pela concessão da bolsa de iniciação tecnológica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BALDÉ, C. P. et al. Global E-waste Monitor 2024. Geneva: ITU; UNITAR, 2024.

GHASEMI, M. et al. Bioleaching metal-bearing wastes and by-products for resource recovery: a review. *Environmental Chemistry Letters*, v. 21, p. 3329-3350, 2023.

INTERGOVERNMENTAL SCIENCE-POLICY PLATFORM ON BIODIVERSITY AND ECOSYSTEM SERVICES (IPBES). Global assessment report on biodiversity and ecosystem services. Bonn: IPBES Secretariat, 2019.

MARTINS, L. S.; ROVANI, S.; BOTELHO JUNIOR, A. B.; ESPINOSA, D. C. R. Sustainable approach for critical metals recovery through hydrometallurgical processing of spent batteries using organic acids. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 62, n. 44, p. 18672-18682, 2023.

SADEGHI, S. M.; AFONSO, J. C.; VEIT, H. M. A critical updated review of the hydrometallurgical routes for recycling zinc and manganese from spent zinc-based batteries. *Waste Management*, v. 113, p. 342-350, 2020.

ESTUDO DA LIXIVIAÇÃO SELETIVA DO NEODÍMIO EM IMÃS NdFeB

STUDY OF THE SELECTIVE LEACHING OF NEODYMIUM FROM NdFeB MAGNETS

Júlia Gama Pires

Aluno de Graduação de Engenharia Metalúrgica 5º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Período PIBITI/CETEM: outubro de 2025 a agosto de 2026

Rodrigo Ferreira Gomes

Coorientador, Eng. Metalúrgico, M.sc
@rfgomes@cetem.gov.br

Ysrael Marrero Vera

Orientador, Eng. Químico, D.sc
@yvera@cetem.gov.br

RESUMO

A crescente demanda por elementos terras raras, em especial o neodímio (Nd), associada à elevada concentração da produção global na China e aos baixos índices de reciclagem dos ímãs permanentes de NdFeB, torna imperativo o desenvolvimento de rotas tecnológicas eficientes para a recuperação desses elementos a partir de resíduos. Este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da calcinação prévia sobre a eficiência e seletividade da lixiviação ácida de Nd e Fe a partir de ímãs NdFeB descartados. Utilizou-se um Planejamento Composto Central com 17 experimentos, variando-se a temperatura de calcinação (398-902°C), temperatura de lixiviação (36-103°C) e concentração de HCl (1,31-4,68 mol.L⁻¹). Os resultados demonstraram que a temperatura de calcinação exerce efeito negativo e altamente significativo sobre a extração de ambos os elementos, com destaque para o Nd. As condições otimizadas permitiram extrações de Nd superiores a 95% e razões Nd/Fe superiores a 3,0, evidenciando a seletividade do processo. Concluiu-se que a calcinação controlada é uma ferramenta eficaz para direcionar a formação de fases favoráveis à lixiviação seletiva do neodímio, contribuindo para o reaproveitamento sustentável desse recurso estratégico.

Palavras chave: Neodímio, ímãs NdFeB, reciclagem, calcinação, lixiviação seletiva.

ABSTRACT

The growing demand for rare earth elements, especially neodymium (Nd), along with the high concentration of global production in China and the low recycling rates of NdFeB permanent magnets, makes it essential to develop efficient technological methods to recover these elements from waste. This study aimed to evaluate the effect of prior calcination on the efficiency and selectivity of acid leaching of Nd and Fe from discarded NdFeB magnets. A Central Composite Design with 17 experiments was used, varying calcination temperature (398-902°C), leaching temperature (36-103°C), and HCl concentration (1.31-4.68 mol.L⁻¹). The results showed that calcination temperature has a negative and highly significant effect on the extraction of both elements, especially Nd. The optimized conditions allowed Nd extractions higher than 95% and Nd/Fe ratios above 3.0, showing the selectivity of the process. It can be concluded that controlled calcination is an effective tool to direct the formation of phases favorable for the selective leaching of neodymium, contributing to the sustainable reuse of this strategic resource.

Keywords: Neodymium, NdFeB magnets, recycling, calcination, selective leaching.

1. INTRODUÇÃO

O avanço acelerado da transição energética e da eletrônica tem impulsionado fortemente a demanda por Elementos Terras Raras (ETRs), em especial o neodímio (Nd), praseodímio (Pr), disprosio (Dy) e térbio (Tb). Esses elementos são matérias-primas essenciais para a fabricação dos ímãs permanentes de NdFeB. A cadeia produtiva desses materiais é altamente concentrada na China, respondendo por mais de 85% da produção global de ETRs (Rademaker et al., 2013), o que expõe os demais países a vulnerabilidades relacionadas a sobretaxas e restrições de exportação. Além disso, a mineração convencional desses elementos gera rejeitos ácidos e substâncias tóxicas, com significativos impactos ambientais. Apesar desse cenário, as taxas de reciclagem de ímãs de NdFeB permanecem baixas, inferiores a 5% em escala global (Schulze e Buchert, 2016).

Na rota chinesa de produção primária de neodímio a partir do minério de Bayan Obo, são empregadas etapas de britagem, moagem, separação magnética, flotação, ustulação sulfúrica, lixiviação, precipitação, extração por solventes e calcinação (Schreiber et al., 2020). No entanto, essa rota convencional apresenta limitações importantes: é energeticamente custosa, demanda infraestrutura complexa e, principalmente, não foi projetada para recuperar o neodímio de forma seletiva, o que resulta em perdas significativas do elemento e baixa pureza do produto final (Schreiber et al., 2020).

Diante dessas limitações, a literatura recente tem investigado a influência das etapas térmicas em especial da calcinação sobre a distribuição das fases formadas e a consequente eficiência da lixiviação ácida. Nesse contexto, a calcinação prévia dos ímãs tem sido avaliada como uma estratégia para favorecer a formação de óxidos de neodímio facilmente lixiviáveis (como o Nd_2O_3) em detrimento de fases refratárias, como o NdFeO_3 , que comprometem a recuperação do elemento. Seo et al. (2024) avaliaram o efeito da temperatura de calcinação sobre a composição de fases em resíduos de ímãs NdFeB e verificaram que, sob condições controladas, é possível direcionar a formação preferencial de Nd_2O_3 e Fe_2O_3 , suprimindo a geração de NdFeO_3 . Como resultado, os autores obtiveram um aumento significativo na eficiência de lixiviação do neodímio em meio ácido, atingindo valores superiores a 90% de extração. Apesar desses avanços, ainda são escassos na literatura estudos que relacionam sistematicamente as condições de calcinação com a seletividade da lixiviação do neodímio em relação ao ferro.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo principal avaliar o efeito da calcinação prévia sobre a eficiência e seletividade da recuperação de neodímio a partir de ímãs NdFeB descartados, visando à definição de parâmetros operacionais que maximizem a razão Nd/Fe no licor lixiviado.

3. METODOLOGIA

A amostra de ímãs permanentes de NdFeB utilizada neste estudo foi fornecida pelo Laboratório de Materiais Magnéticos (Magma/UFSC) previamente moída. A quantificação dos elementos químicos presentes na amostra inicial foi realizada anteriormente pelo grupo de pesquisa do CETEM, por meio da técnica de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES), evidenciando uma matriz constituída majoritariamente por Fe (59,40%) e elevado teor de elementos de terras raras, com destaque para Nd (26,45%), seguido por Pr (7,20%), Dy (1,86%) e Gd (1,73%).

Para o pré-tratamento térmico, alíquotas da amostra moída foram pesadas, transferidas para cadinhos de alumina e submetidas à calcinação em forno mufla (marca Jung®, modelo 2120), com aquecimento controlado pela rampa intrínseca do equipamento. Uma vez atingida a temperatura desejada, as amostras permaneceram em patamar isotérmico por 2 horas, seguidas de resfriamento interno no forno por aproximadamente 18 horas antes da retirada. O material calcinado foi então macerado e novamente pesado para utilização nos ensaios de lixiviação. Os ensaios de lixiviação ácida em meio clorídrico (HCl) foram conduzidos em reatores de vidro

vedados, acoplados a condensadores para evitar perdas por evaporação, mantendo-se o volume total da solução em 100 mL com uma porcentagem fixa de 2,0% de sólidos (relação sólido/líquido m/v). As amostras foram mantidas sob agitação magnética constante (aproximadamente 300 rpm) e aquecidas em chapa aquecedora com controle de temperatura. Após cada ensaio, o lixiviado foi filtrado, por gravidade e em papel filtro qualitativo, separado do sólido resultante e armazenado para análises químicas posteriores.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A matriz experimental e os resultados de extração de Nd e Fe para os 17 ensaios, incluindo as triplicatas do ponto central (ensaio 15 a 17), foram avaliados estatisticamente para determinação dos efeitos principais e interações entre as variáveis estudadas. Os valores de extração de Fe variaram entre 3,35% e 107,74% e os de Nd entre 46,90% e 102,77% conforme apresentado na Tabela 1.

Tabela 1: Matriz de Planejamento experimental e porcentagens de extração de Fe e Nd.

Ensaio	T Calcinação (°C)	T Lixiviação (°C)	Concentração HCl (mol/L)	Extração Fe (%)	Extração Nd (%)	%Nd/%Fe
1	500	50	2	88,5	89,21	1,01
2	500	50	4	97,29	94,76	0,97
3	500	90	2	82,32	97,82	1,19
4	500	90	4	107,74	101,27	0,94
5	800	50	2	22,58	72,40	3,21
6	800	50	4	32,65	86,28	2,64
7	800	90	2	33,81	89,11	2,64
8	800	90	4	82,58	90,15	1,09
9	398	70	3	103,74	102,77	0,99
10	902	70	3	12,52	88,46	7,07
11	650	36	3	82,58	90,66	1,10
12	650	103	3	97,94	93,58	0,96
13	650	70	1,31	46,71	89,55	1,92
14	650	70	4,68	79,61	91,97	1,16
15 (PC)	650	70	3	60,65	94,07	1,55
16 (PC)	650	70	3	64,26	93,78	1,46
17 (PC)	650	70	3	62,45	91,91	1,47

4.1. Análise dos Efeitos Padronizados para a Extração do Neodímio (Nd)

A Figura 1 apresenta o gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a variável resposta extração de Nd (%), considerando um nível de significância ($p=0,05$).

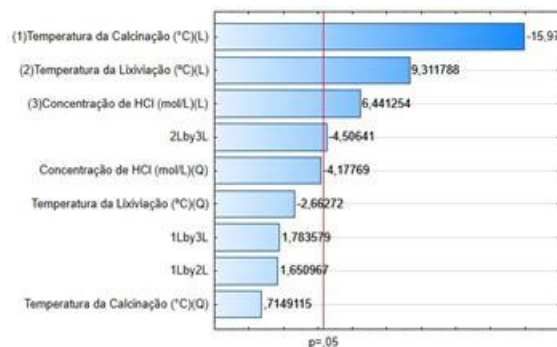


Figura 1: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração de Neodímio (Nd) em função da Temperatura de Calcinação, Temperatura de Lixiviação e Concentração de HCl.

Conforme demonstrado na Figura 1, a Temperatura de Calcinação (L) apresentou o efeito padronizado mais expressivo sobre a extração de Nd, com valor de -15,97, superando amplamente a linha de referência de $p=0,05$. Esse resultado indica que a calcinação exerce um efeito negativo e altamente significativo sobre a recuperação do neodímio, sugerindo que o aumento da temperatura de calcinação tende a reduzir a extração do elemento. Esse comportamento está associado à formação de fases mais estáveis e refratárias durante o tratamento térmico. Estudos conduzidos por Seo et al. (2024) demonstraram que a formação da fase complexa NdFeO_3 em temperaturas elevadas de calcinação (acima de 800°C) é a principal responsável por essa redução na extração, pois esta fase apresenta alta resistência à dissolução em meio ácido. Resultados similares foram observados por Önal et al. (2017), que reportaram que o excesso de oxidação, que pode ser observado com o aumento da temperatura de calcinação, leva à formação de NdFeO_3 , comprometendo a recuperação do Nd.

Os efeitos da Temperatura de Lixiviação (L) e da Concentração de HCl (L) também se mostraram estatisticamente significativos, com efeitos padronizados de 9,31 e 6,44, respectivamente. Diferentemente da Temperatura de Calcinação (L), ambos os fatores apresentaram efeitos positivos, indicando que o incremento tanto da temperatura de lixiviação quanto da concentração do ácido favorece a extração do Nd, o que está em consonância com os princípios da cinética química de lixiviação. Yingnakorn et al. (2020) confirmam que o aumento da temperatura de lixiviação e da concentração de ácido favorecem a cinética de dissolução do Nd, uma vez que maiores temperaturas e maiores concentrações de íons H^+ aumentam a força motriz da reação de lixiviação.

4.2. Análise dos Efeitos Padronizados para Extração do Ferro (Fe)

A Figura 2 exibe o gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração de Fe (%), permitindo a comparação dos fatores que influenciam a extração do ferro, considerado um contaminante indesejado.

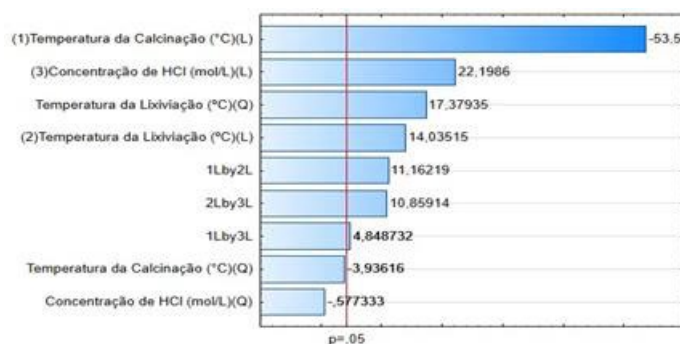


Figura 2: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a extração de Ferro (Fe) em função da Temperatura de Calcinação, Temperatura de Lixiviação e Concentração de HCl.

A análise da Figura 2 revela um comportamento semelhante ao observado para o Nd. Para a extração de Fe, o fator de maior efeito foi novamente a Temperatura de Calcinação (L), com valor de -53,54. Esse dado sugere que o aumento da temperatura de calcinação é eficaz na diminuição da extração de ferro. Em temperaturas de calcinação elevadas ($>720^{\circ}\text{C}$), o ferro se converte a Fe_2O_3 , que não se dissolve facilmente em ácidos diluídos e precipita no resíduo da lixiviação. Esse fenômeno pode ser fundamental para a seletividade do processo, pois permite que o Nd seja lixiviado enquanto o Fe permanece no resíduo. A Concentração de HCl (L) apresentou efeito padronizado de +22,20, enquanto a Temperatura de Lixiviação, em seus componentes linear (L) e quadrático (Q), apresentou efeitos de +14,04 e +17,38, respectivamente.

5. CONCLUSÃO

O presente estudo demonstrou que a calcinação prévia exerce efeito determinante sobre a seletividade da recuperação de neodímio a partir de ímãs NdFeB descartados. Os resultados experimentais e a análise estatística evidenciaram que temperaturas de calcinação mais baixas (próximas a 500°C) favorecem a extração de Nd ($>95\%$), enquanto temperaturas elevadas (acima de 800°C) promovem a formação de fases refratárias, como NdFeO_3 , que comprometem a lixiviação do elemento. Simultaneamente, a calcinação em altas temperaturas reduz significativamente a extração de Fe, devido à conversão a Fe_2O_3 , contribuindo para a seletividade do processo. As condições otimizadas permitiram razões Nd/Fe na solução lixiviada superiores a 3,0, indicando a viabilidade técnica da rota proposta.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CETEM pelo suporte técnico e infraestrutura e ao laboratório MAGLEV pela disponibilização das amostras. Agradeço também ao CNPQ pela bolsa de iniciação científica, fundamental para a realização da pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

KANARI, N.; MENAD N.E.; OSTROSI, E.; SHALLARI, S; DIOT, F.; ALLAIN, E.; YVON J. Thermal decomposition of iron sulfates. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 131, p. 251-260, 2018.

NABABAN, D. C. Effect of calcination temperature on the magnetic properties of recycled Nd-Fe-B magnets. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 883, p. 160-171, 2021.

ÖNAL, M. A. R.; BORRA, C.R.; GUO, M.; BLANPAIN, B.; VAN GERVEN, T. Recycling of NdFeB magnets: oxidative roasting and selective leaching. *Journal of Sustainable Metallurgy*, v. 3, p. 199-210, 2017.

RADEMAKER, J. H.; KLEIJN, R.; YANG, Y. Recycling as a strategy against rare earth element criticality: a systemic evaluation of the potential yield of NdFeB magnet recycling. *Environmental Science & Technology*, v. 47, n. 18, p. 10129-10136, 2013.

SCHREIBER, V. S. Recycling of rare earths from NdFeB magnets: a review. *Journal of Cleaner Production*, v. 256, p. 120-134, 2020.

SCHULZE, R.; BUCHERT, M. Estimates of global REE recycling potentials from NdFeB magnet material. *Resources, Conservation and Recycling*, v. 113, p. 12-23, 2016.

SEO, B.; PARK, K. Effect of calcination temperature on phase composition and acid leaching efficiency of NdFeB magnet waste. *Hydrometallurgy*, v. 224, p. 106-118, 2024.

YINGNAKORN, T. Kinetics of neodymium leaching from NdFeB magnets in hydrochloric acid. *Minerals Engineering*, v. 149, p. 106-114, 2020.

AVALIAÇÃO DA SEPARAÇÃO MAGNÉTICA COMO ROTA ALTERNATIVA NO BENEFICIAMENTO DE BAUXITA

EVALUATION OF MAGNETIC SEPARATION AS AN ALTERNATIVE ROUTE FOR BAUXITE BENEFICIATION

Júlio César Borges Taveira

Aluno de Graduação da Escola Politécnica, 8º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a agosto de 2026

julio20231@poli.ufrj.br

Gabriel Kamilo Pantoja Barrios

Orientador, Eng Químico, D.Sc.

gbarrios@cetem.gov.br

RESUMO

Este trabalho avaliou a separação magnética como rota alternativa de pré-concentração de bauxita, buscando aumentar o teor de alumina disponível ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$) e reduzir a sílica reativa ($\text{SiO}_2\text{-R}$). Foram estudadas duas amostras, A1 (Pará) e F1 (Minas Gerais), usando um separador de correia com ímã permanente de terras raras (rota seca) e um separador de alta intensidade "Boxmag Rapid" (rota úmida), em diferentes faixas de tamanho. Os resultados, obtidos por DRX e FRX, mostraram que na faixa intermediária (1,18 a 0,038 mm), a rota úmida superou a seca, mostrando viabilidade econômica. Na faixa fina (<0,038 mm), a rota úmida foi ineficiente, divergindo da literatura, por causa da inadequação da matriz de separação. Na faixa grossa (4,75 a 1,18 mm), a rota seca recuperou bem o Fe_2O_3 , mas com perdas de Al_2O_3 . Em geral, o aumento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$ e a redução de $\text{SiO}_2\text{-R}$ ficaram abaixo do esperado, apontando necessidade de ajustes nos parâmetros operacionais.

Palavras chave: Bauxita, separação magnética, processo bayer.

ABSTRACT

This study evaluated magnetic separation as an alternative route for the pre-concentration of bauxite, aiming to increase the available alumina content ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$) and reduce reactive silica ($\text{SiO}_2\text{-R}$). Two bauxite samples were investigated, A1 (Pará State) and F1 (Minas Gerais State), employing a rare-earth permanent magnet belt separator (dry route) and a high-intensity Boxmag Rapid magnetic separator (wet route), using different narrow particle size fractions. The results, obtained by X-ray diffraction (XRD) and X-ray fluorescence (XRF), demonstrated at the intermediate size fraction (1.18 to 0.038 mm), the wet route outperformed the dry route, showing economic viability. In the fine fraction (<0.038 mm), the wet route shows inefficiency, contrary to findings reported in the literature, most likely due to the inadequacy of the separation matrix. In the coarsest fraction (4.75 to 1.18 mm), the dry route achieved good Fe_2O_3 recovery but with significant Al_2O_3 losses. Overall, the increase in available alumina ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-AV}$) and the reduction in reactive silica ($\text{SiO}_2\text{-R}$) were below the expected levels, indicating the need for further optimization of the operational parameters.

Keywords: Bauxite; magnetic separation; bayer process.

1. INTRODUÇÃO

O alumínio é o segundo metal mais utilizado na indústria (MASSOLA, 2008; RHANDHANI, et. al, 2013), sendo essencial na transição energética (JOWITT e MCNULTY, 2021), com demanda crescente e que não poderá ser suprida apenas pela reciclagem (BALOMENOS, 2011). Um dos grandes desafios que enfrenta a indústria do alumínio é a queda no teor dos minérios, incluindo a bauxita (ARENARE, 2009; GRACE, 2026, SENYUTA et. al, 2013).

Devido a sua alta afinidade com o oxigênio, o alumínio não se encontra isolado na natureza, e a rocha bauxita é hoje o único minério de alumínio economicamente viável em escala industrial (FERREIRA, 2016, MASSOLA, 2008). Ela é composta principalmente por hidróxidos e oxi-hidróxidos de alumínio (gibbsita, boehmita, diásporo) e por impurezas como óxidos de ferro (hematita, goethita), sílicas (caulinita, quartzo) e óxidos de titânio (rutilo, anatásio) (AUTHIER-MARTIN et. al, 2001, FERREIRA, 2016). Em zonas tropicais (como o Brasil), predominam depósitos gibbsíticos (SILVA, 2011). Atualmente, o beneficiamento da bauxita restringe-se à britagem, peneiramento e classificação (ARENARE, 2009).

A produção industrial de alumínio combina dois processos (AUTHIER-MARTIN et. al, 2001, BALOMENOS, et. al, 2011; MASSOLA, 2008, SILVA, 2011): o processo Bayer (PB), que digere a bauxita em soda cáustica para extrair a alumina disponível ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$), gerando como rejeito a lama vermelha (LV), que concentra as impurezas, sendo a caulinita a mais prejudicial em depósitos gibbsíticos, por consumir soda e Al-D, o que leva a indústria a adotar a razão mínima de 10:1 entre $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$ e sílica reativa ($\text{SiO}_2\text{-R}$); e o processo Hall-Héroult, que isola o alumínio metálico por eletrólise ígnea. O PB gera grande volume de LV (razão próxima de 1:1 com a alumina), com riscos ambientais associados às bacias de rejeito, além de alto consumo energético (BALOMENOS, 2011).

2. OBJETIVOS

Avaliar duas rotas de separação magnética – a seco (ímã permanente de terras raras) e a úmido (Boxmag Rapid) – como processo alternativo de beneficiamento de bauxita, visando o aumento da alumina disponível e a redução da sílica reativa no produto final.

3. METODOLOGIA

No presente estudos foram utilizadas duas amostras: A1- Amostra de alimentação do processo, proveniente do estado do Pará, e F1- Amostra de frente de lavra, proveniente de Minas Gerais.

Na Tabela 1 se apresenta um resumo das principais variáveis operacionais dos equipamentos de separação magnética utilizados nos experimentos do presente estudo.

Tabela 1: Parâmetros de operação dos separadores magnéticos.

Parâmetro	Boxmag Rapid Alta intensidade	Correia e ímã Ímã de terras raras
Alimentação (umidade)	30% sólidos	Partículas secas
Faixas de tamanhos (mm)	-1,18 +0,038 / -0,038	-4,75 +1,18 / -1,18 +0,038
Campo magnético (Gauss)	13335	5260
Amperagem (A) / Voltagem (V)	19 / 140	-
Velocidade da correia	-	105 (10 Hz)
Matriz (mm / mm)	2 / 4 e 1,5 / 3	-
Produto magnético	Retido na matriz	Misto + magnético

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta a distribuição do teor dos minerais obtidos por DRX, sendo os difratogramas refinados pelo método de Rietveld.

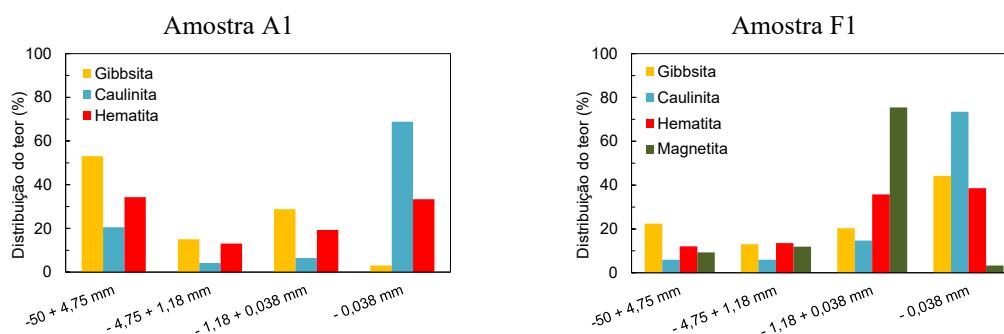


Figura 1: Distribuição do teor dos minerais obtidos por DRX, de A1 e F1.

Os resultados mostram que para a A1, a caulinita se encontra concentrada na faixa -0,038 mm, a gibbsita se encontra preferencialmente na faixa -50 +4,75 mm, e a hematita se concentra nas faixas -50 +4,75 mm e -0,038 mm. Para F1 a caulinita e a gibssita se encontram concentradas na faixa -0,038 mm, a hematita se concentra nas faixas -1,18 mm e existe uma concentração importante de magnetita na faixa de -1,18 +0,038 mm.

A Figura 2 apresenta a distribuição do teor dos elementos Al_2O_3 , e SiO_2 , obtidos por FRX, junto com os valores de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Av}$ e $\text{SiO}_2\text{-R}$.

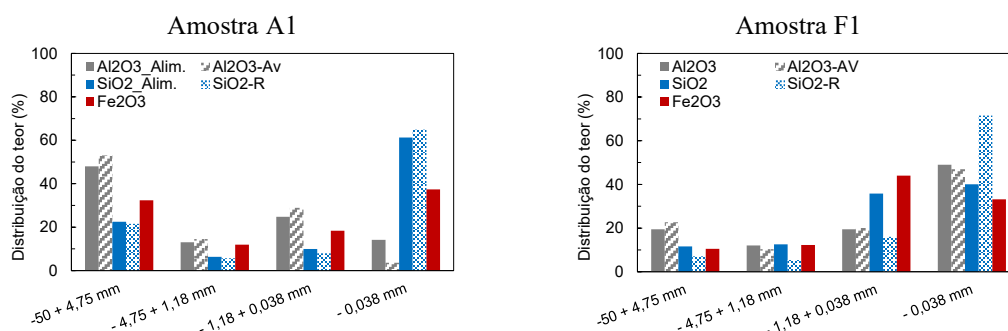


Figura 2: Distribuição do teor dos minerais obtidos por FRX, de A1 e F1.

Confirmando as análises de DRX, a distribuição do teor de A1 mostra maior concentração de SiO_2 e $\text{SiO}_2\text{-R}$ na faixa -0,038 mm, AlO_3 e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-R}$ na faixa de -50 +4,75 mm e Fe_2O_3 nas faixas -50 +4,75 mm e -0,038 mm. Para a amostra F1 se tem maior concentração de SiO_2 e $\text{SiO}_2\text{-R}$ na faixa -0,038 mm, AlO_3 e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-R}$ na faixa de -0,038 mm e Fe_2O_3 na faixa -1,18 mm.

A Figura 3 apresenta a recuperação mássica dos produtos magnético e não magnético para cada faixa de tamanho e tipo de separador magnético. A amostra F1 apresenta maiores recuperações mássica de produto magnético, principalmente pelo alto teor de minerais magnéticos com presença de Fe_2O_3 (hematita e magnetita), entretanto a amostra A1 tem uma concentração menor minerais magnéticos.

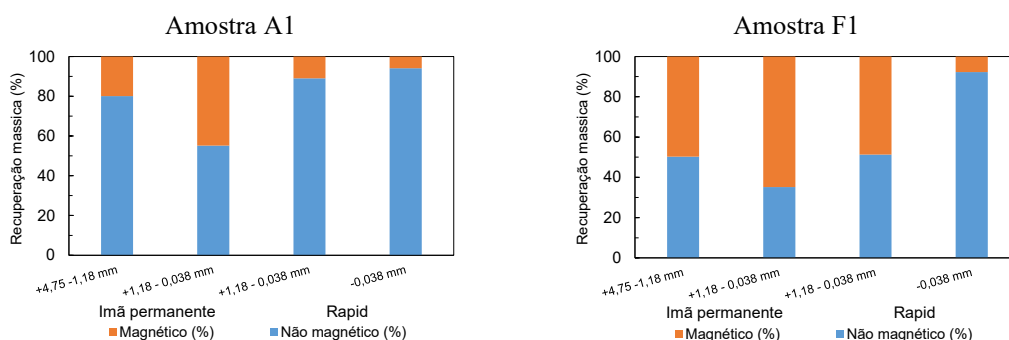


Figura 3: Recuperação mássica dos produtos magnético e não magnético para cada faixa de tamanho e tipo de separador magnético, de A1 e F1.

A Figura 4 apresenta a recuperação metalúrgica de Al_2O_3 , SiO_2 , e Fe_2O_3 no produto magnético para cada faixa de tamanho e tipo de separador magnético.

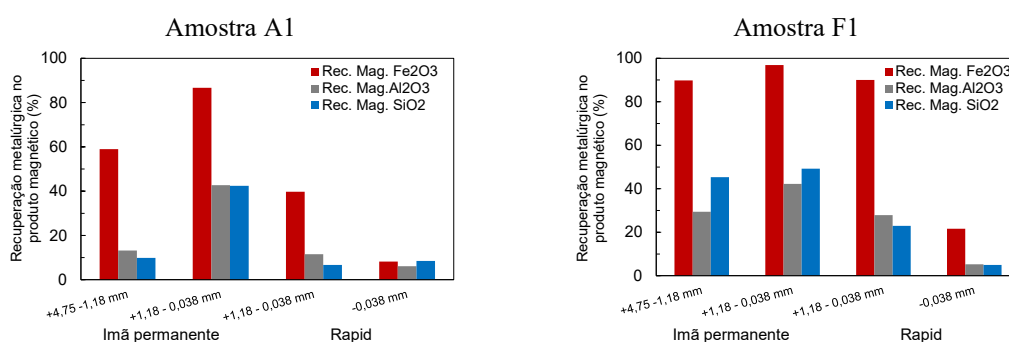


Figura 4: Recuperação metalúrgica de Al_2O_3 , SiO_2 , e Fe_2O_3 no produto magnético para cada faixa de tamanho e tipo de separador magnético, de A1 e F1.

Os resultados de recuperação metalúrgica, para a amostra A1 apresentam recuperações superiores a 80% no imã permanente na faixa de -1,18 +0,038 mm. A amostra F1 apresenta recuperação de Fe_2O_3 superior a 80% para as faixas acima de -0,038 mm. Entretanto, para a granulometria -0,038mm, o separador Rapid se mostrou ineficiente, provavelmente devido à escolha da matriz de separação.

Finalmente as Figuras 5 e 6 apresentam os valores inicial (alimentação) e final (produto não magnético) de teor de Al_2O_3 -Av e razão Al_2O_3 -Av/ SiO_2 -R.

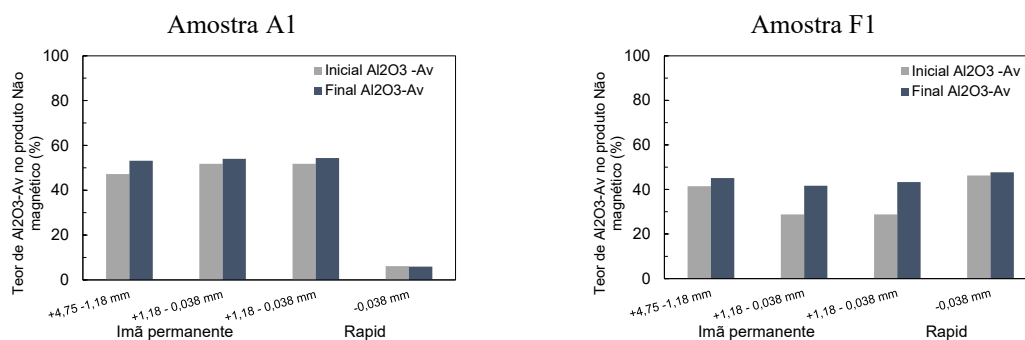


Figura 5: Valores inicial (alimentação) e final (produto não magnético) de teor de Al_2O_3 -Av, para as diferentes faixas de tamanho e tipos de separador, de A1 e F1.

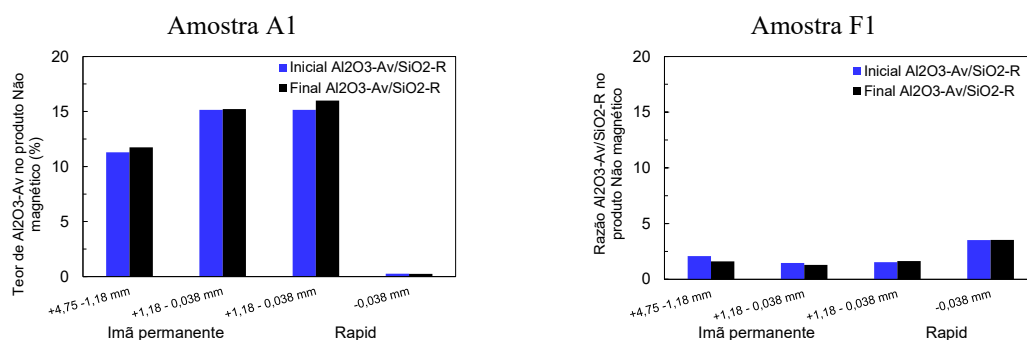


Figura 6: Valores inicial (alimentação) e final (produto não magnético) de Al₂O₃-Av/SiO₂-R, para as diferentes faixas de tamanho e tipos de separador, de A1 e F1.

Os resultados mostram que para a faixa +1,18 mm, existe um aumento do teor de Al₂O₃-Av entre 2,2 e 5,9 % para a A1, e de 3,6 e 14,4 % para a F1. Para a faixa -0,038 mm não tem aumento significativo de Al₂O₃-Av (menor a 1%) para ambas as amostras. Respeito à razão Al₂O₃-Av/SiO₂-R, os resultados mostram variações pequenas ($\pm 1\%$) para ambas as amostras, faixas de tamanho e tipos de separador magnético.

5. CONCLUSÕES

Para a faixa 1,18 x 0,038 mm, a rota a úmido apresentou desempenho superior à rota a seco, tanto na recuperação mássica quanto na metalúrgica, convergindo com os resultados de RIBEIRO e MELLO (2002), mostrando viabilidade econômica. Ambas as rotas se mostraram eficientes quanto à recuperação de Fe₂O₃ no concentrado magnético, embora o aumento de Al₂O₃ e a redução de SiO₂ no concentrado não-magnético tenham ficado abaixo do esperado.

Para a faixa -0,038 mm, a separação magnética a úmido mostrou-se ineficiente, com pouca recuperação mássica de concentrado magnético, divergindo de ARENARE (2009), indicando viabilidade técnica até 0,020 mm. Isso sugere uma inadequação das matrizes utilizadas e da preparação da polpa.

Na faixa de -4,75+1,18 mm, a rota a seco apresentou boa recuperação metalúrgica de Fe₂O₃ no concentrado magnético, mas com recuperação de Al₂O₃ baixa no concentrado não-magnético (indicando perdas de SiO₂ para o concentrado magnético).

Como pesquisas futuras se sugere: a ativação mecanoquímica associada à separação magnética; estudo da migração da caulinita ao concentrado magnético (LEONARDI, et. al, 2010); forte alcalinização do meio (baseado em relato de ZHOU (2023)), tanto para a polpa da separação magnética a úmido, quanto para a digestão Bayer; tratamento ácido (PRADO, 2012, ZHOU (2023)).

6. AGRADECIMENTOS

Agradecemos à empresa de beneficiamento de bauxita pela parceria no projeto, ao CNPq pelo apoio financeiro, ao CETEM e à UFRJ pela viabilização técnica deste trabalho, e ao LTM pelo empréstimo de equipamentos.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARENARE, D.S. Caracterização de amostras de bauxita visando a aplicação de métodos de concentração gravítica. 2009. Dissertação (Mestrado) - Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte (Brasil).

AUTHIER-MARTIN, M.; FORTÉ, G.; OSTAP, S.; SEE, J. The Mineralogy of Bauxite for Producing Smelter-Grade Alumina. JOM, v.53, n.12, p.36-40, 2001.

BALOMENOS, E.; PANIAS, D.; PASPALIARIS, I. Energy and Exergy Analysis of the Primary Aluminum Production Processes: A Review on Current and Future Sustainability. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, v.32, n.2, p.69-89, 2011.

FERREIRA, A.P. Caracterização tecnológica do rejeito da planta de beneficiamento de bauxita em Juruti-Pará. 2016. Dissertação (Mestrado) - Pró-Reitoria de Pesquisa, Pós-Graduação e Inovação Tecnológica, Universidade Federal do Oeste do Pará, Santarém (Brasil).

GRACE, W. Critical minerals and the energy transition. *Energy Strategy Reviews*, v.63, art.102039, 2026.

JOWITT, S.M.; MCNULTY, B.A. Battery and Energy Metals: Future Drivers of the Minerals Industry? *SEG Discovery*, n.127, p.11-16, 2021.

LEONARDI, F.A.; LADEIRA, F.S.B.; SANTOS, M. Perfis Bauxíticos do Planalto de Poços de Caldas SP/MG - Análise Geoquímica e Posição na Paisagem. *Revista de Geografia (Recife)*, n.especial 1, p.45-58, 2010.

MASSOLA, C.P. Flotação reversa da bauxita de Miraflores, MG. 2008. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo (Brasil).

PRADO, C.M.R. et al. Estudo da ativação ácida e tratamento térmico de bauxita extraída de jazidas em Minas Gerais, Brasil. *Cerâmica*, v.58, n.345, p.111-117, 2012.

RIBEIRO, F.S.; MELLO, P.S.G. Aplicação de separação magnética para concentração de finos de bauxita. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA, 19, 2002, Recife. Anais... Recife: UFPE/MRN, 2002. p.1-6.

SENYUTA, A.; PANOVA, A.; SUSS, A.; LAYNER, Y. Innovative Technology for Alumina Production from Low-Grade Raw Materials. In: LIGHT METALS, 2013, Warrendale. Proceedings of... Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2013. p.23-28.

SILVA, F.A.N.G. Caracterização estrutural e estudo de reatividade de bauxita com alto teor de sílica reativa. 2011. Tese (Doutorado) - Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro (Brasil).

ZHOU, G.T. et al. Toward sustainable green alumina production: A critical review on process discharge reduction from gibbsitic bauxite and large-scale applications of red mud. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, v.11, n.2, p.109433, 2023.

INFLUÊNCIA DO USO DE IMPERMEABILIZANTE EM ROCHAS NATURAIS, AGLOMERADAS E SINTERIZADAS

INFLUENCE OF THE USE OF WATERPROOFING AGENTS ON NATURAL, AGGLOMERATED, AND SINTERED STONES

Ketly Hanna Vieira Garcia

Aluna de Graduação da Engenharia de Minas, 5º período
Instituto Federal do Espírito Santo - IFES
Período bolsa iniciação científica FAPES: março a agosto de 2026
ketlyh2005@gmail.com

Mariane Costalonga de Aguiar

Orientadora, Química, D.Sc.
maguiar@cetem.gov.br

Evanizis Dias Frizzera Castilho

Coorientadora, Engenharia Civil, D.Sc.
evanizis@ifes.edu.br

RESUMO

As rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas são amplamente utilizadas na construção civil e na arquitetura devido às suas propriedades físicas e estéticas. Entretanto, a exposição a agentes manchantes pode comprometer sua aparência e durabilidade, tornando necessária a avaliação da eficiência de tratamentos superficiais. Este trabalho teve como objetivo avaliar a eficiência do uso de impermeabilizantes em rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas, com o intuito de investigar o comportamento dos materiais em contato com agentes manchantes. Inicialmente, foram determinadas a densidade aparente, a porosidade aparente e a absorção de água, conforme a ABNT NBR 15845-2. Posteriormente, amostras tratadas e não tratadas com impermeabilizante foram submetidas ao ensaio de resistência ao manchamento, utilizando metodologia adaptada da ABNT NBR 10545-14, com exposição a diferentes agentes manchantes. Os resultados demonstram que a rocha natural apresentou os maiores valores de porosidade aparente (0,88%) e absorção de água (0,31%), enquanto a rocha sinterizada apresentou os menores (0,20% e 0,09%, respectivamente). No ensaio de manchamento, a rocha sinterizada apresentou o melhor desempenho, seguida da rocha aglomerada, enquanto a rocha natural foi a mais suscetível à ação dos agentes manchantes. A aplicação do impermeabilizante promoveu melhoria na resistência ao manchamento para todos os materiais, embora sua eficiência tenha variado conforme o tipo de rocha. Os resultados demonstram que materiais com menores valores de porosidade e absorção de água tendem a apresentar maior resistência à penetração de líquidos, evidenciando a importância da caracterização física e da avaliação da eficiência dos impermeabilizantes para a seleção do tratamento mais adequado às diferentes aplicações.

Palavras-chave: Rochas ornamentais; impermeabilizante; resistência ao manchamento.

ABSTRACT

Natural, agglomerated, and sintered stones are widely used in civil construction and architecture due to their physical and aesthetic properties. However, exposure to staining agents can compromise their appearance and durability, making it necessary to evaluate the effectiveness of surface treatments. This study aimed to evaluate the effectiveness of waterproofing applied to natural, agglomerated, and sintered stones in order to investigate the behavior of these materials when exposed to staining agents. Initially, the apparent density, apparent porosity, and water absorption of the materials were determined according to ABNT NBR 15845-2. Subsequently, treated and untreated samples were subjected to a stain resistance test using a methodology

adapted from ABNT NBR 10545-14, with exposure to different staining agents. The results showed that the natural stone exhibited the highest apparent porosity (0,88%) and water absorption (0,31%), whereas the sintered stone presented the lowest values (0,20% and 0,09%, respectively). In the stain resistance test, the sintered stone showed the best overall performance, followed by the agglomerated stone, while the natural stone was the most susceptible to staining. The application of the waterproofing improved the stain resistance of all materials, although its effectiveness varied according to the type of stone. The results indicate that materials with lower porosity and water absorption tend to exhibit greater resistance to liquid penetration, highlighting the importance of physical characterization and evaluating the effectiveness of waterproofing for selecting the most appropriate treatment for different applications.

Keywords: Ornamental stones; waterproofing; stain resistance.

1. INTRODUÇÃO

As rochas naturais são amplamente empregadas na arquitetura e na construção civil devido à sua resistência, durabilidade e valor estético (Silva; Costa, 2022). O Brasil destaca-se entre os principais produtores mundiais de rochas ornamentais, enquanto o mercado tem registrado um crescimento na utilização de materiais aglomerados e sinterizados em revestimentos, pisos, fachadas e bancadas (Pazeto; Souza; Faitanin, 2020). Apesar dessa expansão, ainda são limitadas as informações sobre o desempenho desses materiais em condições reais de uso.

Entre os fatores que comprometem a durabilidade dos materiais rochosos destaca-se a penetração de fluidos, que pode ocasionar manchas permanentes e alterações estéticas, dependendo de propriedades como porosidade e absorção de água (Gonçalves, 2024). Nesse contexto, a aplicação de impermeabilizantes é uma alternativa para reduzir a absorção de líquidos e aumentar a proteção superficial. Entretanto, a eficiência desses produtos pode variar em função das características de cada material (Chen et al., 2023).

A determinação dos índices físicos, como densidade aparente, porosidade aparente e absorção de água, conforme a ABNT NBR 15845-2 (ABNT, 2015), fornece informações importantes sobre o comportamento dos materiais frente à penetração de fluidos e permite correlacionar essas propriedades com a resistência ao manchamento.

Diante da crescente utilização de rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas em aplicações arquitetônicas e da necessidade de ampliar o conhecimento sobre seu comportamento frente à ação de agentes potencialmente manchantes, a realização de estudos comparativos envolvendo esses materiais torna-se de extrema importância para o mercado.

2. OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo avaliar a eficiência do uso de impermeabilizantes em rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas, com o intuito de investigar o comportamento dos materiais em contato com agentes manchantes.

3. METODOLOGIA

Este trabalho consistiu em uma pesquisa experimental conduzida em laboratório, na qual foram avaliadas rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas por meio da determinação dos ensaios de índices físicos (densidade aparente, porosidade e absorção de água) e resistência ao manchamento.

Inicialmente, foram determinados os índices físicos dos materiais, incluindo densidade aparente, porosidade aparente e absorção de água, conforme os procedimentos estabelecidos pela ABNT NBR 15845-2. Para essa etapa, foram utilizados 10 corpos de prova de cada tipo de rocha, com dimensões de 50 mm × 50 mm.

Após a determinação dos índices físicos, foi aplicado um impermeabilizante em 9 corpos de prova de cada tipo de rocha (natural, aglomerada e sinterizada), totalizando 27 amostras

tratadas. A aplicação foi realizada conforme as recomendações do fabricante, sendo respeitado um período de cura de 10 dias antes da realização do ensaio de resistência ao manchamento.

O ensaio de resistência ao manchamento foi realizado em corpos de prova com dimensões de 50 mm × 50 mm, utilizando metodologia adaptada da ABNT NBR 10545-14. As amostras, tratadas e não tratadas com impermeabilizante, foram expostas durante 24 horas a diferentes agentes manchantes, incluindo compostos penetrantes, como óxido de cromo (Cr_2O_3 - pasta verde) e óxido de ferro (Fe_2O_3 - pasta vermelha), além de produtos de uso doméstico, como azeite, mostarda, ketchup, vinho, café e limão.

Após o período de exposição, a resistência ao manchamento foi avaliada por meio de uma escala de classificação de 1 a 4. O índice 4 correspondeu à remoção da mancha apenas com água quente; o índice 3 indicou remoção com produto de limpeza de baixa ação, como detergente neutro; o índice 2 correspondeu à necessidade de utilização de produto de limpeza de maior ação, como pasta multiuso; e o índice 1 indicou a permanência da mancha, mesmo após os procedimentos de limpeza.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos índices físicos (Figura 1) evidenciam diferenças entre as rochas naturais, aglomeradas e sinterizadas quanto à densidade aparente, porosidade aparente e absorção de água.

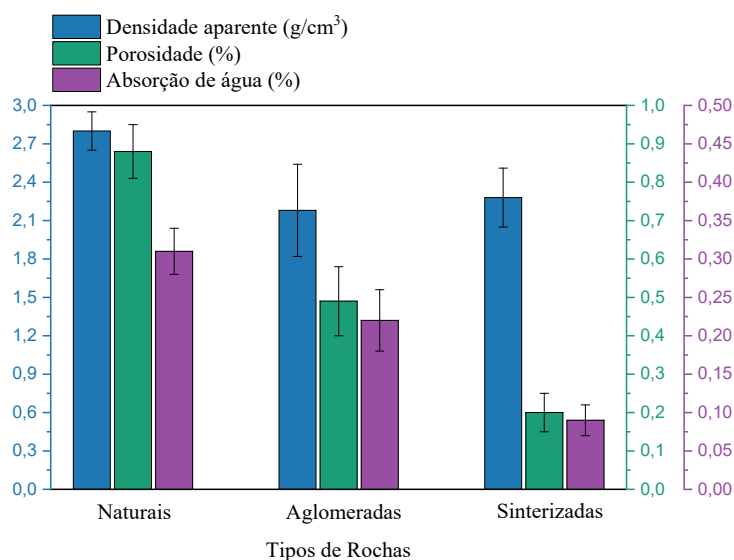


Figura 1: Índices físicos das rochas naturais, aglomeradas e sinterizada.

A rocha natural apresentou a maior densidade aparente ($2,80 \text{ g}/\text{cm}^3$), seguida da rocha sinterizada ($2,28 \text{ g}/\text{cm}^3$) e da rocha aglomerada ($2,18 \text{ g}/\text{cm}^3$). Em relação à porosidade aparente e à absorção de água, a rocha natural apresentou os maiores valores (0,88% e 0,31%, respectivamente), enquanto a rocha sinterizada apresentou os menores (0,20% e 0,09%). A rocha aglomerada apresentou comportamento intermediário (0,49% e 0,22%) para ambas as propriedades. A relação observada entre porosidade aparente e absorção de água está de acordo com Callister e Rethwisch (2021), que afirmam que a absorção de água depende da presença de poros abertos e interconectados, favorecendo a penetração de fluidos no material. Assim, os resultados obtidos indicam que materiais com menores valores de porosidade tendem a apresentar menor absorção de água, característica desejável em aplicações sujeitas à exposição frequente a líquidos.

Os resultados obtidos por meio do ensaio de resistência ao manchamento estão apresentados na Figura 2.

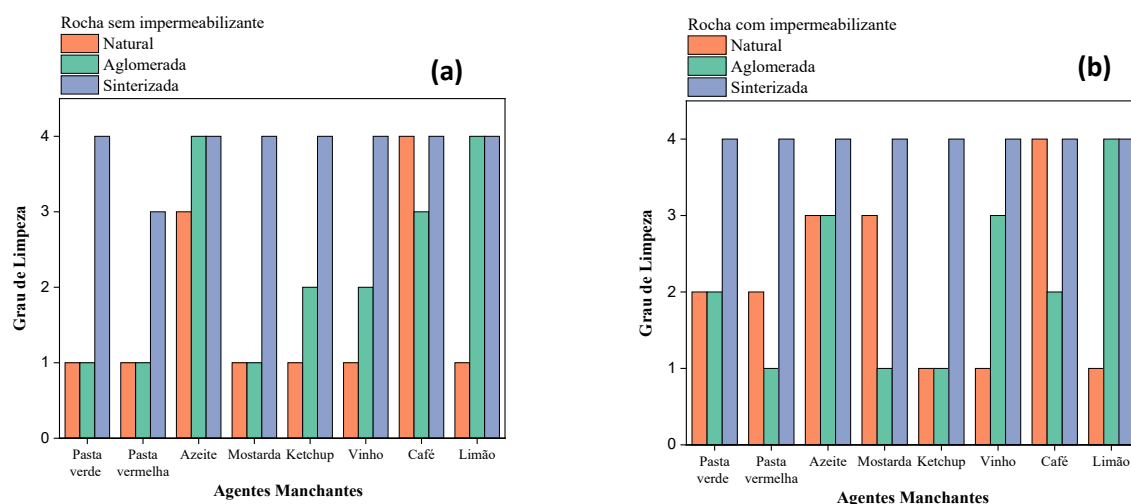


Figura 2: Resistência ao manchamento Gráfico Figura (a): sem impermeabilizante; Gráfico Figura (b): com impermeabilizante.

De maneira geral, a rocha sinterizada apresentou o melhor desempenho frente aos agentes manchantes, mesmo na condição sem impermeabilização, obtendo classificação 4 para praticamente todos os agentes avaliados. Após a aplicação do impermeabilizante, todas as manchas foram removidas apenas com água quente, indicando elevada resistência ao manchamento.

A rocha aglomerada apresentou comportamento intermediário. Sem impermeabilização, os agentes manchantes promoveram maior dificuldade de remoção das manchas. Com a aplicação do impermeabilizante, observou-se melhora na resistência ao manchamento para alguns agentes, embora o tratamento não tenha eliminado completamente a suscetibilidade do material.

A rocha natural apresentou o desempenho menos favorável, registrando maior número de manchas permanentes antes da aplicação do impermeabilizante. Após o tratamento com impermeabilizante, verificou-se melhora na remoção de alguns agentes manchantes, entretanto, ketchup, vinho e limão permaneceram classificados como manchas de difícil remoção. Esse comportamento é compatível com os resultados dos índices físicos, uma vez que esse material apresentou os maiores valores de porosidade aparente e absorção de água, propriedades relacionadas à maior facilidade de penetração de líquidos (Callister; Rethwisch, 2021).

Os resultados também demonstram que a eficiência do impermeabilizante variou conforme o tipo de material avaliado. De acordo com Almeida e Silveira (2022), a resposta aos tratamentos impermeabilizantes depende das características físicas das rochas, podendo variar conforme o tipo de material, o acabamento superficial e a quantidade de produto aplicada. Os autores ressaltam ainda que a proteção superficial deve ser avaliada individualmente para cada rocha, uma vez que um mesmo impermeabilizante pode apresentar desempenhos distintos em diferentes materiais e condições de acabamento.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos demonstraram que os índices físicos influenciaram o comportamento das rochas frente ao manchamento, sendo observada uma relação entre menores valores de porosidade aparente e absorção de água e maior resistência aos agentes manchantes. Entre os materiais avaliados, a rocha sinterizada apresentou o melhor desempenho, enquanto a rocha natural foi a mais suscetível ao manchamento. A aplicação do impermeabilizante contribuiu para melhorar a resistência ao manchamento em todos os materiais, embora sua eficiência tenha variado conforme o tipo de rocha. Dessa forma, os resultados evidenciam a importância da caracterização física dos materiais e da avaliação prévia da eficiência dos impermeabilizantes para a definição do tratamento mais adequado às diferentes aplicações.

6. AGRADECIMENTOS

À FAPES, pelo apoio financeiro e concessão da bolsa (Processo nº 000000/0000-0), ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI) e Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), pela infraestrutura disponibilizada e pelo suporte ao desenvolvimento da pesquisa e à Lahís Menon de Almeida pelo apoio técnico e valiosa contribuição para a execução deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 10545-14: placas cerâmicas: Parte 14: determinação da resistência ao manchamento. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15845-2: rochas para revestimento: Parte 2: determinação da densidade aparente, da porosidade aparente e da absorção de água. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

ALMEIDA, Phillipe Fernandes de; SILVEIRA, Leonardo Luiz Lyrio da. Proposta metodológica para avaliação do desempenho de impermeabilizantes aplicados em rochas ornamentais. In: JORNADA DO PROGRAMA DE CAPACITAÇÃO INSTITUCIONAL – PCI/CETEM, 11., 2022, Rio de Janeiro. Anais [...] Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2022. p. 186-192.

ALVAREZ DE BUERGO BALLESTER, M.; FORT GONZÁLEZ, R. Basic methodology for the assessment and selection of water-repellent treatments applied on carbonatic materials. *Progress in Organic Coatings*, Amsterdam, v. 43, n. 4, p. 258-266, 2001.

CALLISTER JUNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2021.

CHEN, Xiaolin; DE KOCK, Tim; CNUDE, Veerle; VAN DEN BOSSCHE, Nathan. The influence of material characteristics and environmental circumstances on the efficiency of water repellent treatments of historic facades. *Construction and Building Materials*, Amsterdam, v. 386, art. 131610, 2023.

GADIOLI, Mônica Castoldi Borlini et al. Rochas aglomeradas: uma alternativa tecnológica e ambiental para a utilização dos resíduos de rochas ornamentais. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2021. 44 p. (Série Tecnologia Ambiental, 115).

GONÇALVES, Marcela Almeida dos Santos. Resistência ao manchamento de rochas para revestimento: análise comparativa entre um gnaisse, um quartzito e uma rocha aglomerada. 2024. 32 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Minas) – Instituto Federal do Espírito Santo, Campus Cachoeiro de Itapemirim, Cachoeiro de Itapemirim, 2024.

PAZETO, Abiliane de Andrade; SOUZA, Tânia Cleiciane Barbosa; FAITANIN, Bruna Xavier. Estudo comparativo entre propriedades tecnológicas de rochas aglomeradas e rochas naturais. *Geociências*, Rio Claro, v. 39, n. 4, p. 1063-1077, 2020.

SILVA, Hieres Vetorazzi da; COSTA, Antonio Gilberto. Caracterização físico-mecânica de rochas ornamentais do Brasil: determinação de densidade aparente, porosidade, absorção hídrica e capilaridade. *Geociências*, Rio Claro, v. 41, n. 2, p. 463-480, 2022.

METODOLOGIA DO FLUXO LTBT NA ANÁLISE DA CFEM E DA GESTÃO TERRITORIAL: PROPOSTA E APLICAÇÃO AO CIRCUITO DO CAULIM EM VITÓRIA DO JARI (AP)

LTBT FLOW METHODOLOGY IN THE ANALYSIS OF CFEM AND TERRITORIAL MANAGEMENT: PROPOSAL AND APPLICATION TO THE KAOLIN CIRCUIT IN VITÓRIA DO JARI (AP)

Kevin Delinsk Bomfim Stadler

Aluno de Graduação de Física 6º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ)
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: setembro de 2025 a janeiro de 2027
kstadler.fis@ufrj.br

Fábio Giusti Azevedo de Britto

Orientador, formação acadêmica, D.Sc.
COPTM/CETEM
fgbritto@cetem.gov.br

Luciana Marelli Mofati

Coorientadora, Geógrafa, D.Sc.
Bolsista PCI-DA
lumofati@gmail.com

RESUMO

A mineração é um vetor econômico relevante no Brasil, mas gera externalidades socioambientais que extrapolam os limites dos municípios produtores. Para amenizar esses impactos, a Lei nº 13.540/2017 incluiu municípios afetados por infraestruturas de logística e transporte no rateio da Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM). Contudo, persistem lacunas na delimitação objetiva dessas áreas no espaço geográfico. Este trabalho objetiva propor e aplicar a metodologia do Fluxo LTBT (Lavra, Transporte, Beneficiamento e Transformação) como um modelo de auditoria territorial do circuito produtivo mineral. Baseando-se em pesquisa exploratória e estudo de caso do caulim em Vitória do Jari (AP), operado pela CADAM S.A., o modelo revelou a fragmentação espacial entre a lavra amapaense e o beneficiamento e escoamento no Pará. Essa dispersão gera desafios na repartição fiscal da CFEM e expõe Vitória do Jari a expressivos passivos ambientais e déficits estruturais, apesar do repasse de R\$ 43,76 milhões acumulados entre 2010 e 2024. Conclui-se que o modelo LTBT é eficaz para mapear desconexões territoriais e balizar a governança tributária. Adicionalmente, destaca-se que o aproveitamento tecnológico de rejeitos caulínicos para sintetizar zeólitas e metacaulim surge como alternativa promissora para converter passivos em ativos sustentáveis no Vale do Jari.

Palavras chave: Mineração; CFEM; caulim; logística mineral; fluxo LTBT.

ABSTRACT

Mining is a significant economic driver in Brazil, yet it generates socio-environmental externalities that extend beyond the borders of producing municipalities. To mitigate these impacts, Law No. 13,540/2017 included municipalities affected by logistic and transport infrastructure in the distribution of the Financial Compensation for the Exploitation of Mineral Resources (CFEM). However, gaps persist in the objective spatial delineation of these areas. This study aims to propose and apply the LTBT Flow (Extraction, Transport, Processing, and Transformation) methodology as a territorial audit model for the mineral production chain. Based on exploratory research and a case study of kaolin in Vitória do Jari (AP), operated by

CADAM S.A., the model revealed the spatial fragmentation between extraction in Amapá and processing and shipping in Pará. This dispersion creates challenges in the fiscal distribution of the CFEM and exposes Vitória do Jari to significant environmental liabilities and structural deficits, despite cumulative transfers of R\$ 43.76 million between 2010 and 2024. It is concluded that the LTBT model is effective for mapping territorial disconnections and guiding tax governance. Additionally, it is highlighted that the technological reuse of kaolin tailings to synthesize zeolites and metakaolin emerges as a promising alternative to convert liabilities into sustainable assets in the Jari Valley.

Keywords: Mining, CFEM, kaolin, mineral logistic; LTBT flow.

1. INTRODUÇÃO

A atividade minerária figura como um dos vetores estruturantes da economia brasileira exercendo papel determinante na arrecadação fiscal e no desenvolvimento socioeconômico regional. Não obstante sua relevância econômica, a exploração de recursos minerais deflagra repercussões de ordem ambiental, social, logística e territorial que transpassam as fronteiras administrativas do município minerador. Visando a mitigação financeira dessas externalidades, a Constituição Federal de 1988 instituiu a Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM) - posteriormente normatizada pelas Leis nº 7.990/1989 e nº 8.001/1990 e substancialmente reformulada pela Lei nº 13.540/2017. O principal avanço decorrente desta revisão legislativa constitui a incorporação dos “municípios afetados pela atividade de mineração”, chancelando o reconhecimento de que localidades não produtoras integram a cadeia de valor mineral ao sediarem etapas de transporte (ferrovias e minerodutos) ou ao suportarem o desgaste da infraestrutura logística (operações portuárias de escoamento, instalações de beneficiamento industrial e estruturas de disposição de rejeitos). Contudo, persistem lacunas metodológicas no que tange à delimitação objetiva dos entes federativos efetivamente impactados. Embora o arcabouço normativo estabeleça balizas para o rateio dos recursos da CFEM, carece-se de um instrumental analítico capaz de contemplar, de maneira sistêmica, as articulações da cadeia produtiva mineral e suas respectivas reflexões no espaço geográfico (ANM, 2024). No caso do caulim explorado na bacia do Rio Jari, a extração mineral ocorre no município de Vitória do Jari (Amapá), enquanto o transporte minerodutoviário, o beneficiamento e a infraestrutura portuária situam-se em Munguba (Distrito de Almeirim, Pará). Essa dinâmica fracionada expõe o município produtor primário aos passivos ambientais e territoriais da lavra (ex.: barragens de rejeitos e pressão sobre infraestruturas urbanas), enquanto parte expressiva das etapas industriais e de agregação de valor ocorre além de suas fronteiras estaduais e municipais. Para conferir transparência e rigor analítico a esse ecossistema tributário e logístico, faz-se necessária a aplicação de ferramentas metodológicas integradas. Assim, este trabalho propõe uma abordagem alicerçada no Fluxo LTBT (Lavra/Produção, Transporte, Beneficiamento e Transformação), com a premissa de que a mineração se estrutura como uma rede cujas fases operacionais se dispersam espacialmente. Ao sistematizar tais etapas sob a perspectiva de um fluxo contínuo, viabiliza-se a apreensão dos vetores de propagação das externalidades no território, bem como a identificação dos atores e espaços submetidos às especificidades de cada etapa produtiva. Para validar a execução do modelo proposto, adota-se como estudo de caso o município de Vitória do Jari, situado no estado do Amapá, no qual o circuito espacial produtivo do caulim sintetiza uma cadeia integrada de articulação entre extração, beneficiamento e escoamento.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo aplicar a metodologia do Fluxo LTBT para a análise espacial sistemática do trajeto do Caulim oriundo do município de Vitória do Jari, bem como do impacto econômico e fiscal em municípios mineradores, estabelecendo um modelo de auditoria territorial que auxilie na compreensão do impacto e na avaliação da distribuição da CFEM para municípios afetados por infraestrutura logística e portuária.

3. METODOLOGIA

O presente estudo caracteriza-se como uma pesquisa exploratória de abordagem qualitativa, fundamentada nos procedimentos da pesquisa bibliográfica e da análise documental dividida em três fases principais:

- Fase 1: Concepção Teórica do Fluxo LTBT
- Fase 2: Coleta de Dados e Caracterização Territorial
- Fase 3: Análise Integrada e Estudo de Caso

3.1. Concepção Teórica da Metodologia do Fluxo LTBT

A metodologia do Fluxo LTBT (Lavra/Produção, Transporte, Beneficiamento e Transformação) foi desenvolvida pelo Núcleo de Estudos Território e Mineração (NETMin), do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI). Trata-se de uma abordagem desenhada para apoiar a gestão territorial, o planejamento público e a formulação de políticas econômicas e socioambientais no que tange às regiões sob influência das atividades minerárias, com a finalidade central de compreender as implicações logísticas da cadeia produtiva e prover uma visão sistêmica da cadeia de valor dos minerais industriais. Para cumprir esse propósito, a metodologia decompõe a cadeia produtiva mineral em quatro nós analíticos encadeados:

Lavra/Produção: Mapeamento do ponto de extração do minério bruto (run of mine - ROM)

Transporte: Identificação dos modais logísticos de escoamento (minerodutos, rodovias, ferrovias e vias fluviais) e das zonas territoriais cortadas pela infraestrutura.

Beneficiamento: Mapeamento das unidades físicas/químicas de processamento mineral e geração de rejeitos.

Transformação: Análise dos elos de consumo industrial, agregação de valor local/regional e potencial de economia circular.

3.2. Coleta de Dados

Para a base de dados, foi realizado o enquadramento legal através do inventário e a análise do arcabouço normativo regulatório da CFEM, contemplando a Constituição Federal de 1988, as Leis nº 7.990/1989, nº 8.001/1990 e nº 13.540/2017, além dos atos normativos expedidos pela Agência Nacional de Mineração (ANM) pertinentes à distribuição da receita arrecadada. Adicionalmente, como bases de dados secundárias, realizou-se a análise dos dados do Anuário Mineral Brasileiro (ANM) e dados do IBGE. Paralelamente, foi feita a revisão documental de informações de mercado publicadas na Brasil Mineral sobre a empresa KaMin LLC / CADAM S.A, além de ações do Ministério Público do Estado do Amapá (MP-AP) e do Informativo Vitória do Jari - Amapá (GIUSTI et al., 2026).

3.3. Estudo de Caso

A metodologia foi aplicada ao estudo empírico do circuito espacial produtivo do caulim no município de Vitória do Jari (AP). Para tanto, a partir dos dados respectivos ao desenvolvimento socioeconômico do município, além do uso e dotação mineral do Caulim (GIUSTI et al. 2026) e bases de dados da Brasil Mineral, bem como de informações da própria empresa (KaMin/CADAM) foi possível mapear as rotas logísticas, os nós de beneficiamento e os vetores de destinação da produção.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Como principal contribuição analítica desta investigação, apresenta-se o construto metodológico denominado Fluxo LTBT, fundamentado na articulação sistêmica de quatro dimensões operacionais do circuito mineral: Lavra/Produção, Transporte, Beneficiamento e Transformação. Em contraposição às abordagens convencionais – historicamente restritas ao locus da extração –, o modelo proposto apreende a mineração sob a ótica de um sistema territorial integrado, no qual os diferentes entes municipais desempenham funções especializadas no âmbito da divisão territorial do trabalho.

4.1. Panorama Socioeconômico e Territorial de Vitória do Jari (AP)

O município de Vitória do Jari situa-se no extremo sul do Estado do Amapá. Com área territorial de aproximadamente 2.508,98 km² e população recenseada de 11.291 habitantes (2022) (estimada em 11.899 em 2025), o município apresenta um Índice de Desenvolvimento Humano Municipal (IDHM) de 0,619, abaixo da capital Macapá (0,733).

Tabela 1: Comparativo socioeconômico de Vitória do Jari com a capital do estado Macapá.

Indicador Socioeconômico	Vitória do Jari (AP)	Macapá (Capital)
População (2022)	11.291 pessoas	442.933 pessoas
PIB per capita (2023)	R\$ 26.884,18	R\$ 41.701,25
Rendimento nominal mensal per capita de até ½ salário mínimo (2010)	51,2%	39,0%
Esgotamento Sanitário (2022)	5,47%	15,52%
Urbanização de Vias Públicas (2010)	0%	8,8%

Fonte: IBGE Cidades, 2026.

A economia local é caracterizada por forte dependência do funcionalismo público local e de empregos na indústria vizinha de celulose (Jari Celulose, em Monte Dourado/PA), além de cooperativas extrativistas (açaí, castanha-do-pará e madeira manejada) (Governo do Estado do Amapá, 2026). O município abriga também a Reserva Extrativista do Rio Cajari, cobrindo cerca de 16% de seu território no setor norte (ICMBio).

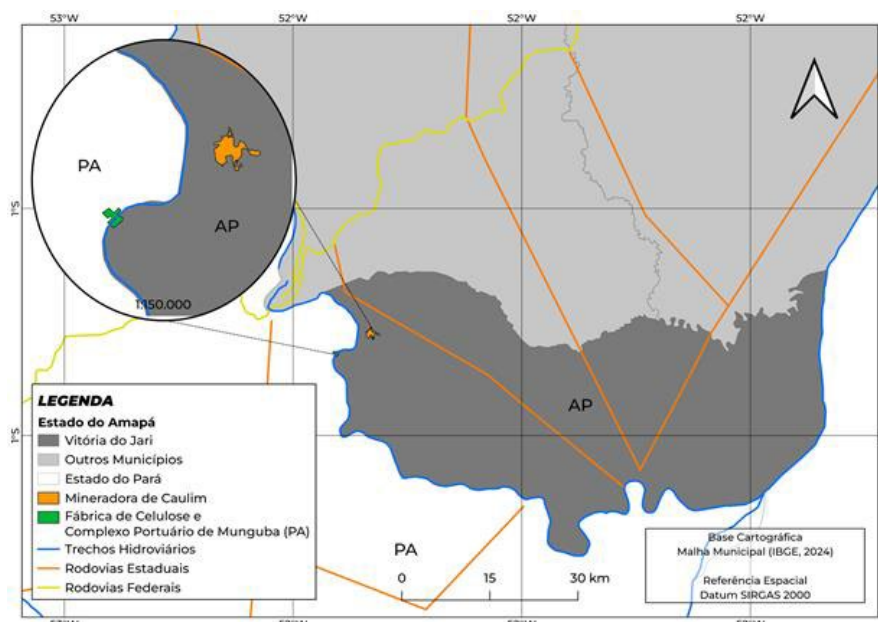
4.2. Aplicação do Fluxo LTBT

A empresa regente do circuito do caulim na região é a CADAM S.A. Em 2012, a Vale S.A. alienou sua participação de 61,5% na CADAM S.A. para a estadunidense KaMin LLC pelo valor de US\$ 30,1 milhões (Vale, 2012). A Aplicação do modelo LTBT ao caso revela a seguinte configuração espacial e operacional.

Tabela 2: Matriz do fluxo LTBT aplicado ao caulim em Vitória do Jari (AP).

Etapa LTBT	Infraestrutura / Atores Associados	Escopo Geográfico / Operacional
Lavra / Produção	Mina Morro do Felipe / KaMin/CADAM	Localizada em Vitória do Jari, tem capacidade de 1,6Mt/ano de ROM
Transporte	Mineroduto / KaMin/CADAM	Executa a travessia interestadual (Amapá - Pará) com escoamento em polpa por tubulação de 5,8km de extensão.
Beneficiamento	Usina / KaMin/CADAM	Planta de beneficiamento em Vila Munguba (Almeirim/PA) com capacidade de 700 mil t/ano, onde também está localizado o complexo portuário marítimo-fluvial.
Transformação	Mercado Global	Direcionado predominantemente ao mercado de revestimento de papel (couché), tintas, borrachas e plásticos.

Fonte: Elaboração própria com base nos dados da Brasil Mineral e KaMin/CADAM.



Fonte: Vitória do Jari, Amapá: informativo, CETEM/NETMin, 2026.

Figura 1: Mapa de localização da mineradora CADAM S.A., fábrica de papel e complexo portuário.

4.3. CFEM

A base de cálculo da CFEM incide sobre o faturamento líquido da venda do produto mineral. A alíquota é distribuída conforme os seguintes percentuais regulamentados pela Lei nº 13.540/2017: 7% para a Agência Nacional de Mineração (ANM); 1% para o Fundo Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (FNDCT); 1,8% para o Centro de Tecnologia Mineral (CETEM); 0,2% para o IBAMA; 15% para o Estado onde ocorre a produção; 60% para o Município onde ocorre a produção; 15% para Municípios afetados pela atividade mineral (quando a produção não ocorre em seu território). Caso o município possua direito ao repasse

simultaneamente como produtor e afetado, prevalece o critério que lhe conceder o maior valor financeiro. No circuito da CADAM S.A., a separação entre a Mina Morro do Felipe (Vitória do Jari/AP) e a Usina de Beneficiamento/Porto de Munguba (Almeirim/PA) levantou intensos debates jurídicos e fiscais. Como a extração bruta (Lavra) ocorre em Vitória do Jari (AP), o município possui direito à cota de 60% como município produtor. Contudo, devido a disputas sobre o ponto de ocorrência do faturamento líquido e ao transporte via mineroduto para outro estado, o Ministério Público do Estado do Amapá (MP-AP) passou a acompanhar a devida distribuição dos valores arrecadados pela ANM. Apesar de ser o segundo maior município beneficiado pela CFEM da substância caulim no Brasil entre 2010 e 2024 (atrás apenas de Ipixuna do Pará/PA) com uma arrecadação de R\$43,76mi (ANM, 2026), Vitória do Jari sofre com a fragilidade na gestão pública e na aplicação dessas receitas (MP-AP). O Tribunal de Contas do Estado do Amapá (TCE-AP) apontou recorrentes falhas na governança e na transparência do uso desses recursos pelo poder público municipal.

4.4. Riscos Socioambientais e Oportunidades de Agregação de Valor

A extração mineral e as etapas iniciais de beneficiamento do caulim demandam intensa alteração da paisagem e supressão vegetal, além do manejo de grandes volumes de rejeitos sólidos e efluentes do processo de lavagem e purificação (LUZ et al., 2008). A gestão contínua desses rejeitos caulíníticos constitui um passivo socioambiental permanente no território, demandando monitoramento constante quanto à qualidade dos recursos hídricos e da cobertura vegetal nas áreas do entorno da bacia do Rio Jari. O município também apresenta 0% de vias urbanizadas e apenas 5,47% de esgotamento sanitário adequado (IBGE, 2022). Além disso, episódios recorrentes de cheias no Rio Jari afetam desproporcionalmente populações vulneráveis (com 56% dos lares em áreas de risco chefiadas por mulheres)(PRUDÊNCIO et al., 2025). A vocação mineral do caulim não deve se limitar à exportação de matéria-prima bruta ou purificada. Há um vasto potencial tecnológico para a síntese de zeólitas (especialmente Zeólita A/NaA) a partir da calcinação de rejeitos caulíníticos da Mina do Jari e tratamento hidrotérmico alcalino (SILVA FILHO et al., 2015). As zeólitas possuem alto valor agregado e aplicação no tratamento de efluentes, adsorção de metais pesados e despoluição ambiental (MAIA et al., 2015). Outras rotas incluem o desenvolvimento de metacaulim para cimentos de baixa pegada de carbono e cerâmica vermelha (tijolos, telhas e revestimentos) (GIUSTI et al., 2026).

5. CONCLUSÕES

A metodologia do Fluxo LTBT demonstrou ser um instrumento conceitual e analítico eficaz para mapear as desconexões territoriais entre a extração (Lavra), a logística (Transporte), o beneficiamento (Beneficiamento) e a agregação de valor (Transformação) na mineração brasileira. Analisando a cidade de Vitória do Jari (AP), percebe-se que, embora o município receba repasses expressivos da CFEM por sediar a Mina Morro do Felipe (CADAM/KaMin), o retorno em termos de qualidade de vida, infraestrutura básica e saneamento é criticamente baixo. A verticalização produtiva regional, com apoio a estudos tecnológicos de aproveitamento dos rejeitos de caulim para a fabricação de zeólitas, metacaulim, bem como produtos finais de papel revestido, tijolos e telhas pode representar o caminho mais promissor para transformar o passivo socioambiental em ativos econômicos de longo prazo para o Vale do Jari.

6. AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha sincera gratidão ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo apoio financeiro através da bolsa de iniciação científica, que foi fundamental para a realização deste estudo. Agradeço aos pesquisadores, Fábio Giusti e Luciana Mofati pelas orientações para o respectivo trabalho. Por fim, gostaria de agradecer aos pesquisadores do NetMin pela colaboração.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (Brasil). Anuário Mineral Brasileiro. Brasília, DF: ANM, 2026.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (Brasil). Guia fácil CFEM: municípios afetados. Brasília, DF: ANM, 2024. Disponível em: https://www.gov.br/anm/pt-br/centrais-de-conteudos/manuais-e-procedimentos/guia-facil-cfem_municipios-afetados.pdf. Acesso em: 18 jul. 2026.

AMAPÁ (Estado). Governo do Estado do Amapá. Vitória do Jari. Macapá: Governo do Amapá, 2026. Disponível em: <https://cidades.portal.ap.gov.br/conteudo/municipios/vitoria-do-jari>. Acesso em: 15 jul. 2026.

BRASIL. Constituição (1988). Constituição da República Federativa do Brasil de 1988. Brasília, DF: Presidência da República, 1988. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/constituicao/constituicao.htm. Acesso em: 15 jul. 2026.

BRASIL. Lei nº 7.990, de 28 de dezembro de 1989. Institui a compensação financeira pelo resultado da exploração de recursos minerais. Brasília, DF: Presidência da República, 1989. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/17990.htm. Acesso em: 15 jul. 2026.

BRASIL. Lei nº 8.001, de 13 de março de 1990. Define os percentuais da distribuição da compensação financeira... Brasília, DF: Presidência da República, 1990. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/18001.htm. Acesso em: 15 jul. 2026.

BRASIL. Lei nº 13.540, de 18 de dezembro de 2017. Altera as Leis nºs 7.990, de 28 de dezembro de 1989, e 8.001, de 13 de março de 1990... Brasília, DF: Presidência da República, 2017. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2015-2018/2017/lei/113540.htm. Acesso em: 15 jul. 2026.

BRASIL MINERAL. Cadam. São Paulo: Brasil Mineral, 2025. Disponível em: <https://www.brasilmineral.com.br/maiores/cadam>. Acesso em: 15 jul. 2026.

GIUSTI, Fábio A. B. et. al. Vitória do Jari, Amapá: informativo. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2026. Disponível em: <https://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/3022>.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). Panorama: Vitória do Jari. Rio de Janeiro: IBGE, 2026. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/ap/vitoria-do-jari/panorama>. Acesso em: 15 jul. 2026.

INSTITUTO CHICO MENDES DE CONSERVAÇÃO DA BIODIVERSIDADE (ICMBio). Plano de manejo da Reserva Extrativista do Rio Cajari. Brasília, DF: ICMBio, 2025. Disponível em: https://www.gov.br/icmbio/pt-br/assuntos/biodiversidade/unidade-de-conservacao/unidades-de-biomas/amazonia/lista-de-ucs/resex-do-rio-cajari/arquivos/pm_resex_rio_cajari_versao_final-1.pdf. Acesso em: 18 jul. 2026.

KAMIN LLC. América Latina. [S. l.]: KaMin, [s.d.]. Disponível em: <https://www.kamin.com/pt/company/latin-america>. Acesso em: 15 jul. 2026.

LUZ, A. B.; Campos, A. R.; Carvalho, E. A.; Bertolino, L. C.; Scorzelli, R. B. Argila - Caulim. In: Rochas e Minerais Industriais no Brasil: usos e especificações. 2. ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2008. p. 255-294.

MAIA, Ana A. B. et al. Utilização de rejeito de caulim da Amazônia na síntese de zeólita A. *Cerâmica*, São Paulo, v. 53, n. 237, p. 319-324, set. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0366-69132007000300017>

MINISTÉRIO PÚBLICO DO ESTADO DO AMAPÁ (MPAP). MP-AP visita mineradora e debate compensação financeira pela exploração de recursos minerais em Vitória do Jari. Macapá: MPAP, 2020. Disponível em: <https://mpap.mp.br/noticias/gerais/mp-ap-visita-mineradora-e-debate-compensacao-financeira-pela-exploracao-de-recursos-minerais-em-vitoria-do-jari>. Acesso em: 29 jul. 2026.

PRUDÊNCIO, Maria Clara et al. Vitória do Jari, no sul do Amapá, expõe desigualdade climática com mulheres chefiando casas em áreas de risco. *InfoAmazonia*, 3 jul. 2025. Disponível em: <https://infoamazonia.org/2025/07/03/vitoria-do-jari-no-sul-do-amapa-expoe-desigualdade-climatica-com-mulheres-chefiando-casas-em-areas-de-risco/>. Acesso em: 29 jul. 2026.

SILVA FILHO, Severino H. da. et al. Síntese da Zeólita A com elevado grau de ordem estrutural a partir de um rejeito de caulim da região do Jari, *Perspectiva*, Erechim, v. 39, n. 147, p. 67-72, set. 2015.

ESTUDOS DE COLETORES ALTERNATIVOS PARA FLOTAÇÃO REVERSA DE MINÉRIO DE FERRO

STUDIES ON ALTERNATIVE COLLECTORS FOR REVERSE IRON ORE FLOTATION

Larissa Guerra Ricardo

Aluna de Graduação de Química Industrial, 3º período, Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC/CETEM: fevereiro de 2026 a agosto de 2026,
larissaguerra@eq.ufrj.br

Elves Matiolo

Orientador, Engenheiro de Minas, D.Sc.
ematiolo@cetem.gov.br

Gabriel Dutra de Oliveira

Coorientador, Químico Industrial, B.Sc.
gabrieldutr.o@gmail.com

RESUMO

Este trabalho apresenta o estudo de flotação em escala contínua na Mini Planta Piloto (MPP), realizados com uma amostra da alimentação da flotação de uma planta concentradora de hematita do Quadrilátero Ferrífero (MG). O objetivo foi comparar o desempenho de dois coletores alternativos do tipo amida/amina, utilizados sem a adição de depressor, com o circuito convencional de flotação reversa, que emprega amina como coletor e amido de milho gelatinizado como depressor, avaliando seus efeitos sobre o teor e a recuperação metalúrgica de ferro nos concentrados finais. O circuito utilizado consistiu em etapas *rougher* e *scavenger* em células mecânicas, e *cleaner* e *recleaner* em colunas. Os resultados mostraram que o coletor 1 (150 g/t) atingiu teor de Fe de 66,4% e SiO₂ de 1,7%, com recuperação metalúrgica de 91,5%. O coletor 2 (130 g/t) obteve teor de Fe de 65,6% e SiO₂ de 1,4% (recuperação de 91,3%). Ambas as alternativas superaram o circuito padrão com reagentes convencionais (60,0% de Fe, 4,8% de SiO₂ e 84,3% de recuperação). Conclui-se que os novos coletores se apresentaram como uma alternativa ao conceito aplicado atualmente que envolve a adição de depressor em conjunto com o coletor. A exclusão do depressor dos circuitos em escala industrial pode significar ganhos importantes tanto do ponto de vista financeiro como na simplificação dos atuais sistemas de dosagem de reagentes.

Palavras chave: Minério de ferro, coletor, flotação reversa.

ABSTRACT

This study presents a continuous-scale flotation investigation conducted at a Mini Pilot Plant (MPP) using a flotation feed sample from a hematite concentrator in the Iron Quadrangle (Minas Gerais, Brazil). The objective was to compare the performance of two alternative amide/amine-type collectors—used without a depressant—against a conventional reverse flotation circuit employing amine as the collector and gelatinized corn starch as the depressant, specifically evaluating their impact on iron grade and metallurgical recovery in the final concentrates. The circuit comprised rougher and scavenger stages using mechanical cells, followed by cleaner and recleaner stages using flotation columns. Results showed that Collector 1 (150 g/t) achieved an Fe grade of 66.4% and SiO₂ content of 1.7%, with a metallurgical recovery of 91.5%. Collector 2 (130 g/t) yielded an Fe grade of 65.6% and SiO₂ content of 1.4% (91.3% recovery). Both alternatives outperformed the standard circuit using conventional reagents (60.0% Fe, 4.8% SiO₂, and 84.3% recovery). It is concluded that these new collectors

offer a viable alternative to the current practice of adding a depressant alongside the collector. Eliminating the depressant from industrial-scale circuits could lead to significant benefits, both financially and through the simplification of existing reagent dosing systems.

Keywords: Ore iron, collector, revers flotation.

1. INTRODUÇÃO

Na indústria do minério de ferro, a flotação catiônica reversa consolidou-se como a principal rota de beneficiamento para remoção de minerais de ganga silicatada, especialmente em minérios itabiríticos de baixo teor, nos quais os silicatos são flotados enquanto os minerais de ferro permanecem na polpa. No Brasil, segundo maior produtor mundial de minério de ferro, cerca de 60% da produção é concentrada por esse processo, evidenciando sua relevância técnica e econômica (HOUOT, 1983; FILIPPOV et al., 2014; ARAÚJO et al., 2005; BALTAR, 2021; USGS, 2026).

O sistema convencional de flotação reversa emprega coletores à base de éter-aminas ou éter-diaminas, parcialmente neutralizados com ácido acético, em conjunto com depressores à base de amido gelatinizado. Nesse sistema, o amido adsorve seletivamente sobre os minerais de ferro, impedindo sua flotação, enquanto as aminas tornam a superfície do quartzo hidrofóbica, favorecendo sua remoção na espuma. Apesar da ampla aplicação industrial, esse sistema apresenta limitações relacionadas ao preparo, à dosagem do depressor, ao elevado consumo de reagentes e à complexidade operacional do circuito (HOUOT, 1983; ARAÚJO et al., 2005).

Diante desse cenário, diferentes formulações de coletores vêm sendo desenvolvidas com o objetivo de simplificar o processo de flotação, reduzir o consumo de reagentes e, principalmente, eliminar ou minimizar a necessidade de utilização de depressores convencionais. Estudos recentes têm demonstrado que coletores alternativos, como aqueles baseados em formulações amida-amina, podem apresentar elevada seletividade e desempenho metalúrgico, constituindo uma alternativa promissora para a flotação reversa de minério de ferro (HOUOT, 1983; ARAÚJO et al., 2005; ALBINO et al., 2017).

2. OBJETIVOS

Avaliar o efeito de dois coletores alternativos sobre o teor e a recuperação metalúrgica de Ferro (Fe) no concentrado final, comparando sua performance com os reagentes convencionais das plantas de concentração mineral (amina como coletor e amido de milho gelatinizado como depressor).

3. METODOLOGIA

3.1. Amostras e Reagentes

Foram recebidos no CETEM aproximadamente 500 kg de uma amostra de minério de ferro proveniente de uma planta de concentração do Quadrilátero Ferrífero. A caracterização física da amostra de minério de ferro foi realizada no CETEM por meio da análise da distribuição granulométrica. Para isso, foram utilizadas peneiras da série Tyler com aberturas de malha de 210, 150, 106, 74, 53 e 44 μm . As frações retidas foram secas em estufa a 100 °C e pesadas. A caracterização química foi realizada em um laboratório químico em São Paulo (SP).

3.2. Flotação em Células Mecânicas - Escala MPP

Os ensaios de flotação em escala de Mini Planta Piloto (MPP) foram realizados utilizando um circuito composto pelas etapas *rougher* e *scavenger* em células mecânicas, enquanto as etapas *cleaner* e *re-cleaner* foram conduzidas em colunas de flotação de 3" e 2", respectivamente. A etapa *scavenger* foi alimentada pelo rejeito combinado das etapas *cleaner* e *re-cleaner*. A velocidade superficial do ar variou de 0,5 a 0,8 cm/s nas células mecânicas e de 0,2 a 1,0 cm/s

nas colunas de flotação. Nas colunas foi utilizado água de lavagem com velocidades superficiais de 0,05 e 0,1 cm/s. A polpa, contendo aproximadamente 56% de sólidos em massa, foi utilizada para alimentar o circuito de condicionamento.

O pH foi mantido em 9,8 por meio da adição de NaOH. Foram avaliados o coletor convencional tipo amina e os coletores alternativos. No circuito convencional, utilizou-se fécula de mandioca como depressor, enquanto os coletores alternativos foram avaliados na ausência de depressor.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização da Amostra

A amostra de alimentação apresentou 38,7% de ferro e a sílica é o principal constituinte com 39% (Tabela 1) e a distribuição granulométrica indicou P_{80} de 87 μm , com 52% das partículas abaixo de 44 μm .

Tabela 1: Composição química da amostra expressa na forma de óxidos.

Teor (%)		
Fe	SiO ₂	Al ₂ O ₃
38,7	39,0	1,0

4.2. Flotação em Escala Contínua (MPP) - Reagentes Convencionais

Na etapa *rougher*, foram testados 31 g/t de coletor e 743 g/t de depressor, enquanto nas etapas *cleaner* e *recleaner* foi empregada uma dosagem de 7 g/t de coletor. O concentrado obtido na etapa *recleaner* apresentou teor de Fe de 60%, recuperação metalúrgica de 86% e rendimento em massa de 55%.

4.3. Flotação em escala contínua (MPP) – Coletor 1

Para o coletor 1 foram realizados ensaios com dosagens de coletor de 100 g/t e 150 g/t na ausência de depressor. Nestes ensaios foi alcançado um teor de Fe, em média, de 43% nas dosagens de 100 g/t e de 66% nas maiores dosagens, atingindo recuperações metalúrgicas de 98% e 91,5%, respectivamente.



Figura 1: Imagens da espuma de flotação nas etapas *rougher* e *cleaner*.

4.4. Flotação em Escala Contínua (MPP) - Coletor 2

Foram realizados ensaios com o coletor 2 com dosagens de 92 g/t, 100 g/t 130 g/t e 140 g/t na ausência de depressor. Foi atingindo um teor de Fe, em média, de 42,5% de Fe para as dosagens de 90 g/t, 60% nas dosagens de 100 g/t, 67,6% para dosagens de 130 g/t e 66,5 para dosagens de 140 g/t.



Figura 2: Imagens da espuma de flotação nas etapas *rougher* e *cleaner*.

4.5. Flotação em Escala Contínua (MPP) - Resumo dos resultados

O resumo de todos os ensaios realizados na campanha na Mini Planta Piloto está representado na Figura 3.

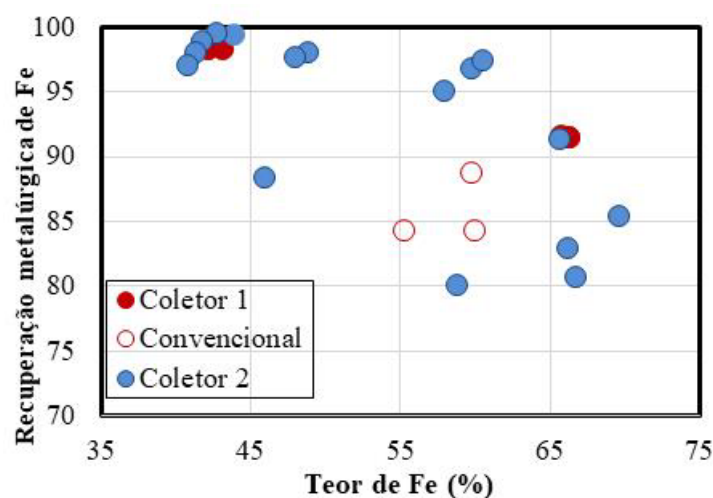


Figura 3: Curva de teor versus recuperação metalúrgica de Fe para os ensaios usando os coletores alternativos 1 e 2 nas diferentes dosagens de coletor testadas em comparação com os ensaios convencionais.

Observa-se na Figura 4, que dosagens do coletor 2 superiores a 120 g/t proporcionaram desempenho superior ao coletor convencional, resultando em teores de ferro, em média, 5% maiores para um mesmo nível de recuperação metalúrgica.

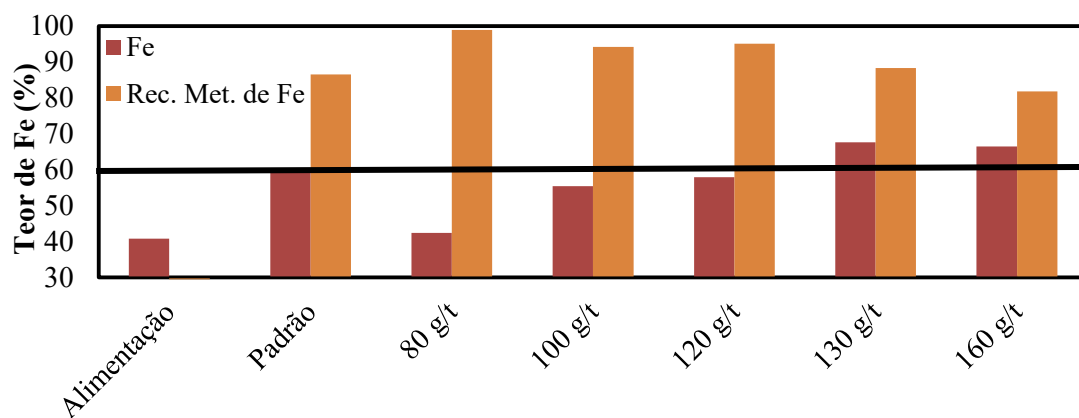


Figura 4: Gráfico relacionando teor (%) e recuperação metalúrgica (%) de Fe com cada condição testadas do coletor 2.

Os resultados metalúrgicos obtidos nesse estudo indicam um potencial aplicação dos novos coletores sem a adição dos depressores convencionais na flotação reversa de minério de ferro na amostra estudada. Contudo, vale destacar que os teores de alimentação encontrados via análise química não são compatíveis aqueles encontrados via cálculo por teores, desta forma, os teores encontrados no concentrado final podem se divergir dos reais. Para a continuidade do desenvolvimento do processo, sugere-se a realização de testes em escala industrial para fins de comprovação dos resultados obtidos em escala piloto.

5. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela concessão da bolsa PIBIC, ao CETEM pela oportunidade e infraestrutura disponibilizadas para o desenvolvimento deste trabalho, ao meu orientador Elves Matiolo e coorientador Gabriel Dutra pela orientação e apoio.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBINO, K. I. P.; TOLEDO, D. B.; LIMA, O. A. New etheramine collector for the reverse flotation of iron ore effective on the overfrothing prevention. In: ENCONTRO NACIONAL DE TRATAMENTO DE MINÉRIOS E METALURGIA EXTRATIVA (ENTMME), 27, 2017, Belém. Anais... Belém: ENTMME, 2017.

ARAÚJO, A. C.; VIANA, P. R. M.; PERES, A. E. C. Reagents in iron ores flotation. *Minerals Engineering*, v. 18, n. 2, p. 219-224, 2005.

BALTAR, C.A. M., Flotação: em nova abordagem. 1.ed. Recife: Editora Universitária da UFPE, 2021, p.31.

FILIPPOV, L.O., SEVEROV, V.V., FILIPPOVA, I.V., 2014. An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation. *Int. J. Miner. Process.* 127, 62-69. <https://doi.org/10.1016/j.minpro.2014.01.002>.

HOUOT, R., 1983. Beneficiation of iron ore by flotation- Review of industrial and potential applications. *Int. J. Miner. Process.* 10, 183-204. <https://doi.org/10.1016/0301>.

LIMA, R.M.F., BRANDÃO, P.R.G., PERES, A.E.C., 2005. The infrared spectra of amine collectors used in the flotation of iron ores. *Miner. Eng.* 18, 267-273. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2004.10.016>.

SOUZA, H.S., TESTA, F.G., BRAGA, A.S., KWITKO-RIBEIRO, R., OLIVEIRA, A.H., LEAL FILHO, L.S., 2015. Desenvolvimento de uma rota de flotação com alternativa para concentração de minérios de manganês de baixo teor. In: XXVI Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa Poços de Caldas-MG, 18 a 22 de Outubro 2015 (in Portuguese).

UNITED STATES GEOLOGICAL SURVEY (USGS). *Iron Ore*. In: *Mineral Commodity Summaries* 2026. Reston, VA: U.S. Geological Survey, fev. 2026. 2 p. Disponível em: <https://pubs.usgs.gov/periodicals/mcs2026/mcs2026-iron-ore.pdf>. Acesso em: 22 jul. 2026.

DORMENTES FERROVIÁRIOS CONSTITUÍDOS DE RESINA DE MAMONA E RESÍDUO DE ACIARIA

RAILWAY SLEEVES MADE OF CASTOR BEAN RESIN AND STEEL MILL WASTE

Laura Oliveira Gomes

Aluna de Engenharia de Materiais, 8º período
UFRJ Período PIBIC CETEM: outubro de 2022 a julho de 2023
lauraoliv.g@poli.ufrj.br

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Orientador, Eng. Químico, D.Sc.

Nuria Fernández Castro

Coorientadora, Eng. de Minas, D.Sc.

RESUMO

A crescente geração de resíduos pela indústria siderúrgica representa um importante desafio ambiental, econômico e tecnológico, exigindo o desenvolvimento de alternativas capazes de promover sua valorização e reinserção em cadeias produtivas, pois apresentam elevado potencial para utilização como cargas minerais em compósitos poliméricos estruturais. Paralelamente, a necessidade de substituir dormentes ferroviários convencionais de madeira por materiais de maior durabilidade e menor impacto ambiental tem impulsionado pesquisas voltadas ao desenvolvimento de compósitos sustentáveis. Neste trabalho foi investigado o emprego de resíduos de aciaria como fase dispersa em matriz de óleo de mamona visando gerar dormentes ferroviários sustentáveis. Foram produzidas formulações contendo entre 10 e 80% em massa de resíduo, posteriormente submetidas à caracterização mecânica, colorimétrica e ambiental por meio de ensaios de resistência à compressão, dureza superficial e alterabilidade acelerada em ambiente salino e de SO₂, com realização novamente de ensaios mecânicos e avaliação da lixiviação de metais por ICP-OES. Os resultados evidenciaram que a formulação contendo aproximadamente 60% de resíduo apresentou o melhor desempenho global, combinando elevada resistência mecânica, maior dureza superficial, estabilidade dimensional e excelente comportamento frente aos ensaios de envelhecimento acelerado. Os testes de lixiviação demonstraram baixa mobilidade dos elementos metálicos presentes no resíduo, indicando eficiente encapsulamento da carga pela matriz polimérica e reduzido risco ambiental durante sua utilização. Os resultados obtidos demonstram que a incorporação de elevados teores de resíduos siderúrgicos em matrizes poliuretânicas de origem renovável constitui uma alternativa tecnicamente viável para fabricação de dormentes ferroviários, contribuindo simultaneamente para a economia circular e a redução da disposição de resíduos industriais.

Palavras-chave: Resíduos de aciaria, resina de mamona, dormentes de ferrovia.

ABSTRACT

The increasing generation of waste by the steel industry represents a significant environmental, economic, and technological challenge, requiring the development of alternatives capable of promoting its valorization and reintegration into production chains, as it presents high potential for use as mineral fillers in structural polymer composites. In parallel, the need to replace conventional wooden railway sleepers with materials of greater durability and lower environmental impact has driven research focused on the development of sustainable composites. This work investigated the use of steelmaking waste as a dispersed phase in a castor oil matrix aiming to generate sustainable railway sleepers. Formulations containing between 10 and 80% by mass of residue were produced and subsequently subjected to mechanical,

colorimetric, and environmental characterization through compression strength, surface hardness, and accelerated alterability tests in saline and SO₂ environments. Mechanical tests and metal leaching evaluation by ICP-OES were also performed. The results showed that the formulation containing approximately 60% residue presented the best overall performance, combining high mechanical strength, greater surface hardness, dimensional stability, and excellent behavior in accelerated aging tests. Leaching tests demonstrated low mobility of the metallic elements present in the residue, indicating efficient encapsulation of the filler by the polymeric matrix and reduced environmental risk during its use. The results obtained demonstrate that the incorporation of high levels of steelmaking residues into polyurethane matrices of renewable origin constitutes a technically viable alternative for the manufacture of railway sleepers, simultaneously contributing to the circular economy and the reduction of industrial waste disposal.

Keywords: Steelmaking waste; polyurethane; polymer composites; circular economy.

1. INTRODUÇÃO

O crescimento da produção mundial de aço tem sido acompanhado por um aumento proporcional na geração de resíduos sólidos provenientes dos processos siderúrgicos. Durante as etapas de redução, refino, lingotamento e laminação são produzidos diferentes subprodutos, destacando-se escórias de aciaria, carepas de laminação, poeiras de filtros e lamas industriais. Embora parte desses materiais seja reutilizada internamente na própria siderurgia ou em cimenteiras, uma fração significativa é destinada a aterros, acarretando elevados custos de disposição final e potenciais impactos ambientais (Zacul, 2022).

Nos últimos anos, diversos estudos têm demonstrado que a utilização de cargas minerais oriundas de resíduos industriais pode promover melhorias significativas nas propriedades mecânicas de compósitos, especialmente quando existe adequada compatibilidade entre a fase particulada e a matriz polimérica. A eficiência desse reforço depende de fatores como granulometria, distribuição das partículas, fração volumétrica, energia superficial e qualidade da adesão interfacial, parâmetros que controlam os mecanismos de transferência de tensões e retardam a nucleação e propagação de trincas durante solicitações mecânicas. Paralelamente, a infraestrutura ferroviária enfrenta desafios relacionados à substituição dos dormentes convencionais de madeira tratada. Dormentes de madeira apresentam elevada variabilidade dimensional, susceptibilidade ao ataque biológico e dependem do emprego de produtos químicos potencialmente tóxicos (CDuran et al., 2025).

Nesse contexto, os compósitos poliméricos surgem como uma alternativa, pois permitem combinar elevada resistência específica, menor massa, elevada resistência química e excelente estabilidade frente às intempéries. Entre as matrizes disponíveis, os poliuretanos derivados do óleo de mamona destacam-se por serem obtidos a partir de matéria-prima renovável, apresentarem baixa toxicidade, elevada estabilidade dimensional, boa resistência mecânica e reduzida absorção de água (Brito, 2021).

2. OBJETIVO

O objetivo desse trabalho foi desenvolver compósitos poliméricos estruturais destinados à fabricação de dormentes ferroviários sustentáveis, utilizando resíduos de aciaria como carga mineral em matriz poliuretânica derivada de óleo de mamona.

3. METODOLOGIA

A matriz polimérica empregada foi constituída por um óleo de mamona (*Ricinus communis*) e como fase dispersa foi utilizado resíduo sólido proveniente de uma usina siderúrgica, constituído predominantemente por óxidos metálicos característicos de resíduos de aciaria. Antes da utilização, o material foi submetido à etapa de cominuição até obtenção de granulometria média de aproximadamente 150 µm, visando aumentar a homogeneidade da

dispersão na matriz polimérica e favorecer a interação interfacial entre as fases. Foram produzidas formulações contendo 10, 20, 30, 50, 60, 70 e 80% em massa de resíduo. O comportamento mecânico dos compósitos foi avaliado por meio de ensaios de compressão (ASTM D695), A dureza superficial dos compósitos foi determinada pela ASTM D785. A colorimetria foi realizada por meio da determinação dos parâmetros colorimétricos do sistema CIELab (L^* , a^* e b^*). Os compósitos foram submetidos em câmaras de alterabilidade de névoa salina e SO_2 , sendo avaliadas mecanicamente, posteriormente. A segurança ambiental dos compósitos foi investigada por meio da análise da água proveniente dos ensaios de alterabilidade, que foram submetidas à determinação das concentrações de elementos metálicos utilizando Espectrometria Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Figura 1 estão apresentados os resultados da dureza superficial dos compósitos contendo diferentes frações mássicas de resíduo de aciaria. Observa-se que a incorporação da carga mineral exerceu influência significativa sobre o comportamento mecânico superficial do material, evidenciando que o desempenho do compósito depende não apenas da quantidade de partículas adicionadas, mas principalmente da qualidade da dispersão da fase mineral na matriz poliuretânica. As formulações contendo 10% e 20% de resíduo apresentaram elevados valores de dureza, indicando que, nessas concentrações, ocorreu adequada interação entre a matriz de poliuretano derivada do óleo de mamona e as partículas minerais. Em baixas concentrações de carga, as partículas tendem a permanecer completamente envolvidas pela matriz polimérica, favorecendo uma eficiente transferência das tensões mecânicas aplicadas durante o ensaio de endentação. Esse comportamento é corroborado por Fu et al. (2008) e Li et al. (2022), nos quais pequenas frações de cargas minerais atuam como elementos rígidos dispersos na matriz, restringindo a mobilidade das cadeias poliméricas e aumentando a resistência à deformação localizada. Nessa condição, o poliuretano mantém sua continuidade estrutural enquanto a carga contribui para elevar a rigidez superficial sem comprometer a integridade do material. Na formulação contendo 60% de resíduo há uma recuperação significativa da dureza, constituindo o melhor desempenho entre as formulações com elevada incorporação de carga mineral. Esse resultado sugere que, nessa composição, foi alcançado um equilíbrio entre a quantidade de partículas incorporadas e a capacidade da matriz poliuretânica de promover seu encapsulamento. A manutenção da dureza após o envelhecimento acelerado sugere que a difusão de água e íons para o interior do compósito ocorreu de forma limitada, preservando a integridade da interface matriz-partícula.

A Tabela 1 apresenta os parâmetros colorimétricos L^* , a^* , b^* e do brilho superficial (G) onde observa-se uma redução progressiva do parâmetro L^* à medida que se aumenta o teor de resíduo incorporado à matriz poliuretânica, evidenciando o escurecimento gradual dos compósitos. Esse comportamento está diretamente relacionado à composição mineralógica do resíduo de aciaria, cuja elevada concentração de óxidos de ferro, manganês e outros compostos inorgânicos apresenta coloração naturalmente escura. Todas as formulações permaneceram dentro da faixa cromática correspondente aos tons de cinza, característica considerada adequada para componentes ferroviários. Do ponto de vista da ciência dos materiais, esse comportamento demonstra que a fase mineral se encontra relativamente homogênea quanto à sua composição química, não havendo predominância de compostos capazes de modificar significativamente o espectro de reflexão visível da superfície do compósito. Além disso, a estabilidade desses parâmetros sugere que o processo de cura do poliuretano não promoveu reações de oxidação ou degradação capazes de alterar a coloração da matriz. As formulações contendo 10% e 20% de resíduo apresentaram os maiores valores de brilho, resultado esperado em função da predominância da fase polimérica contínua. Nessas composições, a superfície permanece mais lisa e homogênea, favorecendo a reflexão uniforme da luz incidente. À medida que o teor de resíduo aumenta, especialmente acima de 50%, ocorre maior participação da fase mineral na superfície externa do material, reduzindo o efeito de nivelamento proporcionado pela matriz poliuretânica durante a cura. Embora a redução do brilho possa ser interpretada como perda estética em determinadas aplicações, essa característica não representa uma desvantagem para

dormentes ferroviários, pois superfícies menos brilhantes tendem a apresentar menor suscetibilidade à visualização de pequenas abrasões superficiais produzidas pelo contato com os sistemas de fixação dos trilhos. Outro aspecto importante diz respeito à estabilidade colorimétrica após os ensaios de alterabilidade. Conforme observado experimentalmente, não foram identificadas modificações significativas nos parâmetros colorimétricos nem no brilho após a exposição do intemperismo.

Tabela 1: Avaliação colorimétrica das amostras.

Média	L	A	b	C
10%	32.08	1.49	3.87	6.18
20%	33.92	1.62	3.99	7.4
30%	31.83	1.37	2.58	5.6
50%	30.53	1.72	2.73	3.2
60%	29.70	1.57	2.10	2.3
70%	28.24	1.57	2.07	1.99

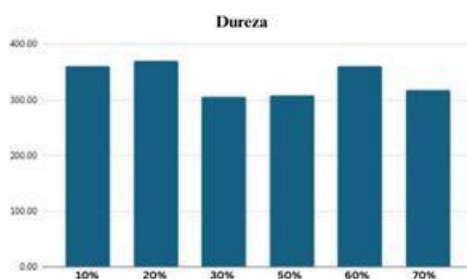


Figura 1: Dureza dos CPs.

Os resultados dos ensaios de compressão (Figura 1) demonstram que a incorporação do resíduo de aciaria influenciou significativamente o comportamento mecânico dos compósitos. De maneira geral, observou-se que o aumento do teor de carga promoveu modificações na capacidade de suporte de carga do material, sendo possível identificar uma composição ótima correspondente à formulação contendo aproximadamente 60% em massa de resíduo. A tensão máxima de ruptura variou entre as diferentes formulações, atingindo 1,905 kgf/mm² para o compósito contendo 10% de resíduo e 1,885 kgf/mm² para a formulação com 60%, diferença inferior a 2%. Embora a formulação de menor teor de carga tenha apresentado o maior valor absoluto de resistência, a composição com 60% incorporou seis vezes mais resíduo industrial, mantendo praticamente o mesmo desempenho mecânico. Sob o ponto de vista da engenharia de materiais, esse resultado é extremamente relevante, pois demonstra elevada eficiência da matriz poliuretânica em promover a transferência de tensões para uma quantidade significativamente maior de partículas minerais. Assim, obtém-se um compósito com elevado aproveitamento de resíduos industriais sem perda significativa de desempenho estrutural. Esse comportamento pode ser explicado pela atuação conjunta de três mecanismos principais de reforço: transferência de carga entre matriz e partículas; restrição da mobilidade das cadeias poliméricas e efeito de empacotamento da fase mineral. A incorporação crescente de partículas reduz o espaço disponível para movimentação das cadeias poliméricas durante a deformação, aumentando a rigidez do material e retardando o desenvolvimento de deformações permanentes. Esse comportamento explica a elevada resistência observada na formulação contendo 60% de resíduo. Nessa composição, a matriz permanece contínua, mas suficientemente preenchida pela fase mineral para limitar a deformação sem comprometer sua integridade estrutural. Entretanto, observa-se que as formulações contendo 50% e 70% de resíduo apresentaram redução da tensão máxima de ruptura quando comparadas às demais composições. Esse comportamento indica que o aumento da fração mineral, isoladamente, não garante melhoria contínua das propriedades mecânicas. Outro aspecto importante refere-se ao deslocamento até a ruptura, cujos valores permaneceram compreendidos entre 27,15 mm e 28,75 mm para todas as formulações.

A pequena variação observada indica que a incorporação do resíduo não alterou significativamente a capacidade global de deformação do sistema antes da falha. Sob a perspectiva da mecânica dos materiais, esse resultado demonstra que o poliuretano manteve sua capacidade de absorção de energia mesmo após a incorporação de elevados teores de carga mineral. As curvas Força $\times$ Deslocamento apresentadas na Figura 2 reforçam essa interpretação. A formulação contendo 60% de resíduo apresentou comportamento mecânico estável durante todo o carregamento, suportando elevadas cargas antes da ruptura. Os ensaios de alterabilidade demonstraram que os compósitos mantiveram suas propriedades mecânicas e colorimétricas após a exposição às condições aceleradas de envelhecimento (Figura 3), indicando elevada estabilidade físico-química da matriz poliuretânica reforçada com resíduo de aciaria. Esse comportamento pode ser atribuído, inicialmente, ao elevado grau de reticulação desenvolvido durante a cura da resina poliuretânica derivada do óleo de mamona. Após a formação das ligações uretânicas, estabelece-se uma rede tridimensional que restringe significativamente a mobilidade das cadeias poliméricas, reduzindo processos de relaxação estrutural, inchamento e degradação induzida por agentes ambientais. Sob o ponto de vista microestrutural, a baixa absorção de água pode ser explicada pelo elevado grau de reticulação da matriz e pela elevada fração de partículas minerais, que reduzem o volume livre disponível para difusão da solução aquosa. Além disso, o encapsulamento das partículas pelo poliuretano dificulta o contato direto do meio agressivo com os constituintes minerais do resíduo, reduzindo processos de dissolução superficial e preservando a continuidade estrutural do compósito. Inclusive, não foram verificadas lixiviações significativas na avaliação das águas por meio ICP-OES demonstraram que os compósitos apresentaram elevada estabilidade química após exposição ao meio salino e de SO₂. O ferro apresentou concentrações variando entre 2,8 e 16,4 mg L⁻¹, enquanto o alumínio, manganês, magnésio e cromo permaneceram abaixo do limite de detecção analítica em todas as formulações.

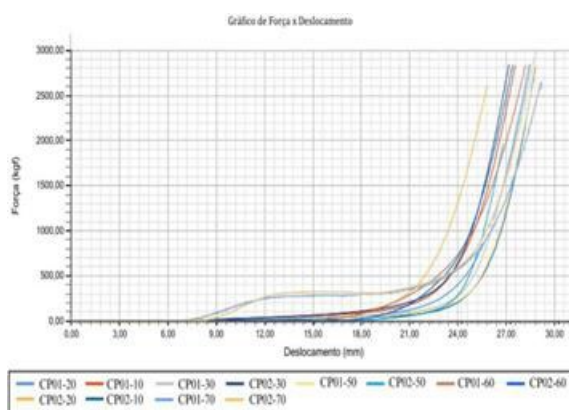


Figura 2: Força x Deslocamento das amostras.

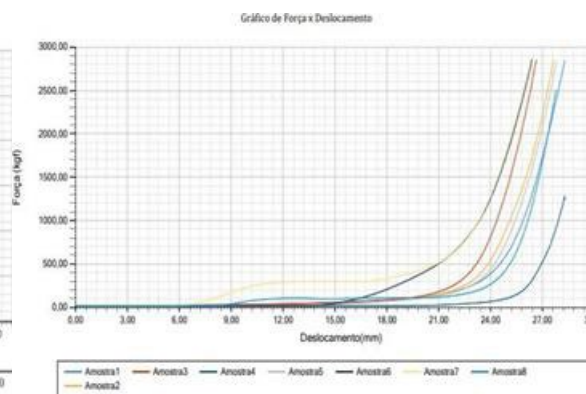


Figura 3: Força x deslocamento das amostras após intempéries.

5. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos demonstraram a viabilidade técnica e ambiental da fabricação de dormentes ferroviários. A incorporação do resíduo siderúrgico como carga mineral possibilitou a valorização de um subproduto industrial de difícil disposição, contribuindo para a redução dos impactos ambientais associados ao descarte desses materiais e promovendo princípios relacionados à economia circular. Entre as formulações avaliadas, a composição contendo 60% de resíduo de aciaria apresentou o melhor equilíbrio entre desempenho mecânico e elevado aproveitamento do resíduo. Os ensaios de alterabilidade demonstraram que os compósitos mantiveram suas propriedades mecânicas e características superficiais. Além disso, as análises de lixiviação confirmaram a baixa mobilidade dos elementos metálicos presentes no resíduo, não sendo observada liberação de metais pesados em concentrações que representassem riscos ambientais ou à saúde humana.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CETEM pela infraestrutura laboratorial e ao CNPq pela bolsa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM D2244 – Standard Practice for Calculation of Color Tolerances and Color Differences from Instrumentally Measured Color Coordinates.

BRITO, M. M. et al. (2021). Aplicações de resíduos da siderurgia em materiais de construção. *Revista Materiais e Sustentabilidade*, 6(1), 34-44.

CALLISTER, W. D.; Rethwisch, D. G. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 10th ed.

CDURAN, A.J.F.P., Lyra, G.P., Campos Filho, L.E. et al. (2025). *The Use of Castor Oil Resin on Particleboards: A Systematic Performance Review and Life Cycle Assessment*. *Sustainability*, 17(8).

FU, S. Y.; Feng, X. Q.; Lauke, B.; Mai, Y. W. (2008). Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate–polymer composites. *Composites Part B*.

RONDA FILHO, Wallace Maurício Maia. Gerenciamento dos resíduos sólidos gerados na aciaria LD. 2011. 61 f. Monografia (Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

SILVA, F. A., Valdés, S., Oliveira, J. C., Costa, D. e Guerrero Martin, C.A. (2023). *Production of Biodegradable Polymeric Composites with the Addition of Waste*. *Materials*, 16(18), 6305.

SILVA, R. C. et al. (2019). Caracterização de resinas vegetais para aplicação em compósitos estruturais. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 29(3), e2019023.

SOUZA, A. L. et al. (2020). Potencial da resina de mamona em substituição a matrizes poliméricas sintéticas. *Revista de Materiais Renováveis*, 8(4), 102-112.

ZANCUL, E. S. et al. (2022). Compósitos sustentáveis para infraestrutura ferroviária. *Anais do Congresso Brasileiro de Engenharia de Materiais*, 13(2), 778-789.

PEDRA CARIRI: REGISTRO GEOLÓGICO E IDENTIDADE DE UM POVO

CARIRI STONE: GEOLOGICAL RECORD AND A PEOPLE'S IDENTITY

Lívia Manuela Gomes Caetano

Aluna de Graduação em Geologia, 10º período, UFRJ

Estágio: setembro de 2025 a agosto de 2026

liviscamanu@gmail.com

Nuria Fernández Castro

Orientadora, Enga. de Minas, D.Sc.

ncastro@cetem.gov.br

Ismar de Souza Carvalho

Coorientador, Geólogo, D.Sc., IGEO/UFRJ

ismar@geologia.ufrj.br

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.

rcarlos@cetem.gov.br

RESUMO

A Pedra Cariri é um calcário laminado de idade cretácea, da Formação Crato na Bacia do Araripe, explorado no Sul do Ceará, e que preserva um dos mais notáveis registros geológicos e paleontológicos desse período em escala mundial. Sua relevância, contudo, ultrapassa a dimensão científica, integrando a arquitetura, a mineração, a economia e os modos de vida. A presente pesquisa busca documentar seus valores científicos, históricos, culturais e sociais, discutindo seu enquadramento nos critérios para o reconhecimento de Pedras do Patrimônio da Subcomissão de Pedras do Patrimônio da IUGS (IUGS-HSS). Para isso, foram realizados levantamento bibliográfico e documental, observações de campo em oito municípios do Cariri cearense, registros fotográficos e análise integrada de seus aspectos geológicos, arquitetônicos e culturais. Os resultados revelam que a Pedra Cariri conecta a memória geológica da Terra à história e à identidade local, reunindo singularidade geológica e paleontológica, tradição construtiva, diversidade de usos culturais, e relevância socioeconômica associada à sua produção. A Pedra Cariri apresenta atributos que sustentam seu potencial para a designação, atributos que podem contribuir para a valorização dessa pedra e do patrimônio geológico e cultural do Cariri cearense.

Palavras-chave: Pedra Cariri; Pedra do Patrimônio; Identidade Territorial.

ABSTRACT

Cariri Stone is a cretaceous laminated limestone from the Crato Formation in the Araripe Basin, quarried in southern Ceará, which preserves one of the most remarkable geological and paleontological records of this period worldwide. Its significance, however, extends beyond the scientific dimension, encompassing architecture, mining, the economy, and ways of life. This study aims to document its scientific, historical, cultural, and social values, discussing its suitability for designation as a Heritage Stone according to the criteria of the IUGS Heritage Stone Subcommission (IUGS-HSS). To this end, a bibliographic and documentary survey was conducted, complemented by field observations in the Cariri region of Ceará, photographic records, and an integrated analysis of its geological, architectural, cultural, and economic aspects. The results reveal that Cariri Stone connects the Earth's geological memory with local history and identity, combining geological and paleontological uniqueness, a longstanding building tradition, diverse cultural applications, and socioeconomic relevance associated with its production. Cariri Stone presents attributes that support its potential designation, which can contribute to the valorization of that stone and of the geological and cultural heritage of the Cariri region of Ceará.

Keywords: Cariri Stone; Heritage Stone; Territorial Identity.

1. INTRODUÇÃO

Reconhecendo o papel das rochas na arquitetura e na construção da identidade cultural de diferentes povos, a União Internacional de Ciências Geológicas (IUGS) estabeleceu a designação *Heritage Stone* (Pedra do Patrimônio), atribuída à pedra natural utilizada em edificações e monumentos reconhecidos como parte significativa da cultura humana. A designação visa à divulgação das suas características geológicas e jazidas originárias para a conservação dos monumentos, mas também a disseminar o conhecimento geológico entre a sociedade e adicionar outros valores aos monumentos que compõem (Castro et al., 2023). Esse reconhecimento depende da comprovação com documentação sistemática de aspectos como características geológicas e tecnológicas, proveniência, exploração, usos históricos e relevância cultural e a avaliação, pela Subcomissão de Pedras do Patrimônio da Comissão Internacional de Geopatrimônio (IUGS-ICG/HSS), considera os critérios: distribuição internacional, monumentos emblemáticos, arquitetura tradicional e caráter único da rocha. A iniciativa vem ampliando a valorização de materiais geológicos associados à história e à cultura dos territórios, incluindo, dentre as 69 designadas desde 2016, duas rochas brasileiras: o Gnaiss Facoidal, e a Pedra-Sabão (IUGS, 2026). É nesse contexto que se insere a Pedra Cariri, um calcário laminado aflorante na Bacia do Araripe, no sul do Ceará, de relevância científica internacional, associada ao excepcional registro geológico e paleontológico preservado na unidade, e importante recurso mineral extraído historicamente na bacia, como rocha ornamental, com amplo uso na região (Castro, 2009).

2. OBJETIVOS

Documentar a Pedra Cariri e avaliar sua relevância para a designação como Pedra do Patrimônio, seguindo os critérios da IUGS-HSS (*Heritage Stone Subcommission*), sistematizando seus atributos geológicos, produtivos, tecnológicos, históricos, arquitetônicos, culturais e socioeconômicos que fundamentam sua significância patrimonial.

3. METODOLOGIA

O estudo foi desenvolvido a partir de levantamento bibliográfico e documental, complementado por observações de campo e registros fotográficos. O trabalho de campo foi realizado em oito municípios do Cariri cearense: Santana do Cariri, Nova Olinda, Crato, Barbalha, Campos Sales, Potengi, Salitre e Brejo Santo, abrangendo áreas de lavra, geossítios, edificações, espaços públicos e locais religiosos, com registro das diferentes aplicações da rocha. As informações foram sistematizadas e analisadas segundo os critérios da IUGS-HSS, considerando sua ocorrência e exploração, características geológicas e tecnológicas, usos construtivos e ornamentais, arquitetura tradicional, locais de relevância e singularidade.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Geológica e Petrográfica

A Pedra Cariri é um calcário laminado cretáceo da Formação Crato, pertencente ao Grupo Santana e aflorante na Bacia do Araripe, no sul do Ceará (Martill et al., 2007). É constituído essencialmente por carbonato de cálcio com textura micrítica, e coloração variando entre amarelo, marrom e cinza. Apresenta estratificação plano-paralela e laminação regular, de espessura milimétrica a centimétrica, com alternância de níveis mais claros, ricos em carbonato, e níveis mais escuros, com maior concentração de matéria orgânica. A Formação Crato é um dois *Konservat-Lagerstätte* da Bacia, inserida no Geopark Araripe da UNESCO, unidade e reconhecida como uma das mais notáveis ocorrências fossilíferas do Cretáceo em escala mundial, que se destaca pela excepcional preservação de fósseis, incluindo tecidos moles, com uma assembleia ampla e diversa (Figura 1), reunindo anfíbios, aracnídeos, aves, répteis, crustáceos, dinossauros, insetos, peixes, pterossauros e uma rica flora de angiospermas, coníferas e pteridófitas e incluindo táxons descritos pela primeira vez nesse depósito (Martill et al., 2007; Carvalho et al., 2021). Essa relevância também se refletiu na criação do Museu de Paleontologia Plácido Cidade Nuvens (1985) e no reconhecimento de Santana do Cariri como "Capital da Paleontologia do Ceará" (CEARÁ, 2005).



Figura 1: Exemplos da excepcional diversidade paleontológica preservada na Pedra Cariri, incluindo peixes, insetos, penas, fragmentos vegetais, carvão, tartarugas e ossos de dinossauros.

Além do valor paleontológico, a rocha registra em seu perfil estratigráfico evidências dos processos tectônicos relacionados à abertura do Oceano Atlântico Sul, separação entre América do Sul e África. Essa assinatura é marcada por pseudomorfos de cristais de sal intercalados às lâminas calcárias, como gipsita e halita *hopper-faced*, posteriormente substituídos por calcita (Varejão et al., 2021) (Figura 2), indicando incursões marinhas episódicas no sistema lacustre por conexões temporárias com o proto-Atlântico (Goldberg et al., 2019). A Pedra Cariri constitui, assim, um arquivo geológico da configuração territorial do país.



Figura 2: Pseudomorfos de cristais de sal – cristais cúbicos de halita com morfologia *hopper* e cristais lenticulares de gipsita do tipo bico de pássaro (*bird-beak*).

4.2. Propriedades Tecnológicas e Cadeia Produtiva

A estrutura laminada da Pedra Cariri favorece a separação da rocha ao longo dos planos de acamamento, permitindo seu desdobramento natural em placas, contribuindo para sua ampla utilização como rocha ornamental. Tecnologicamente, apresenta densidade aparente de $2.536 \pm 44 \text{ kg/m}^3$, porosidade aparente de $3,0 \pm 0,9\%$, absorção de água de $1,2 \pm 0,4\%$, desgaste por abrasão de 1-2 mm, e resistência mecânica variável em função da direção de aplicação da carga, com módulo de ruptura entre 16,99 e 26,01 MPa, e resistência à compressão uniaxial entre 44,63 e 131,97 Mpa (Clemente et al., 2016). Essa mesma estrutura orienta a produção, concentrada em um Arranjo Produtivo Local – APL em Nova Olinda e Santana do Cariri e sustenta, historicamente, a geração de emprego e renda no Cariri cearense com a comercialização de placas de revestimento, móveis e artesanato. A lavra é realizada a céu aberto: cortes com serra diamantada delimitam placas de aproximadamente 12 cm de espessura, posteriormente destacadas e desdobradas manualmente em lâminas de 2–3 cm, que seguem para corte, calibração e padronização comercial (Castro, 2009).

4.3. Usos Arquitetônicos, Culturais e Religiosos

Ao longo do tempo, a familiaridade da população com a Pedra Cariri deu origem a uma tradição construtiva enraizada na prática cotidiana e transmitida entre gerações. O levantamento em oito municípios do Cariri cearense documentou aplicações em construção desde o século XVIII, pavimentação, pisos, revestimentos, mobiliário, sinalização, peças artísticas e elementos funerários, presentes em residências, edificações históricas, escolas, praças, estabelecimentos comerciais e espaços públicos (Figura 3). Presente com destaque em Santana do Cariri e Nova

Olinda, mas também em municípios vizinhos, sua abundância e baixo custo de extração consolidaram-na como elemento central da paisagem e da identidade visual da região; ainda que parcialmente substituída por materiais industrializados, observa-se hoje uma retomada de seu uso, aproximando tradição e contemporaneidade.



Figura 3: Alguns usos da Pedra Cariri: pavimentação, construção, móveis e artesanato.

Essa presença material se estende à dimensão espiritual do povo caririense. A forte tradição católica da região sustenta um intenso fluxo de turismo religioso, especialmente em torno das romarias em homenagem ao Padre Cícero, em Juazeiro do Norte, integrando uma extensa rota devocional entre locais sagrados do Cariri. A Pedra Cariri está amplamente presente em igrejas, capelas e demais espaços de culto, relação renovada na devoção à Beata Benigna Cardoso, cuja beatificação em 2022 deu origem aos Caminhos de Benigna e ao Complexo Religioso Menina Benigna, onde a rocha reafirma seu valor simbólico na arquitetura religiosa regional (Figura 4).



Figura 4: Emprego da Pedra Cariri em espaços e manifestações religiosas do Cariri cearense.

4.4. Geopatrimônio e Outros Elementos de Valor Associados

A relação da Pedra Cariri com a história regional remonta a períodos anteriores à formação dos núcleos urbanos atuais, como as pinturas rupestres no Sítio Arqueológico Tatajuba, em Santana do Cariri (Limaverde, 2015), guardando a memória da ocupação pré-histórica do Vale do Cariri. Essa dimensão de patrimônio geológico e cultural é institucionalmente reconhecida no Geossítio Pedra Cariri, integrante do Geopark Araripe, em uma frente de lavra desativada. A integração entre ciência, educação e patrimônio se expressa também na Casa da Pedra (Figura 5), unidade de ensino e pesquisa do Instituto de Geociências da UFRJ que reúne pesquisadores do Brasil e do exterior desde 2016, construída inteiramente com Pedra Cariri, principalmente com rejeitos de lavra, e reconhecida pelo programa UNESCO MOST BRIDGES (2026) como um exemplo notável de pesquisa científica transdisciplinar sustentável conectada à cultura local e ao engajamento comunitário.



Figura 5: Casa da Pedra (IGEO/UFRJ), em Pedra Cariri e concebida para integrar soluções arquitetônicas sustentáveis com materiais e técnicas construtivas tradicionais da região.

5. CONCLUSÕES

Os resultados deste estudo mostram que a Pedra Cariri reúne os atributos que sustentam o reconhecimento internacional de uma rocha como patrimônio, da singularidade científica que a diferencia em escala global ao enraizamento na arquitetura e na vida cotidiana do povo caririense. Essa convergência aproxima a Pedra Cariri dos critérios adotados pela IUGS para a designação de *Heritage Stones* e reforça o valor da própria documentação: reconhecer a rocha por seu potencial científico, histórico e social, assegurando que a memória da Terra e a memória de seu povo, hoje entrelaçadas na arquitetura, na mineração, na religiosidade e nos vestígios arqueológicos do Cariri cearense, não se percam ao longo do tempo. Nesse sentido, este trabalho pode contribuir não apenas para o reconhecimento formal da rocha, mas para ações mais amplas de geoconservação, educação geocientífica e geoturismo sustentável na região do Cariri cearense.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CETEM/MCTI pela infraestrutura e pela oportunidade de estágio e ao IGEO/UFRJ pelo suporte e a viabilização dos trabalhos de campo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRIDGES UNESCO-MOST. The Casa da Pedra (Stone House) Initiative. [S. l.]: BRIDGES, 2024. Disponível em: <https://bridges.earth/projects/casa-da-pedra-stone-house-initiative>. Acesso em: 11 jul. 2026.

CARVALHO, I.; RAMINELLI, R.; HENRIQUES, M.H.P. et al. The Araripe Geopark (NE Brazil): Discovering the Earth's Past as a Driver of Economic and Social Transformation. *Geoheritage* 13, 60 [1-16], 2021. <https://doi.org/10.1007/s12371-021-00586-4>.

CASTRO, N. F. Planejamento e ordenamento das atividades de mineração de calcários no Arranjo Produtivo Local do Cariri – CE. 2009. 158 f. Dissertação (Mestrado em Geologia) – Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

CASTRO, N. F.; DEL LAMA, E. A.; FRASCÁ, M. H. B. O.; COSTA, A. G. Pedras do patrimônio da IUGS: histórico e requisitos. *Geologia USP. Série Científica*, São Paulo, v. 23, n. 2, p. 41-52, maio 2023. <https://doi.org/10.11606/issn.2316-9095.v23-204680>.

CEARÁ (Estado). Lei nº 13.674, de 27 de setembro de 2005. Reconhece o município de Santana do Cariri como Capital Cearense da Paleontologia. Fortaleza: Assembleia Legislativa do Estado do Ceará, 2005. Disponível em: <https://www2.al.ce.gov.br/legislativo/tramitando/lei/13674.htm>. Acesso em: 21 jul. 2026.

CLEMENTE, I. M.; ARTUR, A. C.; NOGUEIRA NETO, J. A.; MONTIBELLER, C. C. Petrografia e caracterização físico-mecânica de calcários ornamentais das bacias Potiguar e do Araripe. *Geociências*, São Paulo, v. 35, n. 3, p. 372-392, 2016.

GOLDBERG, K.; PREMAOR, E.; BARDOLA, T.; SOUZA, P. A. Aptian marine ingression in the Araripe Basin: implications for paleogeographic reconstruction and evaporite accumulation. *Marine and Petroleum Geology*, v. 107, p. 214-221, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2019.05.011>.

INTERNATIONAL UNION OF GEOLOGICAL SCIENCES (IUGS). *Heritage Stones*. Madrid: IUGS International Commission on Geoheritage, 2026. Disponível em: <https://iugs-geoheritage.org/designations-stones/>. Acesso em: 21 jul. 2026.

LIMAVERDE, R. Arqueologia social inclusiva: a Fundação Casa Grande e a gestão do patrimônio cultural da Chapada do Araripe, Nova Olinda, CE, Brasil. 2015. Tese (Doutorado em Arqueologia) – Faculdade de Letras, Universidade de Coimbra, Coimbra, 2015.

MARTILL, D. M.; BECHLY, G.; LOVERIDGE, R. F. (Ed.). The Crato Fossil Beds of Brazil: window into an ancient world. Cambridge: Cambridge University Press, 2007.

VAREJÃO, F. G.; WARREN, L. V.; SIMÕES, M. G.; BUATOIS, L. A.; MÁNGANO, M. G.; BAHNIUK RUMBELSPERGER, A. M.; ASSINE, M. L. Mixed siliciclastic–carbonate sedimentation in an evolving epicontinental sea: Aptian record of marginal marine settings in the interior basins of north-eastern Brazil. *Sedimentology*, 2021. <https://doi.org/10.1111/sed.12846>.

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E QUÍMICA DE UM REJEITO DE MANGANÊS VISANDO À RECUPERAÇÃO DE GRAFITA E MANGANÊS

MINERALOGICAL AND CHEMICAL CHARACTERIZATION OF MANGANESE ORE TAILINGS FOR GRAPHITE AND MANGANESE RECOVERY

Lívian Soares Zão

Aluno de Graduação de Química Industrial, 7º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: início e ano de início a agosto de 2026

livianzao@eq.ufrj.br

Fernanda Barbosa da Silva

Orientadora, Química Industrial, D.Sc.

fbarbosa@cetem.gov.br

RESUMO

O reaproveitamento de rejeitos minerais tem se destacado como uma alternativa para a recuperação de recursos secundários e a redução dos impactos associados à atividade mineradora. Neste contexto, este trabalho teve como objetivo realizar a caracterização tecnológica de um rejeito de minério de manganês visando avaliar o potencial de recuperação de grafita e manganês, além de propor uma rota conceitual de processamento. A amostra foi submetida à análise granulométrica e caracterizada por Fluorescência de Raios X (FRX), Difração de Raios X (DRX) com refinamento pelo método de Rietveld e determinação de carbono grafítico. Os resultados indicaram um teor de 24,9% de MnO na amostra cabeça, atingindo 27,6% na fração -300+212 μm . A caracterização mineralógica identificou como principais fases portadoras de manganês a espessartita, criptomelana, pirolusita e rodonita. O carbono grafítico apresentou maior concentração na fração -45+38 μm , com teor de 2,16%, indicando uma distribuição granulométrica preferencial nas frações intermediárias. Com base nos resultados, foi proposta uma rota conceitual composta por flotação e remoagem para concentração da grafita, seguida por atrição, deslamagem e flotação do manganês. O rejeito estudado apresenta potencial para recuperação de minerais de interesse econômico, contribuindo para o aproveitamento sustentável de recursos minerais e para a aplicação dos princípios da economia circular no setor mineral.

Palavras-chave: Economia circular, caracterização tecnológica, rejeito de manganês, flotação.

ABSTRACT

The reuse of mineral tailing has emerged as an alternative for the recovery of secondary resources and the reduction of impacts associated with mining activities. In this context, this study aimed to perform the technological characterization of manganese ore tailings to evaluate their potential for graphite and manganese recovery and to propose a conceptual processing route. The sample was subjected to particle size analysis and characterized by X-ray Fluorescence (XRF), X-ray Diffraction (XRD) with Rietveld refinement, and graphitic carbon determination. The results indicated an MnO content of 24.9 wt.% in the head sample, reaching 27.6 wt.% in the -300+212 μm size fraction. Mineralogical characterization identified spessartine, cryptomelane, pyrolusite, and rhodonite as the main manganese-bearing phases. Graphitic carbon showed a higher concentration in the -45+38 μm size fraction, with a content of 2.16 wt.%, indicating a preferential distribution in the intermediate particle size fractions. Based on the results, a conceptual flowsheet was proposed, consisting of flotation and regrinding stages for graphite concentration, followed by attrition, desliming, and manganese flotation. The studied tailings present potential for the recovery of economically valuable minerals, contributing to the sustainable utilization of mineral resources and application of circular economy principles in the mineral sector.

Keywords: Circular economy, technological characterization, manganese tailing, flotation.

1. INTRODUÇÃO

A atividade mineradora é essencial para o fornecimento de matérias-primas destinadas a diversos setores industriais. Entretanto, o beneficiamento mineral gera grandes volumes de rejeitos que, em muitos casos, ainda contêm minerais de interesse econômico, tornando o seu reaproveitamento uma alternativa alinhada aos princípios da economia circular (ARAUJO et al., 2022). Além disso, diante da exaustão de depósitos de manganês de alto teor, torna-se cada vez mais necessário o desenvolvimento de processos capazes de viabilizar a recuperação de manganês a partir de minérios de baixo teor (SINGH et al., 2019). O manganês é uma matéria-prima estratégica para a indústria siderúrgica, sendo empregado como elemento de liga para melhorar propriedades dos aços, como resistência mecânica, dureza e tenacidade. Sua aplicação em compostos utilizados em materiais catódicos de baterias de íons de lítio ampliou sua relevância no contexto da transição energética (KERROUMI et al., 2025). A grafita também se destaca como um mineral estratégico, principalmente por ser empregado como ânodo em baterias de íons de lítio. Devido à sua hidrofobicidade natural, a grafita é normalmente concentrada por flotação, sendo a otimização desse processo determinante para maximizar sua recuperação (GHOSH, 2024). Nesse contexto, a caracterização tecnológica constitui uma etapa fundamental para o aproveitamento eficiente de rejeitos, pois fornece informações sobre a composição química e mineralógica, as associações entre minerais e o grau de liberação das fases de interesse em diferentes faixas granulométricas. Entre as principais técnicas empregadas, a Fluorescência de Raios X permite determinar a composição química e os teores dos elementos presentes, enquanto a Difração de Raios X possibilita identificar as fases minerais cristalinas da amostra (NEUMANN et al., 2010).

2. OBJETIVOS

O presente trabalho teve como objetivo a caracterização tecnológica de um rejeito de minério de manganês para avaliar seu potencial de recuperação e propor uma rota de aproveitamento econômico.

3. METODOLOGIA

A amostra de rejeito de minério de manganês utilizada neste estudo, proveniente de depósitos de manganês localizados no estado do Ceará, foi submetida às etapas de secagem ao ar, homogeneização em pilha e quarteamento em lotes de 20 kg. Em seguida, um dos lotes foi novamente homogeneizado e quarteado, originando alíquotas representativas para a realização das análises de caracterização tecnológica. A amostra foi submetida à classificação granulométrica por peneiramento nas faixas de tamanho: $-300+212\ \mu\text{m}$, $-212+150\ \mu\text{m}$, $-150+106\ \mu\text{m}$, $-106+75\ \mu\text{m}$, $-75+53\ \mu\text{m}$, $-53+45\ \mu\text{m}$, $-45+38\ \mu\text{m}$ e $-38\ \mu\text{m}$. As diferentes frações granulométricas e a amostra cabeça foram submetidas às análises de composição química e mineralógica por Difração de Raios X, Fluorescência de Raios X e análise de carbono grafítico. As análises de Difração de Raios X, foram realizadas em um difratômetro Bruker-AXS D8 Advance ECO, operando com radiação $\text{Cu K}\alpha$ (40 kV/25 mA) e geometria θ - θ do goniômetro. A quantificação mineralógica foi realizada pelo método de refinamento de Rietveld, por meio do software Bruker Diffraction Topas. Para caracterização por FRX, as amostras foram fundidas a 1.100°C com mistura de tetraborato de lítio e metaborato de lítio como fundente e iodeto de lítio como agente desmoldante, na proporção de 1:10. O procedimento foi realizado em máquina de fusão FORJ da PANalytical, modelo Axios Max. Os ensaios de perda por calcinação (PPC) foram realizados no TGA-701 da LECO a 1.000°C . A determinação de carbono grafítico foi realizada utilizando analisador de combustão com detecção por Infravermelho (CSA05V), pertencente à empresa SGS Geosol Laboratório S.A.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise granulométrica apresentada na Figura 1 mostra que o P_{80} da amostra é de aproximadamente 200 μm , indicando que cerca de 80% do material encontra-se abaixo dessa granulometria. A composição mineralógica por refinamento de Rietveld é apresentada na Figura 2, na qual os minerais portadores de manganês identificados foram granada, criptomelana, pirolusita e rodonita. A granada (representada pela espessartita) é o mineral mais abundante da amostra, com teores elevados nas frações mais grossas e intermediárias. A criptomelana apresentou teores crescentes nas frações mais finas, atingindo concentração máxima de 11,7% na faixa $-45+38 \mu\text{m}$. A litioforita ocorre em teores de 0,5% na fração de $-45+38 \mu\text{m}$, assim como a pirolusita (0,2%), enquanto a rodonita apresenta teor de 1,4% nessa mesma faixa granulométrica. Observa-se a presença de grafita, com teores que atingem 2,3% na fração $-45+38 \mu\text{m}$, sugerindo concentração preferencial em partículas de menor granulometria. Entre os minerais de ganga, o quartzo apresenta teores mais expressivos nas frações de granulometria mais grossas ($-300+212 \mu\text{m}$), representando 20,6% da composição mineralógica. A fração $-38 \mu\text{m}$ destacou-se pelo aumento significativo em goethita (18,6%) e caulinita (27,2%).

A análise química da amostra, apresentada na Figura 3, mostra a predominância dos óxidos de manganês, silício, alumínio e ferro na composição do rejeito de manganês. O teor total de óxido de manganês na amostra cabeça é de 24,9%, atingindo seu valor máximo de 27,6% na fração de $-300+212 \mu\text{m}$. O óxido de silício constitui o principal componente químico da amostra, com teores variando entre 36,9 e 44,3%, associados à presença de quartzo e silicatos, como feldspatos e granada, sendo mais expressivos na faixa granulométrica $-300+212 \mu\text{m}$ (44,3%). Os teores de óxido de ferro concentram-se nas frações mais finas ($-38 \mu\text{m}$), atingindo 9,2%.

A Tabela 1 mostra os teores de carbono grafítico para as diferentes faixas granulométricas. As frações granulométricas mais grossas apresentam menores teores de carbono grafítico, como observado na faixa $-300+212 \mu\text{m}$, que apresentou teor de 0,81%. A fração de $-45+38 \mu\text{m}$ apresentou o maior teor de carbono grafítico (2,16%), enquanto na fração de $-38 \mu\text{m}$ nota-se uma redução para 1,25%. Importante ressaltar que as análises de DRX, utilizando o método de refinamento de Rietveld, e de carbono grafítico apresentaram tendências convergentes, pois os resultados obtidos em ambas mostraram maior concentração de grafita na fração $-45+38 \mu\text{m}$.

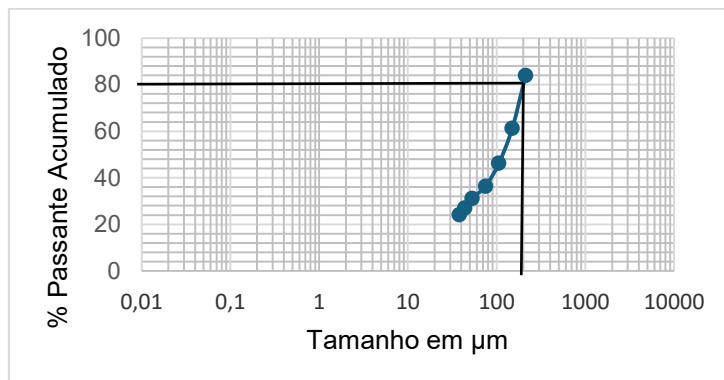


Figura 1: Distribuição granulométrica da amostra de rejeito de manganês, $P_{80} = 200 \mu\text{m}$.

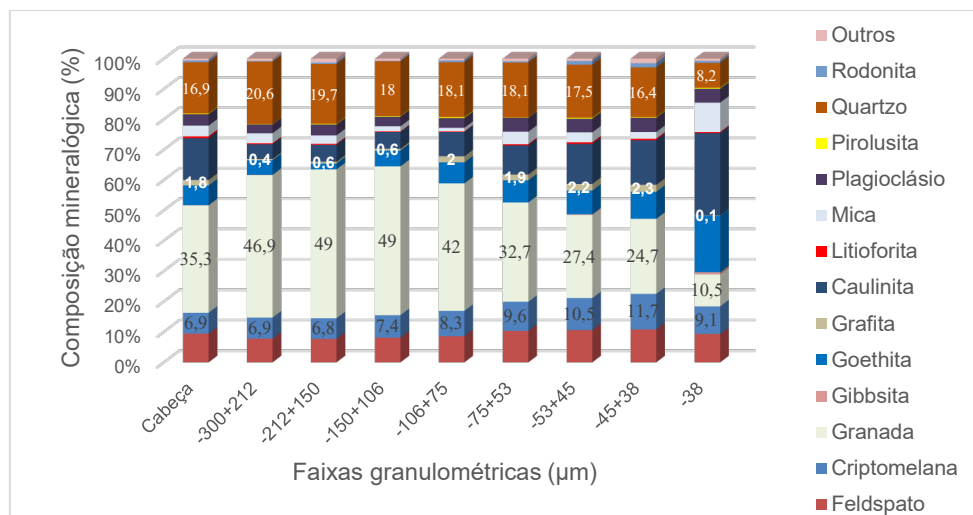


Figura 2: Composição mineralógica do rejeito de manganês determinada por difração de raios X com refinamento pelo método de Rietveld.

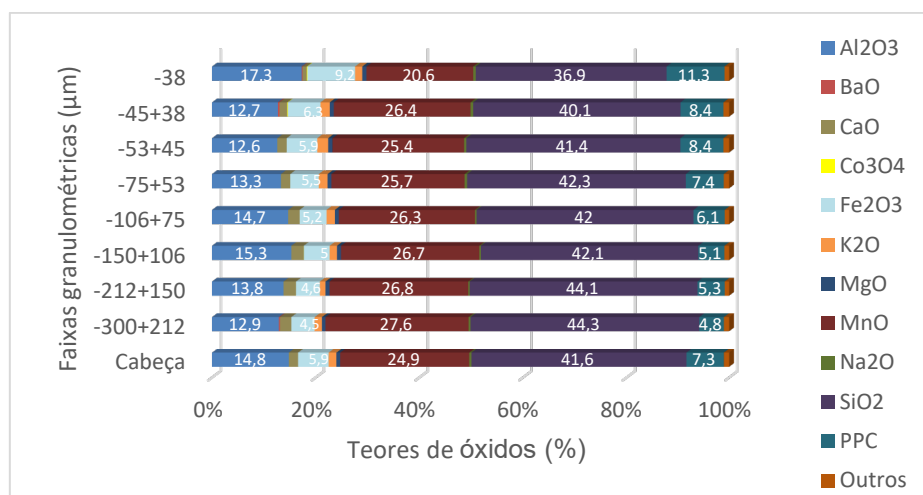


Figura 3: Análise química por Fluorescência de Raio X.

Tabela 1: Determinação de carbono grafítico.

Faixas granulométricas (µm)	Carbono grafítico (%)
Cabeça	1,46
-300+212	0,81
-212+150	1,14
-150+106	1,37
-106+75	2,07
-75+53	2,00
-53+45	1,90
-45+38	2,16
-38	1,25

A partir das análises de caracterização tecnológica da amostra, foi possível identificar que o material é composto por uma matriz mineralógica complexa, contendo como fases de interesse a grafita, óxidos de manganês e silicatados. A Figura 4 apresenta o Fluxograma proposto para o processamento da amostra de rejeito de minério de manganês.

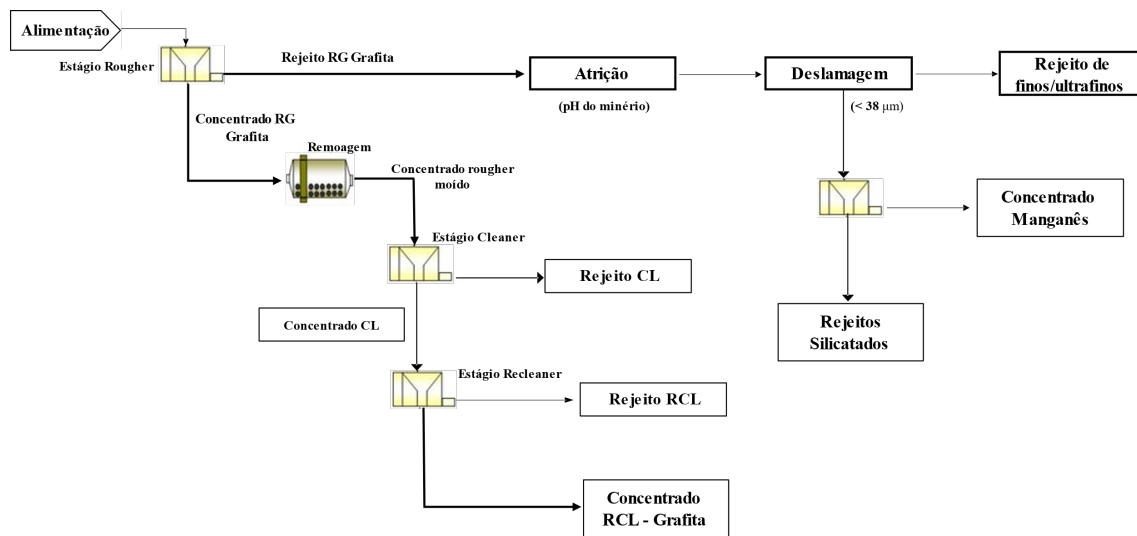


Figura 4: Fluxograma conceitual do processamento do rejeito de manganês.

Os estudos de concentração da grafita preveem ensaios de flotação com amostras alimentadas a uma granulometria em torno de 200 µm, visando avaliar os seguintes parâmetros: o valor do pH da polpa e as concentrações do sistema de reagentes de flotação. Diferentes tipos de coletores e espumantes serão avaliados nesta etapa. A primeira bateria de ensaios de flotação abrangerá os estágios, *rougher* (RG) e *cleaner* (CL), no qual o concentrado obtido na etapa rougher será a alimentação da etapa cleaner. O concentrado RG da grafita obtido será encaminhado a uma etapa de remoagem, com a finalidade de se atingir a liberação do mineral e para desagregar as partículas mistas de grafita e ganga. O concentrado moído alimentará o estágio *cleaner*, obtendo-se o concentrado CL e o rejeito CL, que poderá ser destinado à estudos complementares. Em seguida, o concentrado CL passará pela etapa *recleaner* para purificação final, produzindo o concentrado RCL da Grafita. Devido a grandes frações de ultrafinos que podem interferir na eficiência de flotação, o circuito passará por um pré-tratamento de atrição e deslamagem da amostra do rejeito RG. O material será submetido à atrição mecânica intensa, em pH natural, para promover a limpeza da superfície das partículas, seguido de deslamagem por decantação controlada, com corte granulométrico <38 µm, para remoção das partículas finas que formam lamas e podem prejudicar a etapa de flotação do manganês. A fração deslamada alimentará a flotação reversa do manganês, visando à obtenção dos concentrados de manganês e um rejeito contendo os minerais silicatados.

5. CONCLUSÕES

A caracterização tecnológica mostrou que o rejeito de minério de manganês apresenta teor de 24,9% de MnO na amostra cabeça, atingindo 27,6% na fração granulométrica de -300+212 µm, e concentrações mais elevadas de carbono grafítico na fração -45+38 µm (2,16%), indicando potencial para a recuperação de ambos os minerais. As análises químicas e mineralógicas permitiram identificar as principais fases portadoras de manganês e sua distribuição granulométrica, possibilitando a proposição de uma rota conceitual de beneficiamento baseada na flotação da grafita, seguida por etapas de atrição, deslamagem e flotação do manganês. Os resultados demonstram que o rejeito estudado apresenta características favoráveis à recuperação de grafita e minerais portadores de manganês, indicando possibilidade de transformação de um passivo mineral em fonte secundária de recursos.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha orientadora, Fernanda Barbosa da Silva pelos ensinamentos e pelas contribuições para a realização deste estudo, à pesquisadora Marisa Bezerra de Mello Monte assim como ao pesquisador Felipe Emerson por todo apoio na caracterização tecnológica da amostra. Agradeço ao CNPq, pelo apoio financeiro e estendo meus agradecimentos à equipe do CETEM pelo suporte técnico, pela colaboração e pela infraestrutura disponibilizada.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAUJO, F.S.M.; TABORDA-LLANO, I.; NUNES, E.B.; SANTOS, R.M. Recycling and Reuse of Mine Tailings: A Review of Advancements and Their Implications. **Geosciences**, 12, 319, 2022.

GHOSH, A.K. Literature quest and survey on graphite beneficiation through flotation. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v.189, 113980, 2024.

KERROUMI, M; KARBAL, M; AFARYATE, H; EL-BCHIRI, A; AQIL, M; MANOUN, B; TAMRAOUI, Y; GIRAULT, H; GHAMOISS, F. Unveiling electrochemical insights of lithium manganese oxide cathodes from manganese ore for enhanced lithium-ion battery performance. **Electrochimica Acta**; volume 509(33):145286, 2025.

SINGH, V.; CHAKRABORTY, T.; TRIPATHY, S. K. A Review of Low Grade Manganese Ore Upgradation Processes. **Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review**, v. 41, n. 6, p. 417-438, 2019.

MODELAGEM MOLECULAR COMO FERRAMENTA PARA VERIFICAR A REPIGMENTAÇÃO DE CORAIS ARTIFICIAIS

MOLECULAR MODELING AS A TOOL TO VERIFY THE REPIGMENTATION OF ARTIFICIAL CORALS

Manuella de Lima Ribeiro

Graduanda em Engenharia Química, 7º período, UERJ
Bolsista CETEM/MCT, junho de 2026 até agosto de 2026
manuellar4@gmail.com

Julio Cesar Guedes Correia

Químico Industrial, D.Sc.
Orientador
jguedes@cetem.gov.br

Gabriel Seufftelles Purificação

Químico
Co-orientador
gabrielpurificacao9@gmail.com

RESUMO

O branqueamento dos corais constitui um dos principais desafios para a conservação dos ecossistemas de recifes, sendo causado principalmente pelo aumento da temperatura dos oceanos e por outros estresses ambientais que levam à perda das zooxantelas simbiotes ou de seus pigmentos fotossintéticos. A redução desses microrganismos compromete a atividade fotossintética e, consequentemente, o metabolismo, o crescimento e a sobrevivência dos corais. Nesse contexto, estratégias que favoreçam a repigmentação e a recolonização por zooxantelas tornam-se fundamentais para a recuperação desses organismos. O presente trabalho teve como objetivo investigar, por meio de modelagem molecular, as interações entre o carbonato de cálcio, principal constituinte do calcário marinho, e as moléculas de clorofila e piridina, empregadas como modelos para avaliação dos mecanismos de adsorção. A metodologia compreendeu a caracterização química do calcário por Fluorescência de Raios X (FRX), a caracterização mineralógica por Difração de Raios X (DRX) e a análise das interações moleculares utilizando o software *Spartan*. Os resultados de FRX evidenciaram a predominância de CaO na composição do calcário marinho, enquanto o DRX confirmou a calcita como fase mineral predominante. A modelagem molecular indicou que tanto a clorofila quanto a piridina apresentam afinidade pela superfície da calcita, sendo a clorofila a molécula que apresentou maior estabilidade de adsorção, com energias variando entre -45 e -60 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, enquanto a piridina apresentou energias entre -35 e -55 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$. A maior afinidade da clorofila foi atribuída à atuação conjunta de interações de coordenação entre o átomo de magnésio e os íons cálcio da superfície, além da formação de ligações de hidrogênio pelos grupos carbonila. Os resultados obtidos demonstram o potencial do calcário marinho como suporte mineral para a adsorção e estabilização de biomoléculas relacionadas às zooxantelas, reforçando sua aplicação no desenvolvimento de corais artificiais destinados à recuperação e repigmentação de recifes de coral degradados.

Palavras-chave: Recifes de corais, calcário marinho, modelagem molecular.

ABSTRACT

Coral bleaching is one of the major challenges to the conservation of reef ecosystems, primarily caused by rising ocean temperatures and other environmental stressors that lead to the loss of symbiotic zooxanthellae or their photosynthetic pigments. The reduction of these microorganisms severely impairs photosynthetic activity and, consequently, compromises coral metabolism, growth, and survival. In this context, strategies that promote coral repigmentation

and recolonization by zooxanthellae are essential for reef restoration. This study aimed to investigate, through molecular modeling, the interactions between calcium carbonate, the main constituent of marine limestone, and chlorophyll and pyridine molecules, used as model compounds to evaluate adsorption mechanisms. The methodology included the chemical characterization of the limestone by X-ray fluorescence (XRF), mineralogical characterization by X-ray diffraction (XRD), and the analysis of molecular interactions using the *Spartan* software. XRF results revealed the predominance of CaO in the composition of the marine limestone, while XRD confirmed calcite as the predominant mineral phase. Molecular modeling indicated that both chlorophyll and pyridine exhibit affinity for the calcite surface, with chlorophyll showing greater adsorption stability, presenting adsorption energies ranging from -45 to -60 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, whereas pyridine exhibited adsorption energies between -35 and -55 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$. The higher affinity of chlorophyll was attributed to the combined effect of coordination interactions between the magnesium atom and surface calcium ions, together with hydrogen bonding involving carbonyl groups. These findings demonstrate the potential of marine limestone as a mineral support for the adsorption and stabilization of biomolecules associated with zooxanthellae, reinforcing its applicability in the development of artificial corals for the restoration and repigmentation of degraded coral reefs.

Keywords: Coral reefs, marine limestone, molecular modeling.

1. INTRODUÇÃO

O branqueamento dos corais marinhos (Figuras 1A e 1B) representa um dos principais desafios ambientais enfrentados pelos ecossistemas de recifes, sendo desencadeado, principalmente, pelo aumento da temperatura da água, acidificação dos oceanos, radiação ultravioleta excessiva, poluição e outros fatores de estresse ambiental. Essas condições promovem a ruptura da simbiose entre os cnidários construtores de recifes e as microalgas fotossintéticas da família *Symbiodiniaceae* (popularmente conhecidas como zooxantelas), levando à expulsão dessas algas ou à perda de seus pigmentos fotossintéticos. Como consequência, o coral perde sua principal fonte de energia metabólica, proveniente dos produtos da fotossíntese, tornando-se fisiologicamente debilitado e altamente suscetível à mortalidade caso o estresse persista. O agravamento dos eventos de branqueamento em escala global tem sido associado às mudanças climáticas, comprometendo significativamente a biodiversidade, os serviços ecossistêmicos e a estabilidade dos recifes de coral (Hoegh-Guldberg et al., 2007; Hughes et al., 2017; IPCC, 2023).

A recuperação dos corais se inicia com a impressão 3D, em pasta, utilizando os próprios corais marinhos degradados e uma pasta cerâmica rica em sílica para dar maior resistência mecânica. Posteriormente, os corais branqueados dependem fundamentalmente do restabelecimento da simbiose com zooxantelas compatíveis, processo conhecido como repigmentação ou ressimbiose. Durante essa etapa, novas células de *Symbiodiniaceae* colonizam novamente os tecidos do hospedeiro, restabelecendo a atividade fotossintética e o fornecimento de carboidratos, lipídios e outros metabólitos essenciais ao metabolismo coralino. Entretanto, a eficiência desse processo está diretamente relacionada à compatibilidade genética e fisiológica entre o coral e a linhagem de zooxantela, bem como à capacidade dessas microalgas de tolerar temperaturas elevadas e outros estresses ambientais. Estudos recentes demonstram que determinadas linhagens apresentam maior resistência térmica e podem aumentar significativamente a resiliência dos recifes quando utilizadas em estratégias de evolução assistida tornando a seleção racional dessas associações um importante foco da pesquisa contemporânea (Baker, 2003; van Oppen et al., 2015; Buerger et al., 2020).

Nesse contexto, a modelagem molecular constitui uma ferramenta computacional de elevada relevância para compreender os mecanismos bioquímicos envolvidos na interação coral artificial–zooxantela e acelerar o desenvolvimento de estratégias de repigmentação. Métodos como dinâmica molecular, molecular docking, predição estrutural por inteligência artificial e cálculos de energia livre permitem investigar proteínas relacionadas ao reconhecimento celular, adesão, sinalização metabólica, resposta ao estresse oxidativo e mecanismos de tolerância

térmica das *Symbiodiniaceae*. Essas abordagens possibilitam identificar biomarcadores de compatibilidade simbiótica, prever a estabilidade de interações proteína-proteína e selecionar variantes moleculares com maior potencial adaptativo antes da realização de experimentos laboratoriais, reduzindo custos, tempo experimental e aumentando a eficiência dos programas de restauração de recifes. Dessa forma, a integração entre biologia molecular, bioinformática e modelagem computacional representa uma abordagem promissora para apoiar a conservação dos corais frente às mudanças climáticas globais (van Oppen et al., 2018; Jumper et al., 2021; Wooldridge, 2022).



Figura 1A: Recifes integros.



Figura 1B: Recifes degradados.

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi utilizar a modelagem molecular como ferramenta para investigar os mecanismos de interação entre corais artificiais gerados em impressão 3D em pasta, com zooxantelas, visando identificar fatores moleculares que favoreçam a repigmentação de corais branqueados e contribuam para a restauração de recifes frente às mudanças climáticas.

3. METODOLOGIA

3.1. Origem dos Materiais

Utilizou-se um resíduo de calcário marinho, oriundo do Estado da Paraíba como matéria-prima para o desenvolvimento deste estudo. Em relação às zooxantelas, foram escolhidas as moléculas de clorofila e piridina para avaliar suas interações com a superfície mineral.

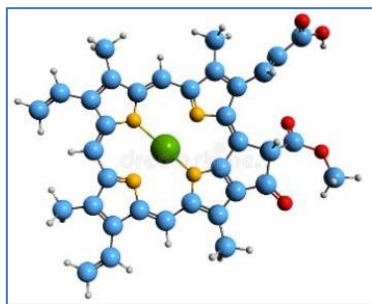


Figura 2A: Molécula de clorofila

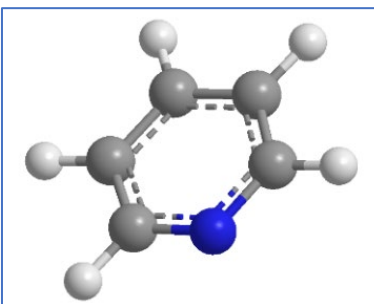


Figura 2B: Molécula de piridina.

3.2. Análise Química – FRX

A análise química do calcário marinho foi realizada pelo método de Fluorescência de Raio-X na Coordenação de análise Minerais – COAMI do CETEM, onde a amostra foi fundida a 1.100°C com mistura de tetraborato de lítio ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) e metaborato de lítio (LiBO_2) como fundente e iodeto de lítio (LiI) como desmoldante, na proporção de 1:10 em máquina de fusão FORJ da PANalytical e analisadas por WDXRF num equipamento da PANalytical, modelo Axios Max. Os ensaios de perda por calcinação (PPC) foram realizados no TGA-701 da LECO, utilizando 1,0 g de amostra a 1.000°C.

3.3. Análise Mineralógica – DRX

A avaliação mineralógica do calcário marinho foi realizada por Difração de Raio-X, por meio do equipamento *D4 Endeavor da Bruker*, na Coordenação de Análises Químicas e Mineralógicas do CETEM – COAMI.

3.4. Modelagem Molecular

A modelagem molecular foi realizada com o auxílio do software *Spartan* (Wavefunction Inc.), a fim de investigar as interações entre o carbonato de cálcio (CaCO_3), principal constituinte do calcário marinho, identificado nas análises de FRX e DRX, e moléculas representativas das zooxantelas, nesse caso clorofila e piridina. Inicialmente, as estruturas moleculares foram construídas no software e submetidas à otimização geométrica, e em seguida, foram avaliadas as possíveis interações entre as moléculas, buscando identificar as regiões de maior afinidade molecular.

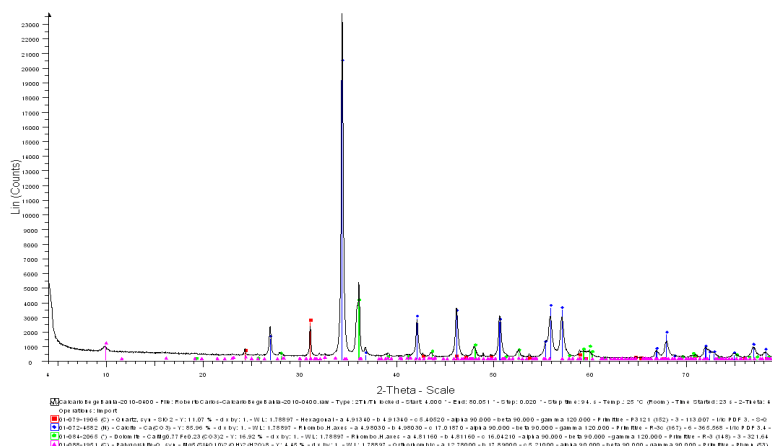
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análise Química – FRX

Os resultados de FRX indicaram que o calcário marinho apresenta em média 40% de CaO , 20% SiO_2 , 5% MgO e 35% de perda por calcinação.

4.2. Análise Mineralógica – DRX

Na Figura 2 apresenta-se o difratograma da amostra de calcário marinho. Nesse observa-se através da análise dos picos, que o mineral majoritário é a calcita (CaCO_3), corroborando com os resultados da análise química e servindo de base para os ensaios em modelagem molecular.



$N \rightarrow Ca^{2+}$, observam-se contribuições de forças de Van der Waals entre o anel aromático e a superfície mineral e uma pequena contribuição eletrostática. A distância de coordenação prevista entre o nitrogênio da piridina e o cálcio superficial situa-se entre 2,4 e 2,7 Å, enquanto a energia de adsorção varia de -35 a $-55 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, caracterizando uma quimissorção de baixa intensidade.

Comparando os resultados obtidos, observa-se que a clorofila apresenta energias de adsorção mais negativas que a piridina, evidenciando maior afinidade pela superfície da calcita. Esse comportamento é atribuído à presença de diferentes grupos funcionais na molécula de clorofila, capazes de estabelecer simultaneamente interações de coordenação, ligações de hidrogênio e forças de dispersão. Em contrapartida, a piridina interage predominantemente por meio da coordenação do átomo de nitrogênio aos sítios ácidos de Lewis da superfície, resultando em menor número de contatos intermoleculares e, conseqüentemente, menor estabilização do sistema.

5. CONCLUSÕES

Conclui-se que a modelagem molecular permitiu compreender as interações entre o carbonato de cálcio ($CaCO_3$), principal constituinte do calcário marinho, e as moléculas de clorofila e piridina. Os resultados indicaram que ambas apresentam afinidade pela superfície da calcita, porém por mecanismos distintos de adsorção.

A clorofila apresentou maior estabilidade de adsorção, com energias variando entre -45 e $-60 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, resultado atribuído à atuação simultânea de diferentes tipos de interação, incluindo a coordenação entre o átomo de magnésio da molécula e os íons cálcio da superfície, além da formação de ligações de hidrogênio envolvendo os grupos carbonila. Essa combinação favorece uma interação mais intensa e estável com o mineral.

A piridina também apresentou adsorção sobre a calcita, com energias entre -35 e $-55 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, predominando a coordenação do átomo de nitrogênio aos sítios ácidos de Lewis presentes na superfície do carbonato de cálcio. Apesar de apresentar afinidade pela calcita, a menor quantidade de grupos funcionais disponíveis resulta em menor número de interações intermoleculares quando comparada à clorofila.

Dessa forma, os resultados obtidos reforçam o potencial do calcário marinho como suporte mineral para a adsorção e estabilização de biomoléculas relacionadas às zooxantelas, especialmente da clorofila. A elevada afinidade observada entre essa molécula e a superfície da calcita evidencia a aplicabilidade de materiais à base de carbonato de cálcio no desenvolvimento de corais artificiais, contribuindo para estratégias voltadas à recuperação e repigmentação de recifes de coral degradados.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CETEM pela infraestrutura, aos colegas do LABMOL e ao CNPq pela bolsa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BAKER, A. C. (2003). Flexibility and specificity in coral-algal symbiosis: Diversity, ecology, and biogeography of Symbiodinium. *Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics*, 34.

BUERGER, P., et al. (2020). Heat-evolved microalgal symbionts increase coral bleaching tolerance. *Science Advances*, 6(20), eaba2498.

HOEGH-GULDBERG, O., et al. (2007). Coral reefs under rapid climate change and ocean acidification. *Science*, 318(5857), 1737-1742.

HUGHES, T. P., et al. (2017). Global warming and recurrent mass bleaching of corals. *Nature*, 373.

IPCC. (2023). *Climate Change 2023: Synthesis* Intergovernmental Panel on Climate Change.

JUMPER, J., et al. (2021). Highly accurate protein structure prediction with AlphaFold. *Nature*, 596.

VAN OPPEN, M. J. H., et al. (2015). Building coral reef resilience through assisted evolution. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112(8), 2307-2313.

VAN OPPEN, M. J. H., et al. (2018). Adaptation to reef habitats through selection on the coral animal and its associated microbiome. *Molecular Ecology*, 27, 2956-2971.

WOOLDRIDGE, S. A. (2022). Advancing coral reef restoration through improved understanding of coral–algal symbiosis and thermal tolerance. *Annual Review of Marine Science*, 14, 301-327.

ESTUDO PRELIMINAR DE OBTENÇÃO DE POTÁSSIO ATRAVÉS DA CALCINAÇÃO ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

PRELIMINARY STUDY ON POTASSIUM RECOVERY VIA MICROWAVE- ASSISTED CALCINATION

Marcelo Lôbo Nogueira Santos

Aluno de Graduação de Engenharia de Materiais, 5º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC: de outubro de 2025 a agosto de 2026

marcelo.lobo2005@gmail.com

André Luiz Alvarenga Santos

Orientador, Engenheiro de Minas, D.Sc.

asantos@cetem.gov.br

RESUMO

O desenvolvimento de rotas de obtenção de potássio de minerais silicáticos pode ser uma alternativa para a crescente demanda interna de potássio no território brasileiro. Neste contexto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a extração de potássio do minério verdete através de calcinação assistida por micro-ondas. Foram utilizados planejamento de experimentos para avaliação das variáveis potência do micro-ondas, porcentagem de carvão e de cloreto de cálcio e tempo de exposição. O tempo e a porcentagem de cloreto de cálcio foram as variáveis mais significativas para o sistema com carvão de coco. Nesse sistema, foram obtidas extrações de até 18,9%, indicando a possibilidade de resultados promissores em condições otimizadas. Para o sistema carvão ativado os resultados variaram entre 0,7% e 65%, sendo o maior valor obtido nas condições de 70% da potência nominal (1120 W), 10 min, 50% de carvão ativado e 100% de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Novos estudos serão realizados para otimizar as extrações e condições operacionais.

Palavras-chave: Verdete; extração de potássio; calcinação, aditivos.

ABSTRACT

The development of new routes to extract potassium from silicate minerals could seeks the Brazilian growing demand. In this context, this study aimed to evaluate potassium extraction from verdete ore using microwave-assisted calcination. An experimental design approach was used to evaluate microwave power, the percentages of coal and calcium chloride as additives and exposure time. The time and calcium chloride were the most significant variables for coconut coal system. Potassium extraction reaches up to 18,9% suggesting promising values under optimize conditions. In addition, potassium extraction on activated carbon system ranged from 0.7% to 65%, with the highest value achieved under the following conditions: 70% of labeled power (1120 W), 10 minutes of exposure, 50% activated carbon, and 100% $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Further studies will be conducted to optimize potassium extraction and operational conditions.

Keywords: Verdete ore; potassium extraction; calcination, additives.

1. INTRODUÇÃO

O potássio é um dos três macronutrientes essenciais para o desenvolvimento vegetal, sendo amplamente utilizado na produção de fertilizantes. Embora esteja presente em depósitos minerais, apenas uma pequena fração se encontra disponível para solubilização e absorção vegetal. A produção de sais de cloreto de potássio, obtida de depósitos evaporíticos, é a principal fonte de potássio para fertilizantes. No Brasil, os depósitos evaporíticos são insipientes para suprir a demanda nacional. Entretanto, o país possui depósitos de potássio em rochas silicáticas como os verdetes de Minas Gerais que podem se tornar uma fonte alternativa para obtenção desse nutriente.

O verdete, uma rocha silicática composta principalmente por filossilicatos e feldspatos potássicos, pode ser uma fonte de potássio. Contudo, a liberação de K desses minerais requer a ruptura das estruturas cristalinas. Estudos realizados por Guimarães (2024) indicaram a possibilidade de extração de até 87% do potássio em amostra de verdete por processo de calcinação com aditivos em temperaturas elevadas ($> 800^{\circ}\text{C}$). As altas temperaturas em que o processo ocorre representam consumo de energia significativo, entretanto é inerente ao processo.

Como alternativa às elevadas temperaturas do processo, o tratamento por micro-ondas tem se destacado por promover rápido aquecimento nos materiais. O aquecimento por micro-ondas contribui também para a formação de microfissuras nas partículas e para fusão parcial dos aditivos responsáveis pela liberação de potássio das estruturas cristalinas dos minerais.

Estudos realizados por Zhao et al. (2019) em que os autores observaram 95% de extração do potássio contido no feldspato, utilizando o micro-ondas apenas como pré-tratamento, seguido de uma etapa hidrotérmica alcalina com NaOH e CaO, a 200°C , durante 3 h. Jena et al. (2016) também obtiveram recuperações de 85% e 88% de potássio com amostra de nefelino sienito, empregando carvão ativado em micro-ondas entre 6 e 8 min. Essas diferenças de eficiência e tempo de processamento estão relacionadas não apenas à mineralogia das matérias-primas e aos aditivos empregados, mas também à capacidade dos materiais de interagir com a radiação de micro-ondas.

Os materiais, no entanto, absorvem radiação do micro-ondas de maneira diferente. Materiais absorvedores de energia, como carvões ativados, apresentam maior incremento de temperatura podendo chegar até 1000°C , enquanto minerais apresentam baixa capacidade de absorção (Jena, 2016). O uso de carvão ativado no processo pode encarecê-lo dado seu alto valor de mercado, entretanto, o carvão de biomassa, como carvão de coco pode ser uma alternativa ao uso do carvão ativado.

2. OBJETIVO

O presente trabalho tem como objetivo avaliar a extração de potássio do verdete através do tratamento do material com micro-ondas. O projeto busca avaliar também a extração utilizando duas fontes de carvão como absorvedores da radiação de micro-ondas: carvão de coco e carvão ativado.

3. METODOLOGIA

3.1. Materiais

Nos experimentos foram empregados o minério de verdete proveniente de Dolores do Indaia, como fonte de potássio. Como material absorvedor de calor foram utilizados carvão de coco, produzido por pirólise e cedido por pesquisador da UFMG, e carvão ativado convencional (CABOT). E, como aditivo para calcinação, foi utilizado cloreto de cálcio di-hidratado comercial PA (Isofar).

3.2. Caracterização dos Materiais

Amostra de verdete foi caracterizada física por técnicas química e mineralogicamente utilizando técnicas para avaliação da distribuição granulométrica (peneiramento e difração a laser). A caracterização química de verdete e carvão de coco e ativado foi realizada por fluorescência de raios X. E a caracterização mineralógica do verdete foi realizada por difração de raios X com refinamento Rietveld.

3.3. Preparações dos Ensaios

A amostra de verdete foi cominuída a seco em moinho de barras de 21,5cm x 29,2cm com 8 barras de 20mm x 20cm (diâmetro comprimento) em 76,2 rpm por 48 min. O carvão de coco foi cominuído em graal de ágata utilizando como malha de controle 106µm.

3.4. Ensaios de Calcinação

Os ensaios de calcinação foram realizados buscando avaliar a influência dos parâmetros operacionais no processo, apresentados na Tabela 1, utilizando delineamento composto central (DCC) e delineamento composto central rotacional (DCCR) de planejamento de experimentos.

Tabela 1: Parâmetros e níveis avaliados no DCC e DCCR.

Variáveis		Unidade	-1	0	+1
X1	Potência	%	50	60	70
X2	Tempo	min	6	8	10
X3	Carvão	%	30	40	50
X4	CaCl ₂ ·2H ₂ O	%	35	67,5	100

O verdete, o carvão e o cloreto de cálcio necessário para cada ensaio foram pesados em cadinho de porcelana, homogeneizados e submetidos ao tratamento com micro-ondas nas condições indicadas para cada experimento. Após o tratamento a temperatura da mistura foi medida e o material e posteriormente lixiviado com água destilada (sólido líquido 1:10) por 30 minutos a 60°C e agitação de 500rpm. O licor foi filtrado em papel de filtro faixa azul e membrana de 0,45 µm e encaminhados para análise química.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Química, Física e Mineralógica

As amostras do verdete apresentaram redução do d₈₀ de 500 µm (inicial) para 20 µm após a cominuição. Essa redução no tamanho favorece as reações de liberação do potássio pelo aumento da área superficial. Foram observadas recuperações de 83,9% e 80,9% para granulometrias de 75 e 100 µm, respectivamente, enquanto partículas de 3.350 µm apresentaram recuperação de apenas 38,9%, resultado atribuído à maior área reativa e à melhor liberação mineral nas frações finas (Jena, 2016).

A caracterização mineralógica do verdete identificou microclina (52,7%), phengita (34,4%), illita (5,8%), ortoclásio (5,5%) e glauconita (1,6%), como portadores de potássio. Por outro lado, o quartzo (16,0%) e o anatásio (<1%) correspondem à ganga deste minério. A composição química é apresentada na Tabela 2. É possível verificar que o verdete possui 9,1% de K₂O, a amostra de carvão de coco possui também um teor de potássio que foi considerado no cálculo das extrações do processo. Ademais, o carvão ativado não apresenta composição de cinzas.

Tabela 2: Composição química do verdete e dos carvões.

Teor (%)	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	MnO	SiO ₂	TiO ₂	PPC
Verdete	16,7	na	6,9	9,1	2,5	0,1	60,4	0,9	3,3
Carvão de coco	<0,1	0,23	<0,1	2,3	0,32	<0,1	0,36	nd	94,4
Carvão ativado	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	100

Considerando o teor de potássio do verdete e os minerais constituintes é possível verificar que grande parte do potássio encontra-se associado a feldspatos potássicos (microclina - KAlSi_3O_8 - e ortoclásio - KAlSi_3O_8), sendo 42% associado a phengita ($\text{K}(\text{Al,Mg})_2(\text{OH})_2(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}$), illita ($(\text{K}, \text{H}_3\text{O})(\text{Al}, \text{Mg}, \text{Fe})_2(\text{Si,Al})_4\text{O}_{10}[(\text{OH})_2, (\text{H}_2\text{O})]$) e glauconita ($(\text{K}, \text{Na})(\text{Fe}^{3+}, \text{Al}, \text{Mg})_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$).

4.2. Ensaios de Calcinação com Carvão de Coco

As extrações de potássio variaram entre 1,9 e 18,9%, entretanto, nas condições estudadas não foi possível verificar um ponto de máxima extração. A maior extração foi obtida no ensaio realizado com 70% da potência nominal do equipamento, correspondente a 1.120 W, durante 6 minutos, com adição de 50% de carvão de coco e 100% de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ em relação à massa de verdete. O modelo descrito pela equação 1, com intervalo de confiança de 85%, embora apresente coeficiente de correlação reduzido (60,14%) indica que os fatores tempo de exposição e cloreto de cálcio foram os que mais afetaram o processo, seguido das interações de potência e carvão de coco.

$$Y_1 = 11,50 + 1,14x_2 + 2,64x_4 + 1,01x_1x_4 + 1,01x_3x_4 \quad (1)$$

A Figura 1 apresenta a superfície resposta para a extração de potássio e é possível observar que o aumento do tempo e da potência promovem um aumento praticamente linear da extração (Fig. 1A). Entretanto, as curvas de contorno que relacionam CaCl_2 x Potência e CaCl_2 x Carvão (Fig. 1B e 1C) sugerem que há uma curvatura indicando a possibilidade de existência de máximos.

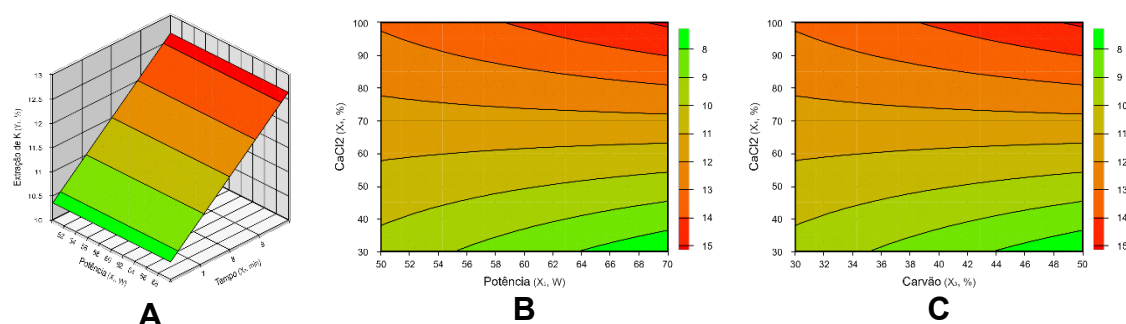
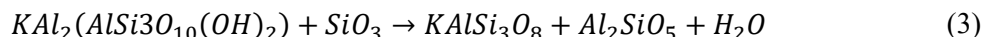
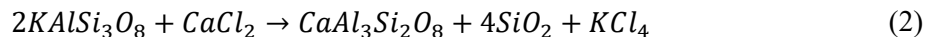


Figura 1: Superfície de resposta de extração para Tempo x Potência (A) e curvas de contorno de extração para Potência x CaCl_2 (B) e Carvão de coco x CaCl_2 (C).

Associado a esses parâmetros está o aumento da temperatura superficial da amostra resultado da absorção das micro-ondas e sua transformação em calor. Nas condições avaliadas a temperatura variou entre 85 e 127°C, sendo os maiores resultados de extração (>15%) obtidos em temperaturas superficiais da ordem de 120°C. Nessas condições observou-se que foram utilizadas maiores porcentagens de carvão e cloreto de cálcio.

Os mecanismos de reação das Equações 2 e 3, conforme descritos por Yuan et al. (2015) e Jena et al. (2019), indicam que o processo ocorre em temperaturas elevadas. A extração de potássio se baseia na difusão do cloreto de cálcio fundido (CaCl_2) e nas reações químicas do cálcio com feldspato potássico ou com feldspatos formados a partir de outros silicatos (micas). Essas transformações mineralógicas favorecem a formação de compostos solúveis de potássio e, em geral, requerem temperaturas próximas de 800 °C (Guimarães, 2024).



Embora as temperaturas superficiais não tenham atingido 800°C, temperaturas próximas a essa podem ter sido atingidas em microescala com o carvão pulverizado sendo o principal absorvedor de energia da mistura. Em algumas situações mais drásticas, foi possível observar o material ficar incandescente em certas regiões.

4.3. Ensaios de Calcinação com Carvão Ativado

Nos ensaios de calcinação com carvão ativado observou-se que a extração de potássio variou entre 0,7 e 65%, sendo o máximo obtido nas condições de 70% da potência nominal do equipamento, durante 10 minutos, com adição de 50% de carvão ativado e 100% de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ em relação à massa de verdete. Em alguns ensaios, a amostra atingiu temperatura na superficial superior a 550 °C, provavelmente decorrido de a maior capacidade do carvão ativado absorver a radiação de micro-ondas. Nas mesmas condições, o carvão ativado pode produzir temperaturas locais muito superiores, favorecendo a reação entre o verdete e o CaCl_2 .

Apesar de ter obtido temperaturas e extrações superiores às de carvão de coco, não foi possível ajustar um modelo às condições experimentais. Isso pode ter ocorrido devido a necessidade de interrupção manual de alguns experimentos, causados pelo rápido aquecimento do material que levou a mistura à sua combustão.

5. CONCLUSÃO

A extração de potássio por calcinação com cloreto de cálcio assistida por micro-ondas demonstrou ser uma possibilidade para extração de potássio, no entanto, necessita de otimização. Não se verificou um ponto de máxima extração de potássio na faixa estudada com o carvão de coco, ficando as extrações próximas a 18%, e novos estudos serão realizados para otimizar as condições. A extração máxima de 65% foi obtida com o carvão ativado nas condições de 50% de carvão, 100% de cloreto de cálcio, 70% de potência (1120W) e 10 min de tratamento.

6. AGRADECIMENTO

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica concedida, ao CETEM/MCTI pela infraestrutura de pesquisa e ao FNDCT/CT - AGRO/FINEP (Convênio 01.22.0080.00, Ref. 1219/21) pelo suporte financeiro. Também, agradeço ao meu orientador, André pelo apoio e orientação na produção.

7. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

GUIMARÃES, Y. F. **Extração de potássio de fonte mineral alternativa visando ao uso como fertilizante**. 2024. 100 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil, 2024.

JENA, S. K.; DHAWAN, N.; RATH, S. S.; RAO, D. S.; DAS, B. Investigation of microwave roasting for potash extraction from nepheline syenite. **Separation and Purification Technology**, v. 161, p. 104-111, 2016.

JENA, S. K.; DASH, N.; SAMAL, A. K.; MISRA, P. K. Competency of chlorination roasting coupled water leaching process for potash recovery from K-feldspar: mechanism and kinetics aspects. **Korean Journal of Chemical Engineering**, v. 36, p. 2060-2073, 2019.

SANTOS, W. O.; MATIELLO, E.M.; COSTA, L. M.; ABRAHÃO, W. A. P.; NOVAIS, R.F.; CATARUTTI, R. B. Thermal and chemical solubilization of verder for use as a potassium fertilizer. **International Journal of Mineral Processing**, v. 140, p. 72-78, 2015.

YUAN, B. et al. Extraction of potassium from K-feldspar via the CaCl_2 calcination route. **Chinese Journal of Chemical Engineering**, v. 23, n. 9, p. 1557-1564, 2015.

ZHAO, J.; LI, X.; MENG, J.; GE, W.; LI, W. Microwave-assisted extraction of potassium from K-feldspar in the presence of NaOH and CaO at low temperature. **Environmental Earth Sciences**, v. 78, art. 275, 2019.

AVALIAÇÃO DA POTENCIAL OCORRÊNCIA DE ELEMENTOS TERRAS RARAS ADSORVIDAS EM ARGILAS IÔNICAS NO COMPLEXO ALCALINO DE TANGUÁ-RJ

ASSESSMENT OF THE POTENTIAL OCCURRENCE OF RARE EARTH ELEMENTS ADSORBED ON IONIC CLAYS IN THE TANGUÁ ALKALINE COMPLEX, RIO DE JANEIRO.

Maria Luiza Alves de Mattos Reis

Aluno de Graduação de Geologia, 4º período
Universidade do Estado do Rio de Janeiro
Período PIBIC: agosto de 2024 a agosto de 2025
reis.marialuizaa@gmail.com

Luiz Carlos Bertolino

Orientador, geólogo, D.Sc.
lcbertolino@cetem.gov.br

RESUMO

Os Elementos Terras Raras (ETR) são matérias-primas críticas para a transição energética e tecnologias de alto desempenho, sendo utilizados em ímãs permanentes, turbinas eólicas, veículos elétricos e equipamentos eletrônicos. Entre os diferentes tipos de depósitos, as argilas de adsorção iônica (Ion-Adsorption Clay Deposits – IACDs) destacam-se pela extração por lixiviação de baixa complexidade e menor impacto ambiental. Este trabalho teve como objetivo compreender a gênese dos IACDs, os argilominerais envolvidos na adsorção e avaliar o potencial do Complexo Alcalino de Tanguá (RJ) para a ocorrência de ETR adsorvidos em argilas iônicas. A metodologia incluiu beneficiamento das amostras, Difração de Raios X (DRX), Fluorescência de Raios X (FRX) e Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS). Os resultados indicam que os nefelina sienitos são favoráveis ao fornecimento de ETR leves devido à presença de minerais acessórios como titanita, apatita e zircão. O intemperismo químico promoveu a formação de caulinita/halloysita, associada ao enriquecimento relativo de ETR leves e ítrio no regolito e à depleção de Na, Ca e

P. As evidências mineralógicas e geoquímicas sugerem retenção parcial dos ETR nas superfícies dos argilominerais. Embora os resultados ainda não permitam classificar a área como um depósito de adsorção iônica, o estudo estabelece uma base para futuras investigações sobre o potencial brasileiro para esse tipo de mineralização.

Palavras-chave: Elementos Terras Raras; argilas de adsorção iônica; Complexo Alcalino de Tanguá; intemperismo químico.

ABSTRACT

Rare Earth Elements (REE) are critical raw materials for the energy transition and high-performance technologies, being widely used in permanent magnets, wind turbines, electric vehicles, and electronic devices. Among REE deposits, ion-adsorption clay deposits (IACDs) are attractive due to their low-complexity leaching processes and reduced environmental impacts compared to primary deposits. This study investigated the genesis of Tecnológico e Inovação IACDs, the clay minerals involved in REE adsorption, and evaluated the potential of the Tanguá Alkaline Complex (Rio de Janeiro, Brazil) for hosting REE adsorbed on ionic clays. The methodology included beneficiation of source rock and weathered material, X-ray diffraction (XRD), X-ray fluorescence (XRF), and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Results indicate that nepheline syenites are favorable source rocks for light REE due to accessory minerals such as titanite, apatite, and zircon. Chemical weathering promoted the formation of kaolinite/halloysite, associated with the relative enrichment of light

REE and yttrium in the regolith and the depletion of Na, Ca, and P. Mineralogical and geochemical evidence suggests partial REE retention on clay mineral surfaces. Although the area cannot yet be classified as an ion-adsorption deposit, this study provides a basis for future investigations into the Brazilian potential for this type of mineralization.

Keywords: Rare Earth Elements; ion-adsorption clays; Tanguá Alkaline Complex; chemical weathering

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda por tecnologias de baixo carbono e pela transição energética tem ampliado a importância dos Elementos Terras Raras (ETR), grupo de 17 elementos essenciais para a produção de ímãs permanentes, turbinas eólicas, veículos elétricos e equipamentos eletrônicos. Embora relativamente abundantes na crosta terrestre, depósitos economicamente viáveis são escassos devido à complexidade da separação química entre os ETR. Entre os principais tipos de depósitos, destacam-se as argilas de adsorção iônica (Ion-Adsorption Clay Deposits – IACDs), nas quais os ETR encontram-se adsorvidos às superfícies de argilominerais secundários e podem ser extraídos por lixiviação com soluções salinas de baixa concentração, resultando em menores custos e impactos ambientais quando comparados aos depósitos primários (Bao & Zhao, 2008; Sanematsu & Watanabe, 2016).

A formação dos IACDs está associada ao intemperismo químico de rochas enriquecidas em minerais portadores de ETR. Durante esse processo, minerais como apatita, titanita, zircão e allanita liberam ETR para as soluções percolantes, que podem ser retidos por adsorção em argilominerais, principalmente caulinita, halloysita e illita, favorecendo o enriquecimento ao longo do perfil regolítico. Embora a maioria dos IACDs conhecidos ocorra no sul da China, regiões tropicais desenvolvidas sobre rochas alcalinas também apresentam elevado potencial. No Brasil, destaca-se o Alinhamento Alcalino Poços de Caldas–Cabo Frio (AAPCCF), que reúne complexos enriquecidos em minerais portadores de ETR (Teodoro et al., 2025). Entre eles, o Complexo Alcalino de Tanguá (RJ), composto principalmente por nefelina sienitos, sienitos e fonólitos, apresenta minerais acessórios como titanita, apatita e zircão, porém ainda carece de estudos sobre a evolução geoquímica do perfil de intemperismo e o comportamento dos ETR durante a formação do regolito. Assim, este trabalho busca contribuir para a compreensão dos processos de mobilização, retenção e enriquecimento de ETR no Complexo Alcalino de Tanguá, ampliando o conhecimento sobre a formação de depósitos de argilas de adsorção iônica em ambientes tropicais e sobre o potencial brasileiro para esse tipo de mineralização.

2. OBJETIVO

Avaliar o potencial de ocorrência de Elementos Terras Raras adsorvidos em argilas iônicas no Complexo Alcalino de Tanguá (RJ), por meio da integração de dados mineralógicos e geoquímicos, visando compreender a relação entre a mineralogia da rocha fonte, os processos de intemperismo e a concentração de ETR no perfil regolítico.

3. METODOLOGIA

O estudo foi desenvolvido por meio da caracterização integrada de amostras de rocha sã (nefelina sienito) e material alterado do Complexo Alcalino de Tanguá (RJ). As amostras foram beneficiadas por secagem em estufa a 60 °C, cominuição, peneiramento e separação granulométrica para obtenção da fração de interesse. A caracterização mineralógica foi realizada por Difração de Raios X (DRX), com ênfase nos argilominerais secundários formados durante o intemperismo. A composição química foi determinada por Fluorescência de Raios X (FRX), enquanto as concentrações de elementos-traço, incluindo os Elementos Terras Raras (ETR) e o ítrio (Y), foram obtidas por Espectrometria de Massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As análises por ICP-MS evidenciaram a presença de Elementos Terras Raras leves (La, Ce, Pr, Nd e Sm) e ítrio (Y) tanto na rocha sã quanto no material alterado. Observa-se aumento sistemático das concentrações desses elementos na amostra alterada, com baixo enriquecimento relativo variando entre aproximadamente 5 e 27%, sendo mais expressivo para Sm, Pr e Y. Esse comportamento sugere que os processos intempéricos promoveram a concentração residual desses elementos ao longo da evolução do perfil de alteração.

Tabela 1: Concentração de elementos-traço determinados por ICP-MS nas amostras de rocha sã e rocha alterada.

Elemento	Rocha sã (mg kg ⁻¹)	Rocha alterada (mg kg ⁻¹)	Variação (%)
La	122,0	138,0	+13,1
Ce	245,0	258,0	+5,3
Pr	25,4	29,5	+16,1
Nd	103,0	119,0	+15,5
Sm	14,6	17,1	+17,1
Y	39,6	50,1	+26,5
Zr	431	489	+13,5
Rb	146	158	+8,2
Zn	94,3	126	+33,6
P	594	371	-37,5

A redução do teor de P observada nas análises por ICP-MS sugere alteração parcial de minerais fosfatados, como apatita, importante hospedeira primária de Elementos Terras Raras em rochas alcalinas. A dissolução desses minerais representa uma das principais fontes de liberação de ETR para os fluidos intempéricos, etapa essencial para o desenvolvimento de depósitos de adsorção iônica). A análise química por FRX evidencia modificações composicionais compatíveis com o avanço do intemperismo químico. Os teores de Na₂O diminuem de 4,0 para 2,4%, enquanto CaO reduz-se de 2,0 para 0,85%, indicando intensa lixiviação dos minerais mais susceptíveis à alteração, especialmente feldspatos alcalinos e plagioclásios presentes no nefelina sienito. Em contrapartida, observa-se aumento relativo dos teores de Al₂O₃ (19,3 para 21,0%), Fe₂O₃ (4,1 para 4,8%) e da perda ao fogo (PPC).

Tabela 2: Resultado da análise química, Fluorescência de Raios X (FRX).

Óxido	Rocha sã (%)	Rocha alterada (%)	Elemento	Rocha sã (%)	Rocha alterada (%)
Al ₂ O ₃	19,30	21,00	Al	10,2	11,1
CaO	2,00	0,85	Ca	1,4	0,61
Cr ₂ O ₃	0,27	0,27	Cr	0,20	0,20
Fe ₂ O ₃	4,10	4,80	Fe	2,90	3,40
K ₂ O	9,50	9,20	K	7,90	7,60
MgO	0,63	0,51	Mg	0,40	0,30
MnO	0,12	0,20	Mn	0,10	0,20
MoO ₃	<0,10	<0,10	Mo	<0,10	<0,10
Na ₂ O	4,00	2,40	Na	3,00	1,80
Nb ₂ O ₅	<0,10	<0,10	Nb	<0,10	<0,10
NiO	0,19	0,16	Ni	0,10	0,10
P ₂ O ₅	0,16	0,13	P	0,10	0,10

Tabela 2: Resultado da análise química, Fluorescência de Raios X (FRX). (Continuação).

Óxido	Rocha sã (%)	Rocha alterada (%)	Elemento	Rocha sã (%)	Rocha alterada (%)
Rb ₂ O	<0,10	<0,10	Rb	<0,10	<0,10
SO ₃	0,32	0,11	S	0,10	<0,10
SiO ₂	56,40	56,70	Si	26,40	26,50
SrO	0,16	0,12	Sr	0,10	0,10
TiO ₂	1,10	1,20	Ti	0,70	0,70
Y ₂ O ₃	<0,10	<0,10	Y	<0,10	<0,10
ZnO	<0,10	<0,10	Zn	<0,10	<0,10
ZrO ₂	<0,10	<0,10	Zr	<0,10	<0,10
PPC	1,60	2,20	—	—	—

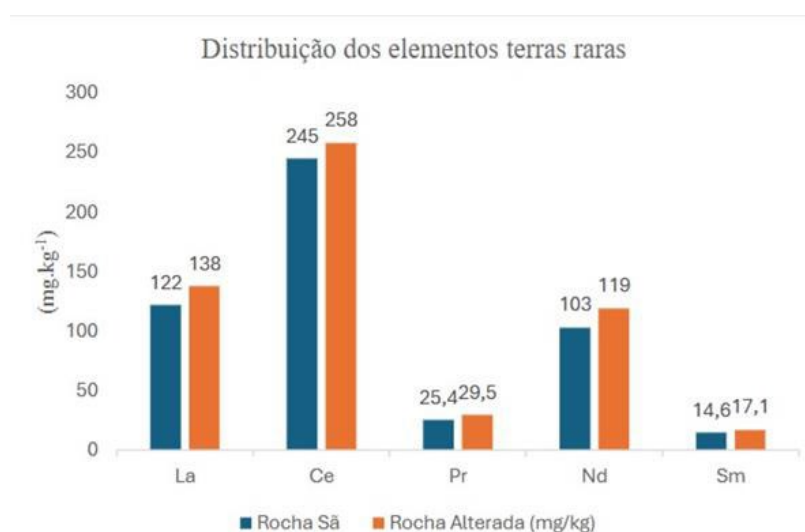


Figura 1: Distribuição dos elementos terras raras leves nas amostras analisadas.

O difratograma de raios X da amostra de rocha alterada (Figura 1), após o beneficiamento do material, evidenciou a predominância de três grupos de argilominerais. Os principais reflexos basais identificados correspondem à caulinita (7,15Å), à illita (10,0 Å) e ao grupo das esmectitas (≈15 Å), indicando que o perfil de alteração apresenta minerais secundários formados durante o processo de intemperismo da rocha alcalina.

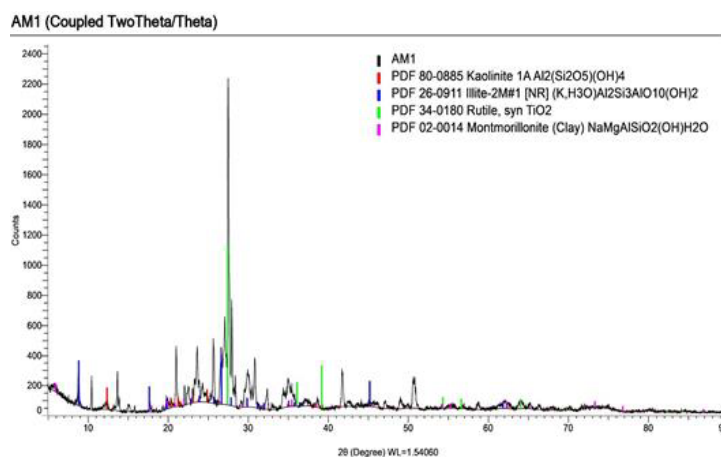


Figura 2: Difratograma de raios X.

5. CONCLUSÕES

A integração dos resultados químicos e mineralógicos evidenciou processos compatíveis com a formação de depósitos de argilas de adsorção iônica. As análises por FRX indicaram depleção de elementos móveis (Na, Ca e P), enquanto os dados de ICP-MS revelaram enriquecimento relativo de Elementos Terras Raras leves (ETRL) e ítrio (Y) no material alterado. A Difração de Raios X (DRX) mostrou predominância de argilominerais secundários, principalmente caulinita, illita e esmectita, indicando intensa alteração intempérica. Em conjunto, os resultados sugerem que o intemperismo favoreceu a formação de minerais secundários e o enriquecimento relativo dos ETR, embora ainda não seja possível confirmar sua adsorção nas superfícies dos argilominerais. Para avançar nessa interpretação, são necessárias análises complementares, como DRX em amostras orientadas com ativação por formamida, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e ensaios de lixiviação com sulfato de amônio, visando caracterizar os mecanismos de retenção e quantificar a fração adsorvida dos ETR. Este estudo estabelece uma base para a compreensão da evolução intempérica do Complexo Alcalino de Tanguá e para futuras investigações sobre o potencial brasileiro para depósitos de adsorção iônica de ETR.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelo financiamento da bolsa de iniciação científica, ao Prof. Dr. Luiz Carlos Bertolino pela orientação, à equipe do Laboratório de Argilas Aplicadas (LAA) e ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pelo suporte técnico e infraestrutura fornecida.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS]

BAO, Zhigang; ZHAO, Zhenhua. Geochemistry of mineralization with exchangeable REY in the weathering crusts of granitic rocks in South China. *Ore Geology Reviews*, Amsterdam, v. 33, n. 4, p. 519-535, 2008.

CHI, Ru'an; TIAN, Jiansheng. *Weathered Crust Elution-Deposited Rare Earth Ores*. New York: Nova Science Publishers, 2008.

HUMPHRIES, Marc. *Rare Earth Elements: The Global Supply Chain*. Washington, DC: Congressional Research Service, 2013.

RIBEIRO, Marcos S. *Caracterização mineralógica e geoquímica de depósitos de elementos terras raras em argilas de adsorção iônica associados ao complexo alcalino de Poços de Caldas*. Tese (Doutorado), [s.l.], [s.d.].

SANEMATSU, K.; WATANABE, Y. Characteristics and genesis of ion adsorption-type rare earth element deposits. In: VERPLANCK, P. L.; HITZMAN, M. W. (org.). *Rare Earth and Critical Elements in Ore Deposits*. Littleton: Society of Economic Geologists, 2016. p. 55-79.

SPARKS, Donald L. *Environmental Soil Chemistry*. 2. ed. Amsterdam: Academic Press, 2003.
TOLEDO, Maria Cristina Motta de; OLIVEIRA, Sonia Maria Barros de; FERRARI, Viviane C. Rare earth element migration associated with tropical weathering processes in Brazil. *Journal of Geochemical Exploration*, Amsterdam.

YUAN, Pei et al. Rare earth element adsorption onto kaolinite and halloysite: implications for ion-adsorption deposits. *Applied Clay Science*, Amsterdam, v. 146, p. 232-241, 2017.

ZHOU, Panpan et al. Transformative discovery of rare-earth functional materials for energy and electronics via machine learning. *eScience Energy*, p. 100061, 2026.

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA DAS FORMAÇÕES FERRÍFERAS DE CARAJÁS (PA) E URUCUM (MS)

MINERALOGICAL CHARACTERIZATION OF IRON FORMATIONS FROM CARAJÁS (PA) AND URUCUM (MS)

Maria Luiza Vieira dos Santos

Aluno de Graduação de Geofísica da UFF, 5º período
Período PIBIC/CETEM: maio de 2026 a agosto de 2026
mluiza.vds@gmail.com

Gabriella Fazio

Orientadora, Geóloga, D.Sc.
gfazio@cetem.gov.br

RESUMO

As Formações Ferríferas da Província Mineral de Carajás (PA) e do Distrito de Urucum (MS), formadas, respectivamente, no Arqueano–Paleoproterozoico e no Neoproterozoico, registram importantes diferenças nos processos geológicos e paleoambientais do Pré-Cambriano. Este trabalho investigou os contrastes mineralógicos e geoquímico entre amostras dessas duas ocorrências. Para isso, foram realizadas análises por micro-fluorescência de raios X, difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados geoquímicos mostram que ambas as formações são dominadas por Fe e Si, enquanto as amostras de Urucum apresentam também teores de Ca, Mg e Mn, indicando associação com carbonatos e com o ciclo biogeoquímico do manganês. As análises mineralógicas revelaram predominância de hematita, acompanhada por magnetita e quartzo, além de goethita identificada em Carajás. Esses resultados foram corroborados por análises de mineralogia magnética realizadas complementarmente ao estudo.

Palavras chave: Mineralogia, formações ferríferas, minério de ferro.

ABSTRACT

The iron formations from Carajás Mineral Province (PA) and Urucum District (MS), formed, respectively, in the Archean-Paleoproterozoic and Neoproterozoic, record important differences in the geological and paleoenvironmental processes of the Precambrian. This work investigated the mineralogical and geochemical contrasts between samples from these two occurrences. For this purpose, analyses were performed using X ray microfluorescence, X ray diffraction, and scanning electron microscopy. Geochemical results show that both formations are dominated by Fe and Si, while the Urucum samples also present Ca, Mg, and Mn contents, indicating an association with carbonates and the biogeochemical manganese cycle. Mineralogical analyses revealed a predominance of hematite, accompanied by magnetite and quartz, as well as goethite in Carajás. These results were corroborated by magnetic mineralogy analyses performed as a complement to the study.

Keywords: Mineralogy, iron formations, iron ore.

1. INTRODUÇÃO

As Formações Ferríferas (FFs) são unidades estratigráficas predominantemente pré-cambrianas compostas por rochas em camadas ricas em ferro, geralmente intercaladas por quartzo, chert ou carbonato (Bekker & Kovalick, 2020). Sua formação está diretamente relacionada às condições redox dos oceanos primitivos, à disponibilidade de ferro dissolvido e às mudanças na composição da atmosfera ao longo da evolução da Terra (Klein, 2005).

No Arqueano–Paleoproterozoico, o surgimento da fotossíntese oxigênica e o consequente Great Oxidation Event (GOE) promoveram a oxidação do ferro dissolvido (Fe^{2+}), favorecendo a precipitação de óxidos de ferro e a deposição das FFs (Kasting, 2013). Já no Neoproterozoico, a deposição dessas formações esteve associada às glaciações globais e ao Neoproterozoic Oxidation Event (NOE), que possibilitaram a acumulação de ferro em ambientes anóxicos e sua posterior precipitação durante o degelo (Klein, 2005; Ye et al., 2024).

Esses distintos contextos paleoambientais resultaram em diferenças genéticas, mineralógicas e geoquímicas entre as FFs de diferentes idades. No Brasil, destacam-se as formações da Província Mineral de Carajás (PA), de idade arqueana-paleoproterozoica, e do Distrito de Urucum (MS), de idade neoproterozoica, que constituem importantes depósitos de minério de ferro e representam registros fundamentais para a compreensão da evolução dos oceanos e da atmosfera terrestre durante o Pré-Cambriano.

2. OBJETIVOS

O escopo deste projeto encontra-se na caracterização mineralógica dessas duas ocorrências de FF's. A partir da integração dos resultados obtidos, busca-se realizar uma análise comparativa entre elas e integração desses resultados com análises de mineralogia magnética, realizados previamente no Observatório Nacional.

3. METODOLOGIA

Três amostras previamente coletadas foram analisadas: duas amostras de Carajás (CFF, rocha fresca, e CFF-A, alterada por processos intempéricos) e uma amostra de Urucum (UFF). As rochas foram primeiro fragmentadas com o auxílio de um martelo e depois pulverizadas no moinho planetário com jarro e esferas de carbeto de tungstênio por cerca de 5 minutos a 300 rpm, para garantir uma amostra homogênea com grãos menores que $16\mu\text{m}$. Para reduzir uma fração ao tamanho máximo de $10\mu\text{m}$ foi realizado mais um processo de moagem, dessa vez, usando o moinho de ágata McCrone. Por 10 minutos, cerca de 4g da amostra foram colocadas no moinho com 12ml de água deionizada, resultando em uma mistura que foi despejada em uma placa de Petri de teflon e seca em uma estufa a 60°C (Porphírio; Barbosa; Bertolino, 2010). Após a evaporação de toda a fase líquida, a amostra foi acomodada e prensada em um porta-amostras de aço inox, formando uma pastilha para análise por Difração de Raios-X (DRX; Neumann, Schneider, Alcover Neto, 2010). Vale ressaltar que os preparos e as análises foram realizadas no no Setor de Caracterização Tecnológica (SCT) do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCTI).

A análise por DRX foi realizada em equipamento Bruker-AXS D4 Endeavor, radiação de cobalto $K\alpha$ e a interpretação qualitativa foi realizada por comparação com padrões contidos no banco de dados PDF 2 em software Bruker-AXS Diffraction EVA. Também foram realizadas análises quantitativas pelo método de Rietveld (Neumann, Schneider, Alcover Neto, 2010), em software Bruker-AXS Diffraction Topas v.6.

As amostras também foram preparadas para seção polida, em que as amostras de rocha foram cortadas usando uma serra diamantada para obter uma face plana. Essa foi embutida em resina epóxi, esse conjunto foi desbastado em disco diamantado metálico com cristais de diamante de $6\mu\text{m}$ de diâmetro e polido com panos de polimento e suspensão de diamante de 3 e $1\mu\text{m}$.

As seções polidas foram mapeadas por micro-fluorescência de raios-X (μ -FRX) utilizando-se um equipamento Bruker M4 Tornado plus. Este método se destaca pela capacidade de realizar o mapeamento geoquímico qualitativo ou quantitativo em 2D da superfície de amostras com alta resolução espacial ($<20 \mu\text{m}^2$) e de forma não-destrutiva (Barker et al., 2021). As seções polidas também foram analisadas por microscópio eletrônico de varredura (MEV) FEI Quanta 400 com Espectrômetro de Dispersão de Energia (EDS) Bruker Nano Quantax 800 acoplado.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As respostas das análises químicas de FRX seguiram conforme previsto para FF's: altas concentrações de Fe e Si. O mapeamento geoquímico feito por μ -FRX mostrou que CFF é formada pela intercalação de lâminas desses dois elementos (Figura 1B), padrão também observado milimetricamente por MEV-EDS (Figura 1C). Além de Si, UFF conta com a presença de Ca, Mn e Al em finas camadas intercaladas com bandas espessas de Fe (Figura 1F). Milimetricamente, os elementos não se distribuem em limites bem definidos, com Si e C dispersos na parte rica em Fe, além de sutis camadas de Fe em meio a faixa de Si e C (Figura 1G).

Em escala micrométrica, o contraste entre os tons de cinza de CFF mostrou que as partículas claras têm hábito cristalino e estão dispersas na matriz escura (Figura 1D). Já a UFF possui dois grandes domínios contrastantes sem uma variedade tonal na escala de cinza capaz de possibilitar a caracterização morfológica (Figura 1H).

Seguindo nessa escala, a química pontual por EDS da fase clara de CFF possui média de 75,09% de Fe e 1,07% de Si. Já a fase escura tem em média 10,82% de Fe e 46,97% de Si. UFF, revelou 0,17% de Mg, 0,45% de Al, 46,11% de Si, 0,11% de Ca, 1,27% de Ti e 9,26% de Fe para a porção escura e 0,96% de Al, 0,29% de Si, 0,27% de Mn e 75,95% de Fe para a porção clara.

Uma vez investigados os aspectos químicos e morfológicos, procedeu-se a investigação mineralógica por DRX e quantificação de Rietveld. Em ambas amostras de CFF foi identificada a presença de quartzo, hematita e magnetita, com adição de goethita em CFF-A, que possui frações de 0,35% de quartzo, 56,82% de hematita, 2,71% de magnetita e 40,12% de goethita (muito provavelmente relacionada à alterações intempéricas; Figura 2). Já a UFF demonstrou uma alta presença de hematita, com 84,29%, seguida por 14,09% de quartzo e 1,62% de magnetita (Figura 3).

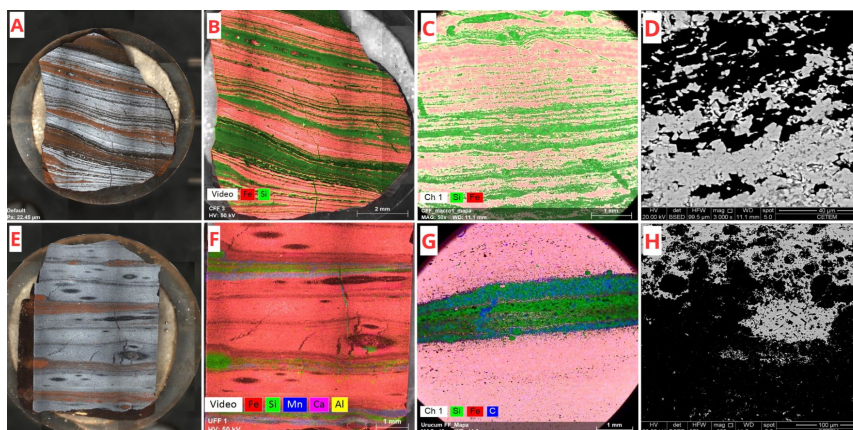


Figura 1: Análises de μ -FRX e MEV-EDS de uma seção polida das amostras CFF e UFF.

A e E) Mosaicos microscópico evidenciando o bandamento típico de FFs bandadas.

B e F) Mapeamento geoquímico qualitativo de μ -FRX ilustrando a alternância entre

Fe (em vermelho) e Si (em verde). C e G) Mapeamento geoquímico feito em escala milimétrica com EDS acoplado ao MEV ilustrando a alternância entre Fe e Si, com algumas ocorrências de C em UFF. D e H) Microanálises em MEV usadas como base para a análise de química pontual por EDS.

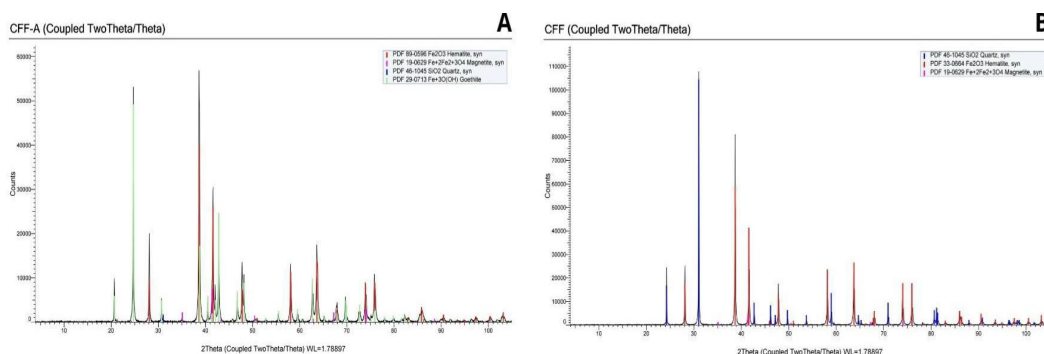


Figura 2: Difratoograma de raios X das amostras de Carajás. A) CFF-A. B) CFF.

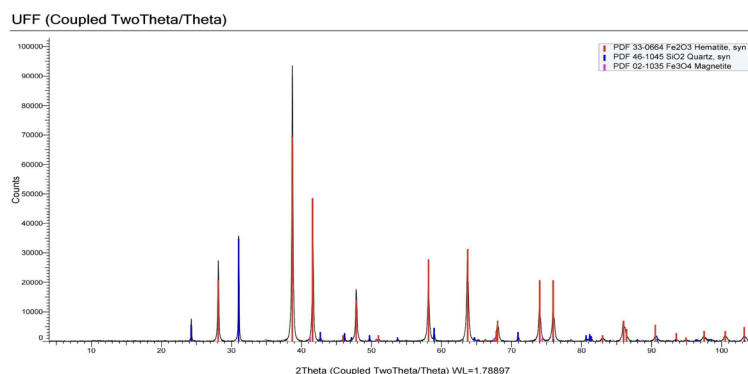


Figura 3: Difratoograma de raios X da amostra UFF.

5. CONCLUSÕES

A partir da aquisição, análise e caracterização dos aspectos químicos e mineralógicos, é possível integrar informações para investigar os contrastes e as semelhanças entre CFF/CFF-A e UFF. As análises químicas mostraram que a principal diferença entre as camadas de cada rocha vem da concentração de seus principais constituintes, Fe e Si. UFF, porém, apresenta maior variedade química, incluindo frações de Ca, Mn e Mg. A caracterização e a quantificação mineralógica revelaram a predominância de hematita e frações menores de magnetita e quartzo em ambas as amostras. No entanto, CFF-A também exibiu uma grande concentração de goethita, mineral que não foi detectado por DRX na UFF.

De forma complementar, foram realizadas análises de mineralogia magnética no Laboratório de Paleomagnetismo, Cicloestratigrafia e Mineralogia Magnética do Observatório Nacional (ON/MCTI). As amostras diferem-se por susceptibilidade magnética em ordens de grandeza, onde CFF exibe maiores valores, corroborado pela presença em maior porcentagem de magnetita, nos resultados de DRX. As curvas termomagnéticas de baixa temperatura evidenciaram para ambas amostras as transições de Morin ($\sim 10^\circ\text{C}$) e Verwey ($\sim 150^\circ\text{C}$), confirmando a presença de hematita e magnetita, respectivamente. Por fim, as curvas de magnetização remanente isotérmica (IRM) indicaram ainda uma fase de alta coercividade, responsável pela não saturação das amostras em um campo magnético aplicado com máximo 1,8 T, atribuída à altíssima coercividade da goethita.

Mesmo sendo classificadas como o mesmo tipo de rocha, CFF/CFF-A e UFF podem ser diferenciadas do ponto de vista químico, mineralógico e magnético. As diferenças químicas podem ser explicadas pelos diferentes paleoambientes dado o intervalo de formação existente entre as amostras. As aquisições mineralógicas revelaram similaridades composicionais com flutuações nos índices de concentração. Já as análises magnéticas permitiram caracterizar a assembleia mineral magnética e identificar a goethita que, pela sua provável falta de cristalinidade, não pôde ser identificada por análises por DRX.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço a Dra. Gabriella Fazio pelo tempo dedicado, conhecimento compartilhado, constante incentivo e, principalmente, por acreditar no meu potencial e me conceder uma oportunidade inédita em minha vida. Expresso minha eterna gratidão aos meus pais por tudo o que fizeram para que eu pudesse ter oportunidades como essa. Agradeço também, ao Dr. Plínio Jaqueto pelo apoio técnico, ao ON e ao CETEM pela disponibilização dos laboratórios, ao CNPq pela bolsa, a professora Evanizis Dias Frizzera Castilho e a todos que ajudaram de alguma forma para a elaboração deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BARKER, R.D.; BARKER, S.L.L.; Wilson, S.A.; SROCK, E.D. Quantitative Mineral Mapping of Drill Core Surfaces I: a Method for mu XRF Mineral Calculation and Mapping of Hydrothermally Altered, Fine-Grained Sedimentary Rocks from a CarlinType Gold Deposit. *Economic Geology*, v.116 (4), p.803–819, 2021.

BEKKER, A.; KOVALICK, A. Ironstones, Iron Formations, and Iron Ore. In: ELIAS, S. A.; ALDERTON, D. (Ed.). *Encyclopedia of Geology*. 2. ed. Academic Press, 2020. v. 3, p.914-921.

BIRKS, L. S. X-ray spectrometry: historical perspective and projections for the future. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*. v.40 (9), p.1161-1166, 1985.

DUNLOP, D. J.; ÖZDEMİR, Ö. *Rock Magnetism: Fundamentals and frontiers*. 1.ed. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1997. 595p.

EVANS, M. E.; HELLER, F.. *Environmental Magnetism: Principles and Applications of Enviromagnetics*. 1.ed. New York, NY, USA: Academic Press, 2003. 299p.

KASTING, J.F. What caused the rise of atmospheric O₂?. *Chemical Geology*, v.362, p.13-25, 2013.

KLEIN, C. Some Precambrian Banded Iron-Formations (BIFs) from around the World: Their Age, Geologic Setting, Mineralogy, Metamorphism, Geochemistry and Origin. *American Mineralogist*, v.90, p.1473-1499, 2005.

KONHAUSER, K. O.; PLANAVSKY, N. J.; HARDISTY, D. S.; ROBBINS, L. J.; WARCHOLA, T. J.; HAUGAARD, R.; LALONDR, S. V.; PARTIN, C. A.; OONK, P. B. H.; TSIKOS, H.; LYONS, T. W.; BEKKER, A.; JOHNSON, C. M. Iron formations: A global record of Neoproterozoic to Palaeoproterozoic environmental history. *Earth-Science Reviews*, v.172, p.140-177, 2017.

NEUMANN, R.; SCHNEIDER, C.L.; ALCOVER-NETO, A. Caracterização Tecnológica de Minérios. In: LUZ, A.B. et al. (Eds). *Tratamento de Minérios*. 5 ed. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Centro de Tecnologia Mineral, 2010, p.85-139.

PORPHÍRIO, N. H.; BARBOSA, M. I. M.; BERTOLINO, L. C. Caracterização Tecnológica de Minérios. In: LUZ, A.B. et al. (Eds). *Tratamento de Minérios*. 5 ed. Rio de Janeiro, RJ, Brasil: Centro de Tecnologia Mineral, 2010, p.57-84.

YE, H.; WU, C.Z.; LI, W.; LEI, R.X.; SUN, X.; HAO, W.; KONHAUSER, K.O. Deposition and termination of Neoproterozoic iron formations (NIFs): New insights from NIFs in China. *Earth-Science Reviews*, v.256, p.1-22, 2024.

QUÍMICA MINERAL POR MEV-EDS DE GRANADA DE GONDITOS DO CINTURÃO MINEIRO: PROPOSTA DE UM NOVO CAMPO DE CLASSIFICAÇÃO

MINERAL CHEMISTRY OF GARNET IN GONDITES FROM MINEIRO BELT BY SEM-EDS: PROPOSAL OF A NEW FIELD OF CLASSIFICATION

Mariana Barcellos da Silva

Aluna de Graduação do curso de Geologia 9º período, UFRJ

Período PIBIC: setembro de 2025 a novembro de 2026

mbarcellos64@gmail.com

Reiner Neumann

Orientador, geólogo, D.Sc.

rneumann@cetem.gov.br

Matheus Lamas Machado

Coorientador, geólogo, M.Sc.

mattlamachado@gmail.com

Ciro Alexandre Ávila

Orientador, geólogo, D.Sc.

avila@mn.ufrj.br

RESUMO

Granada é considerada um componente comum em assembleias de minerais pesados, sendo bastante utilizada em estudos de proveniência sedimentar. Porém, os diagramas propostos raramente utilizam os *end members* de grãos de granada de gonditos em seu banco de dados. No presente trabalho foram analisados grãos de granada de gonditos por MEV-EDS para a obtenção da composição química e dos *end members*, visando utilizá-los nos diagramas de classificação já existentes. Os resultados obtidos apontam que a composição dos *end-members* dos gonditos é diferente daquele de grãos de granada de pegmatitos e de anfibolitos, apresentando variações na proporção de almandina e grossulária. A partir dos resultados obtidos foi proposto um novo campo para granada associada a gonditos nos diagramas já existentes.

Palavras chave: Granada; MEV-EDS; spessartina; gondito; anfibolito; pegmatito.

ABSTRACT

Garnet is considered a common component of heavy mineral assemblages, being widely used in sedimentary provenance studies. However, the proposed diagrams rarely use the end-members of gondite garnet grains in their database. In the present study, gondite garnet grains were analyzed by SEM-EDS to obtain its chemical composition and end-members, aiming to use them in existing classification diagrams. The results indicate that the end-member composition of gondites differs from that of garnet grains from pegmatites and amphibolites, showing variations in the proportion of almandine and grossular. Based on the obtained results, a new field was proposed for garnet associated with gondites in the existing diagrams.

Keywords: Garnet; SEM-EDS; spessartine; gondite; amphibolite; pegmatite.

1. INTRODUÇÃO

Granada é comum em rochas ígneas, sedimentares e metamórficas, sendo considerada como um mineral resistido, pois apresenta alta densidade, elevada dureza, não se parte facilmente e é parcialmente estável em condições específicas de intemperismo/diagênese (Parfenoff et al., 1970). No contexto do Cinturão Mineiro, a granada é um componente muito comum em anfibolitos e pegmatitos, bem como em gnditos, que corresponde a uma rocha proveniente do metamorfismo de material sedimentar rico em Mn e SiO₂.

Os principais componentes do grupo da granada (do supergrupo da granada com sítio Z ocupado por Si₃, Grew et al, 2013) apresentam solução sólida com variação dos elementos que ocupam os sítios X e Y na sua estrutura: spessartina (Mn₃Al₂Si₃O₁₂), almandina (Fe₃Al₂Si₃O₁₂), piropo (Mg₃Al₂Si₃O₁₂), grossulária (Ca₃Al₂Si₃O₁₂), andradita (Ca₃Fe₂Si₃O₁₂) e uvarovita (Ca₃Cr₂Si₃O₁₂). Por estes aspectos, e por exibir grande variedade composicional, a granada é amplamente utilizada em estudos de proveniência sedimentar através do uso de diagramas ternários, como os de Mange & Morton (2007) e Costa & Remus (2016). Esses diagramas estabeleceram uma correlação entre a composição química dos *end members* da granada e sua rocha fonte. No entanto, ainda são escassos os estudos que exploram a composição química de granada de ocorrências manganíferas, no caso, os gnditos. De igual modo, os diagramas de classificação desenvolvidos não abordam especificamente a composição química de granada de gnditos, principalmente por esse mineral apresentar semelhança com a granada de granitos e pegmatitos (Costa & Remus, 2016).

2. OBJETIVOS

Os objetivos desse trabalho são: (i) comparar os membros finais da química mineral da granada de gnditos com aqueles de anfibolitos e pegmatitos do Cinturão Mineiro, bem como com grãos de outros depósitos de gnditos do mundo; (ii) estabelecer mudança no diagrama elaborado por (Costa & Remus, 2016), que inclui gnditos para proveniência sedimentar.

3. PREPARAÇÃO E ANÁLISE POR MEV-EDS

A amostragem dos gnditos ocorreu em duas pequenas minerações de manganês (Monte Azul e EMFX) e em diversas minas desativadas e cavas abandonadas situadas entre os municípios de Ritópolis e Nazareno, Minas Gerais.

Em laboratório, fragmentos representativos dos gnditos foram britados abaixo de 1 mm, pulverizados para <300 micrômetros e encaminhados para análises por difração e fluorescência de raios X. Os contramoldes das amostras foram serrados, embutidos em resina epóxi e colocados para secar em temperatura ambiente. Posteriormente foram desbastadas com discos de diamantes em matriz metálica de 125, 40, 15, 9 e 6 µm, sendo o polimento realizado em suspensão de diamante com panos de 3 e 1 µm. Por fim, as seções foram encaminhadas para limpeza e ciclos de recobrimento com carbono. As análises foram realizadas em *MEV ZEISS Sigma 300* acoplado a dois *EDS Bruker 6160* e operado com abertura de 30 µm, 20 kV e distância de trabalho de 8 mm. Foram realizadas 1138 análises de grãos de granada de gnditos do Cinturão Mineiro. Como banco de dados foram utilizadas 554 análises de granadas de pegmatitos e 71 de anfibolitos do Cinturão Mineiro obtidas em projetos anteriores, bem como 36 análises de granada de gnditos de outras localidades.

4. RESULTADOS

O estudo das imagens obtidas em MEV possibilitou a identificação de diferentes aspectos texturais dos gnditos e dos grãos de granada (Figura 1), representados por: i) inclusões essencialmente de sulfetos de Fe-Ni-Cu-Zn e de quartzo nos grãos de granada; ii) textura granular com grãos subédricos a arredondados de granada, que exibem diferentes tamanhos; iii) zonamento composicional de alguns grãos de granada, onde a borda é mais rica em Ca, quando comparada com o núcleo, mais rico em Mn; iv) bandamento composicional com camadas ricas em granada e quartzo, intercaladas com camadas ricas em goethita e óxidos-hidróxidos de Mn;

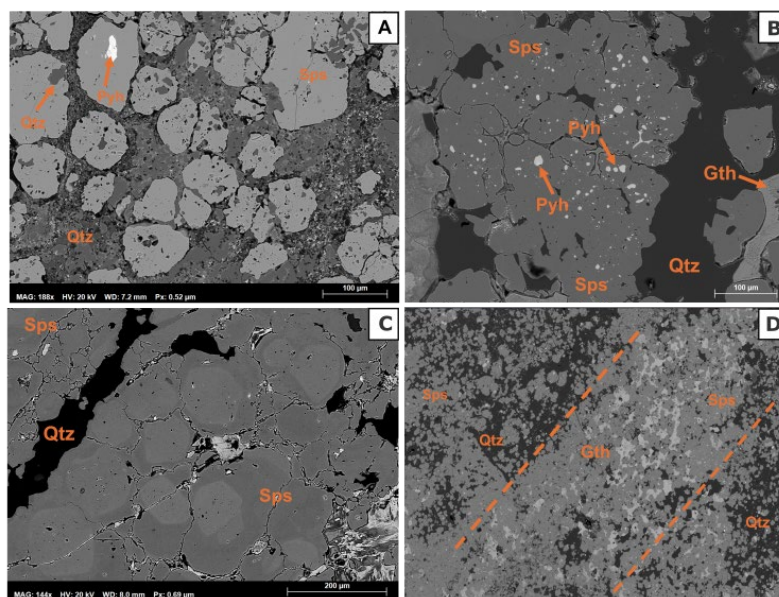


Figura 1: Imagens de elétrons retroespalhados de gonditos e de grãos de granada. A) Grãos desde subédricos até a arredondados de spessartina (Sps) separados por matriz rica em quartzo (Qtz) com de inclusão de pirrotita (Pyh) na spessartina. B) Diversas inclusões de pirrotita (Pyh) na spessartina e associação dessa com goethita (Gth) e quartzo (Qtz). C) Zonamento em grãos de granada com núcleo rico em Mn (mais claro) e borda rica em Ca (mais escuro) e o quartzo (Qtz) na cor preta). D) Mosaico mostrando bandamento composicional representado por camada rica em spessartina (Sps - cinza) e goethita (Gth - cinza claro) e por camadas ricas em spessartina (cinza) e quartzo (Qtz - preto).

A composição final da granada dos gonditos apresenta predomínio da molécula de spessartina (41-85%), seguido de grossulária (0-35%), almandina (0-29%), andradita (0-21%) e piropo (0-6%), enquanto nos pegmatitos predomina spessartina + almandina (67-95%) e nos anfíbolitos predomina almandina (54-75%), seguido de grossulária (9-38%). No diagrama de proveniência de Mange & Morton (2007), a granada de gonditos ocupa os campos Bi e Bii, juntamente com a de pegmatitos, enquanto a granada de anfíbolitos plota somente no campo Bii (Figura 2A). No diagrama de Costa & Remus (2016), as análises de granada de gondito concentram-se no vértice da spessartina (Sps) e ao longo do eixo desta com PGAU (piropo + grossulária + andradita + uvarovita), enquanto as análises de granada de pegmatitos plotam ao longo do eixo almandina – spessartina, variando muito na proporção entre ambas (Figura 2B). A granada de anfíbolitos é distinta das demais por ser muito pobre no componente spessartina (Figura 2B) e enriquecida na componente almandina. Por fim, a granada presente em outros depósitos mundiais de Mn plota nos campos Bi e Bii no diagrama de Mange & Morton (2007), ao passo que no diagrama de Costa & Remus (2016) essas plotam ao longo do campo E (Figura 2B). Contudo, algumas amostras excedem o limite desse campo, pois apresentam enriquecimento em PGAU (piropo + grossulária + andradita + uvarovita).

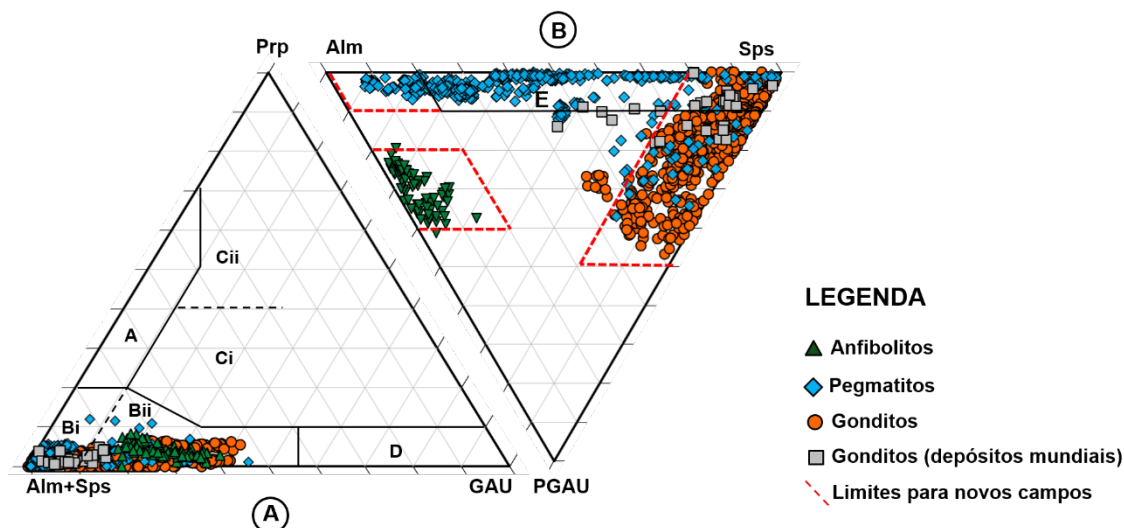


Figura 2: Diagramas de proveniência sedimentar de Mange & Morton (2007 – Figura 2A) e de Costa & Remus (2016 – Figura 2B). Abreviações: Alm (almandina), Sps (spessartina), Prp (piropo), GAU (grossulária + andradita + uvarovita) e PGAU (piropo + grossulária + andradita + uvarovita). Campos: A - rochas metassedimentares de alto grau metamórfico (paragnaisses, charnockitos e granulitos); Bi - granitoides e pegmatitos; Bii - rochas metassedimentares de baixo a médio grau metamórfico (fácies anfibolito); Ci - rochas metamórficas máficas (anfibolitos e gnaisses básicos); Cii - rochas ultramáficas, piroxenitos e peridotitos; D - rochas metacarbonáticas, calciossilicáticas e escarnitos; E - pegmatitos, aplitos graníticos e gonditos.

5. CONCLUSÕES

Pode-se inferir que os *end-members* da granada de gonditos não são semelhantes aos *end-members* da granada de pegmatitos e anfibolitos, pois a primeira é muito rica em spessartina e varia fortemente em relação a percentagem de piropo + grossulária + andradita + uvarovita. Os dados obtidos apontam para: (i) o diagrama de Mange & Morton (2007) não permite distinguir granada de gonditos, anfibolitos e pegmatitos claramente; (ii) o diagrama de Costa & Remus (2016) os separa, e um novo campo para a granada presente nos gonditos pode ser delimitado; (iii) um campo específico para a granada associada a anfibolitos pode ser proposto; e (iv) o campo da granada associada a pegmatitos deve ser ampliado.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COSTA, C.Z; REMUS, M.V.D. Proveniência dos arenitos da Bacia de Campos (Andar Alagoas) por meio da composição da granada. *Geologia USP - Serie Científica*, 2016. 16(2): 83-100.
- GREW, E.S., LOCOCK, A.J., MILLS, S.J., GALUSKINA, I.O., GALUSKIN, E.V., HALENIUS, U., Nomenclature of the garnet supergroup. *American Mineralogist*, 2013. 98(4), 785-811. doi.org/10.2138/am.2013.4201.
- MANGE, M.A; MORTON, A.C. Geochemistry of heavy minerals. In: MANGE, M.A & WRIGHT, D.T. (eds.). *Heavy minerals in use*. Elsevier, 2007. p. 345-391.
- PARFENOFF, A.; POMEROL, C.; TOURENQ, J. *Les minéraux en grains: méthodes d'étude et de détermination*. Paris: Masson et Cie, 1970. 578 p.

CARACTERIZAÇÃO MINERALÓGICA E TECNOLÓGICA DE BAUXITA PROVENIENTE DO COMPLEXO ALCALINO DE POÇOS DE CALDAS (MG)

MINERALOGICAL AND TECHNOLOGICAL CHARACTERIZATION OF BAUXITE FROM THE POÇOS DE CALDAS ALKALINE COMPLEX (MG)

Mariana Gonçalves do Espírito Santo

Aluna de Graduação da Engenharia de Alimentos 6º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: agosto de 2025

mariges1208@gmail.com

Antonieta Middea

Orientadora, Engenheira Química, D.Sc.

amiddea@cetem.gov.br

Ruan Roberto Henriques

Coorientador, Químico, D.Sc.

rhenriques@cetem.gov.br

RESUMO

Este trabalho realizou a caracterização tecnológica de uma amostra de bauxita proveniente do Complexo Alcalino de Poços de Caldas (MG) por FRX, DRX, em oito frações granulométricas e MEV/EDS e Potencial Zeta na fração -25+9,5 mm. A amostra global apresentou teores de 43,1% de Al_2O_3 e 14,9% de SiO_2 . O Al_2O_3 aproveitável apresentou os maiores teores nas frações mais grossas, atingindo 46,3% (com relação $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ de 17,4). Por outro lado, a sílica (SiO_2) reativa acumulou-se na fração fina, alcançando 9,97% de teor e concentrando cerca de 69% da distribuição total de SiO_2 . As análises de DRX e MEV/EDS confirmaram a gibbsita como fase aluminosa dominante, evidenciando o enriquecimento de quartzo livre nas frações intermediárias (com teores de até 20%) e de caolinita na fração fina (74%). O comportamento eletrocinético revelou ponto isoelétrico (PIE) em pH 5,8, refletindo a contribuição de superfícies oxidadas de alumínio e ferro. Os resultados demonstram que a bauxita é propensa ao descarte seletivo da fração fina para remoção de sílica reativa antes do processo Bayer.

Palavras chave: Bauxita, sílica reativa, alumina aproveitável.

ABSTRACT

This study performed the technological characterization of a bauxite sample from the Poços de Caldas Alkaline Complex (MG) using XRF and XRD across eight size fractions, as well as SEM/EDS and Zeta Potential analysis on the -25+9.5 mm fraction. The global sample presented contents of 43.1% Al_2O_3 and 14.9% SiO_2 . Available Al_2O_3 showed the highest contents in the coarser fractions, reaching 46.3% (with an $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ ratio of 17.4). On the other hand, reactive silica (SiO_2) accumulated in the fine fraction, reaching a content of 9.97% and accounting for approximately 69% of the total SiO_2 distribution. XRD and SEM/EDS analyses confirmed gibbsite as the dominant aluminous phase, highlighting the enrichment of free quartz in the intermediate fractions (with contents up to 20%) and kaolinite in the fine fraction (74%). Electrokinetic behavior revealed an isoelectric point (IEP) at pH between 5.8 and 6.0, reflecting the contribution of oxidized aluminum and iron surfaces. The results demonstrate that the bauxite is suitable for selective rejection of the fine fraction to remove reactive silica prior to the Bayer process..

Keywords: Bauxite, reactive silica, available alumina.

1. INTRODUÇÃO

A bauxita, matéria-prima para a produção de alumínio, requer elevados teores de Al_2O_3 aproveitável e baixa sílica reativa para a viabilidade do processo Bayer [1, 2]. O principal desafio técnico decorre de argilominerais como a caolinita, cuja reação com a soda cáustica eleva os custos operacionais e a geração de lama vermelha, ao passo que o quartzo livre apresenta menor reatividade na digestão. Mapear a distribuição e a associação dessas fases silicatadas ao longo da granulometria é, portanto, essencial para fundamentar estratégias de separação física e descarte seletivo de contaminantes.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo específico realizar a caracterização tecnológica e mineralógica de uma amostra de bauxita do Complexo Alcalino de Poços de Caldas (MG), determinando a distribuição das fases minerais e dos teores de alumina e sílica em oito frações granulométricas, além de avaliar o comportamento eletrocinético da amostra na fração -25+9,5 mm, visando subsidiar estratégias de beneficiamento físico.

3. METODOLOGIA

A amostra de bauxita foi homogeneizada, quarteada e classificada por peneiramento a úmido nas frações +25, -25+9,5, -9,5+4,75, -4,75+1,18, -1,18+0,3, -0,3+0,106, -0,106+0,038 e -0,038 mm. A composição química foi determinada por WDXRF (PANalytical Axios Max; pastilhas fundidas em $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7/\text{LiBO}_2$ 1:10 a 1.100 °C). Teores de alumina aproveitável e sílica reativa foram analisados por digestão alcalina em autoclave em laboratório externo. A mineralogia foi avaliada por DRX pelo método do pó (Bruker D4 Endeavor, $\text{Co K}\alpha$, 35 kV/40 mA, 5-80° 2 θ , passo 0,02°/1 s), com identificação na base PDF02 (ICDD, 2006) e quantificação por refinamento *Rietveld*. Análises microtexturais foram realizadas por MEV/EDS (FEI Quanta 400/Bruker Esprit 2.5, detector BSE, 20 kV) em amostras recobertas com paládio (Leica EM ACE 200, 180 s). O potencial zeta da amostra na fração -25+9,5 mm foi medido em Malvern Zetasizer em função do pH (eletrólito suporte: KCl 0,01 M; ajustes com KOH e HCl).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A distribuição de Al_2O_3 superou a de SiO_2 nas frações de +25 mm a -0,106+0,038 mm (5% a 12% contra < 7%) (Figura 1). Ocorre, contudo, um acúmulo acentuado na fração fina (-0,038 mm), que concentra 69% de toda a SiO_2 e 46% do Al_2O_3 da amostra. Essa retenção preferencial da sílica nos finos ratifica a eficiência do descarte seletivo da fração passante em 0,038 mm para reduzir a carga de contaminantes antes do processo Bayer.

A caracterização por DRX confirma a gibbsita (G) como fase aluminosa dominante, acompanhada por caolinita (C) e quartzo livre (Q) como ganga silicatada (Figura 2). O refinamento *Rietveld* revela uma distribuição mineralógica seletiva: as frações intermediárias (-4,75 a +0,106 mm) enriquecem-se em quartzo (15% a 20%), mantendo a caolinita abaixo de 6%, enquanto a fração fina (-0,038 mm) concentra 74% de toda a caolinita da amostra, além de 45% da gibbsita e 14% do quartzo. Essa partição explica o comportamento químico observado, demonstrando que a sílica reativa (caolinita) acumula-se nos finos, enquanto a sílica menos reativa (quartzo) predomina em tamanhos intermediários, fundamentando o descarte da fração passante em 0,038 mm.

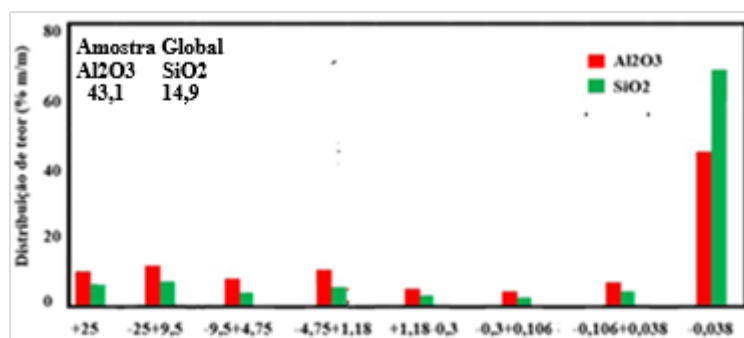


Figura 1: Distribuição de teor (% m/m) de Al₂O₃ e SiO₂ nas frações granulométricas (mm) da amostra de bauxita.

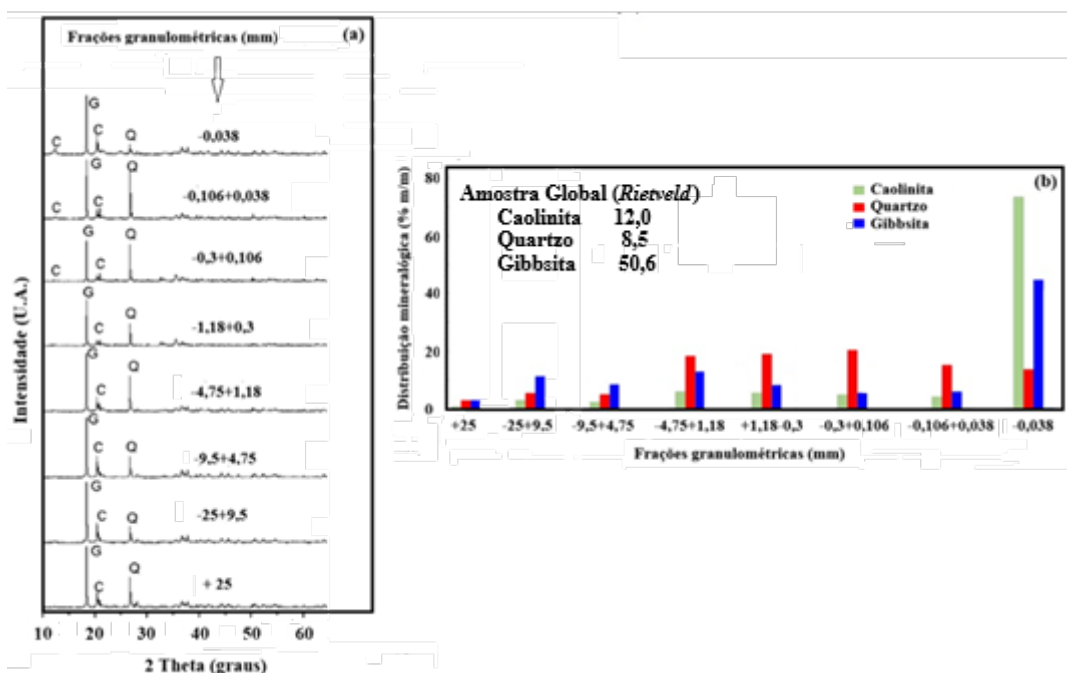


Figura 2: Análise mineralógica qualitativa e quantitativa da amostra de bauxita por faixa granulométrica: (a) Difrátogramas de raios X evidenciando os principais picos das fases identificadas (G: gibbsita; C: caolinita; Q: quartzo) e (b) teor das fases minerais (% m/m) determinado via refinamento *Rietveld*.

A Tabela 1 apresenta a variação da alumina aproveitável e da sílica reativa em função da distribuição granulométrica da bauxita. Observa-se que as frações mais grossas concentram os maiores teores de Al₂O₃ aproveitável, com destaque para as faixas de -25+9,5 mm e -9,5+4,75 mm, que alcançaram 45,5% e 46,3%, proporcionando as mais elevadas relações Al₂O₃/SiO₂ (18,6 e 17,4, respectivamente). Nas frações intermediárias (-4,75 a +0,038 mm), verifica-se um decréscimo nos teores de alumina aproveitável (22,5% a 28,8%), decorrente da diluição provocada pela presença de quartzo livre identificada por DRX. Por sua vez, a fração fina (-0,038 mm) apresenta uma concentração maior de SiO₂ reativa, cujo teor atinge 9,9%, cerca de três vezes superior à média das frações anteriores, reduzindo a relação Al₂O₃/SiO₂ para 3,5, embora ainda apresente seu teor de alumina aproveitável (35,4%). Esses dados confirmam que a fração passante em 0,038 mm compromete a qualidade industrial do minério e reforçam a eficácia do seu descarte seletivo antes da etapa de digestão alcalina (Processo Bayer).

Tabela 1: Teores de Al_2O_3 aproveitável, SiO_2 reativa e relação $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ nas frações granulométricas da amostra de bauxita.

Fração granulométrica (mm)	Teor (% m/m)		
	Al_2O_3	SiO_2	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$
+25	38,9	2,7	14,4
-25+9,5	45,5	2,5	18,6
-9,5+4,75	46,3	2,7	17,4
-4,75+1,18	28,0	2,7	10,4
-1,18+0,3	24,4	3,7	6,6
-0,3+0,106	22,5	3,8	5,9
-0,106+0,038	28,8	3,3	8,8
-0,038	35,4	9,9	3,5
Global	33,2	6,1	5,4

A imagem de BSE revela uma matriz porosa constituída por agregados finos (Figura 3). A microanálise por EDS confirma o predomínio de O (52,7%) e Al (29,7%), condizente com a matriz gibbsítica majoritária, além de Fe (12,0%) e Si (5,6%) associados à ganga. O mapeamento elementar evidencia a interdispersão entre Al, Si e Fe, indicando que os minerais silicatados e ferrosos encontram-se finamente associados à matriz aluminosa, o que reforça a importância do controle granulométrico para a liberação dessas fases contaminantes.

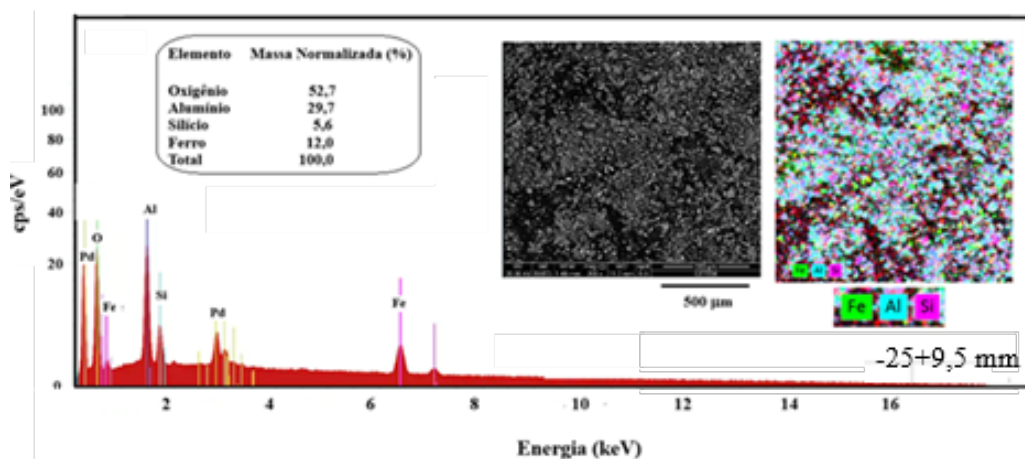


Figura 3: Caracterização microtextural e microanalítica por MEV/EDS da amostra de bauxita: imagem de elétrons retroespalhados (BSE), espectro de EDS com composição elementar semiquantitativa (% em massa) e mapa de distribuição dos elementos Fe (verde), Al (ciano) e Si (magenta).

O comportamento eletrocinético das partículas finas da bauxita em função do pH é apresentado na Figura 4. As curvas exibem o perfil característico de superfícies oxidadas e hidroxiladas, variando de valores positivos entre +31 mV e +34 mV em pH 2 até atingir valores aniônicos de -32 mV a -38 mV em pH 12. O ponto isoelétrico (PIE) localizou-se em pH 5,8, refletindo o comportamento eletrostático global de uma matriz que apresenta diferentes fases minerais na amostra [3]. Como a gibbsita isolada possui PIE em faixa mais básica (pH 7,0–9,0) e as fases silicatadas, como o quartzo e a caulinita, exibem superfícies predominantemente eletronegativas na quase totalidade da escala de pH (PIE < 3,0), o valor de 5,8 traduz o equilíbrio interfacial da mistura de fases presentes. O conhecimento desse comportamento eletrocinético é fundamental para controlar o estado de dispersão ou agregação coloidal da polpa, fornecendo subsídios diretos para a otimização de etapas de deslamagem, dessilicação prévia (por atrição, rotas mecanoquímicas, etc.).

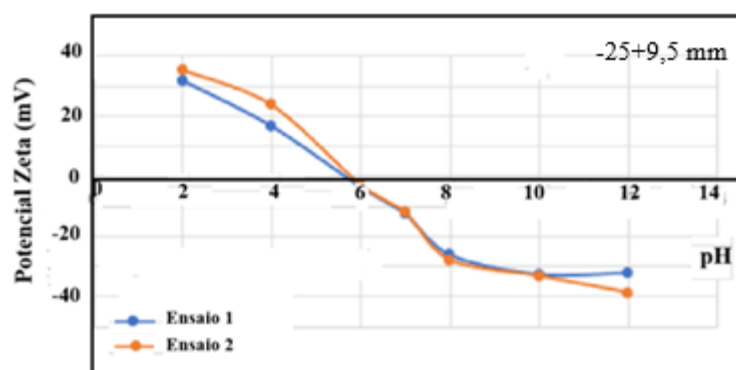


Figura 4: Potencial zeta em função do pH para a amostra de bauxita.

5. CONCLUSÕES

A caracterização integrada da amostra de bauxita indica que a gibbsita constitui a principal fase aluminosa, estando associada à caolinita e ao quartzo livre como minerais de ganga. Verificou-se uma variação na distribuição das fases em função da granulometria: enquanto as frações intermediárias (-4,75 a +0,106 mm) concentram o quartzo livre, a fração fina (-0,038 mm) retém 74% da caolinita presente no minério. Em razão desse acúmulo de sílica reativa (9,9%), a relação $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ na fração passante em 0,038 mm reduz-se para 3,5, enquanto as frações mais grossas (-25 a +4,75 mm) apresentam relações de 17,4 a 18,6. O comportamento eletrocinético apresentou ponto isoelétrico em pH 5,8, resultante do equilíbrio de cargas da mistura de fases minerais presentes na amostra.

Diante desses resultados, a separação e o descarte da fração passante em 0,038 mm constituem uma etapa viável para a remoção da maior parcela da sílica reativa previamente ao processo de digestão alcalina (Processo Bayer).

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, para a viabilização deste projeto. Minha gratidão aos meus orientadores, Antonieta Middea e Ruan Roberto Henriques, e, em especial, à Dra. Marisa Monte, pela orientação, disponibilidade e valiosos ensinamentos ao longo do desenvolvimento desta pesquisa. Agradeço também aos colegas de trabalho pelo apoio e pela parceria constantes durante todo o processo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANGÉLICA, R. S.; KAHN, H.; PAZ, S. P. A. A proposal for bauxite quality control using the combined Rietveld - Le Bail - Internal Standard PXRD method – Part 2: Application to a gibbsitic bauxite from the Paragominas region, northern Brazil. *Minerals Engineering*, v.122, p.148-155, 2018.

HUNTER, R. J. *Zeta Potential in Colloid Science: Principles and Applications*. London: Academic Press, 1981.

PAZ, S. P. A.; KAHN, H.; ANGÉLICA, R. S. A proposal for bauxite quality control using the combined Rietveld – Le Bail – Internal Standard PXRD Method – Part 1: hkl model developed for kaolinite. *Minerals Engineering*, v.118, p.52-61, 2018.

ESTUDO COMPARATIVO DA INTERAÇÃO AMINA-QUARTZO NA PRESENÇA DOS ÍONS Na^+ E Mg^{2+}

COMPARATIVE STUDY OF THE AMINE-QUARTZ INTERACTION IN THE PRESENCE OF Na^+ AND Mg^{2+} IONS

Nicholas Morse Willeman

Aluno de Graduação de Nanotecnologia 7º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Período PIBIC/CETEM: agosto de 2024 a agosto de 2026
morsenicholas@nano.ufrj.br

Maira Rievers Nogueira Alvares

Orientadora, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, D.Sc.
maira.rievers@pq.itv.org

Marisa Bezerra de Mello Monte

Coorientadora, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, D.Sc.
mmonte@cetem.gov.br

RESUMO

O minério de ferro é majoritariamente processado por flotação catiônica reversa com aminas primárias, porém a recirculação de água acumula Na^+ e Mg^{2+} , que podem interferir na interação amina-quartzo. Este trabalho avaliou como esses cátions afetam a adsorção de amina e a hidrofobicidade do quartzo. Soluções com íons individuais, em diferentes concentrações, foram utilizadas para medir a adsorção de amina, a molhabilidade e a força de adesão amina-quartzo por AFM. O Mg^{2+} reduziu progressivamente a adsorção de amina (de 6,54 para 3,30 mg/L), diminuiu a hidrofobicidade (ângulo de contato de 58° para 29°) e reduziu a força de adesão (de 0,73 para 0,14 nN). O Na^+ produziu apenas efeitos não específicos: leve redução na adsorção (de 6,54 para 4,58 mg/L), hidrofobicidade inalterada e aumento na adesão (de 0,73 para 1,51 nN). Os resultados indicam que cátions divalentes em águas recirculadas afetam criticamente a eficiência da flotação de minério de ferro, evidenciando a necessidade de controlar suas concentrações para preservar o desempenho do processo.

Palavras-chave: Flotação catiônica reversa; quartzo; amina; força iônica; hidrofobicidade.

ABSTRACT

Iron ore is mostly processed by reverse cationic flotation with primary amines, but water recirculation accumulates Na^+ and Mg^{2+} , which can interfere with the amine-quartz interaction. This study evaluated how these cations affect amine adsorption and quartz hydrophobicity. Individual-ion solutions at different concentrations were used to measure amine adsorption, wettability, and amine-quartz adhesion force by AFM. Mg^{2+} progressively reduced amine adsorption (6.54 to 3.30 mg/L), decreased hydrophobicity (contact angle 58° to 29°), and lowered the adhesion force (0.73 to 0.14 nN). Na^+ produced only non-specific effects: slight reduction in adsorption (6.54 to 4.58 mg/L), unchanged hydrophobicity, and increased adhesion (0.73 to 1.51 nN). Results indicate that divalent cations in recirculated water critically affect iron ore flotation efficiency, highlighting the need to control their concentration to preserve process performance.

Keywords: Reverse cationic flotation; quartz; amine; ionic strength; hydrophobicity.

1. INTRODUÇÃO

O minério de ferro é considerado um recurso mineral estratégico para o Brasil devido à sua ampla disponibilidade no território nacional, à sua relevância econômica e ao papel que desempenha em cadeias produtivas fundamentais para o desenvolvimento do país. Sua utilização está diretamente associada à produção de aço, material indispensável para a construção civil, a infraestrutura, a indústria automotiva e a fabricação de máquinas, equipamentos e eletrodomésticos, o que evidencia sua capacidade de sustentar diferentes setores produtivos nacionais (Milanez; Costa; Wanderley, 2024; Wu et al., 2025).

Para que esse minério possa ser utilizado de forma eficiente na produção de aço, é necessário elevar seu teor de ferro e reduzir a presença de minerais de ganga no material extraído. Esse enriquecimento é realizado por meio de etapas de beneficiamento mineral, entre as quais se destaca a flotação catiônica reversa, amplamente utilizada na concentração de minérios de ferro. Nessa técnica, o quartzo, principal mineral de ganga, é recuperado na espuma de flotação, conduzida na presença de aminas primárias. O minério de ferro afunda na célula de flotação pela ação depressora de amido de milho (Filippov; Severov; Filippova, 2014).

O consumo elevado de água no beneficiamento mineral tem impulsionado a adoção de sistemas de recirculação, reduzindo a captação de água nova e contribuindo para a sustentabilidade das operações de mineração. Entretanto, essa prática favorece o acúmulo gradual de espécies iônicas dissolvidas, provenientes da dissolução de minerais, dos reagentes de flotação e da própria água utilizada, como Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , Cl^- , K^+ , NO_3^- e CO_3^{2-} (Falconi et al., 2023). Essas alterações podem modificar o ambiente químico da polpa mineral e interferir nas interações entre reagentes e superfícies minerais.

Em estudo realizado anteriormente pelo nosso grupo (Alvares; Mello Monte; Dos Santos, 2026), verificamos que o aumento da força iônica da água de flotação reduziu progressivamente a adsorção de amina na superfície do quartzo. Essa menor adsorção compromete a hidrofobização do quartzo, etapa essencial para sua remoção do mineral na fase espuma, podendo reduzir a seletividade e a eficiência da operação. Contudo, essa avaliação foi realizada utilizando soluções sintéticas contendo simultaneamente diferentes espécies iônicas, não foi possível identificar a contribuição individual de cada íon para o fenômeno observado.

Nesse contexto, torna-se relevante avaliar isoladamente a influência de íons específicos presentes na água de processo. Dentre os íons presentes na água de recirculação, Na^+ e Mg^{2+} foram selecionados por representarem espécies de elevada ocorrência e diferentes valências, permitindo distinguir efeitos predominantemente eletrostáticos daqueles decorrentes de adsorção específica.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo investigar de forma individualizada, o efeito dos íons Na^+ e Mg^{2+} na adsorção de amina na superfície do quartzo, visando avaliar a contribuição específica de cada espécie iônica para a redução da adsorção observada anteriormente em soluções multicomponentes. Ao comparar um cátion monovalente e um divalente, busca-se relacionar a valência iônica aos mecanismos de interação na interface quartzo-amina, contribuindo para a compreensão do desempenho da flotação catiônica reversa do minério de ferro.

3. METODOLOGIA

3.1. Materiais

Foi utilizado quartzo de alta pureza (99,7% de SiO_2), previamente caracterizado por fluorescência de raios X (FRX) e difração de raios X (DRX). A preparação das amostras, tanto na forma particulada quanto em seções polidas, seguiu o procedimento descrito por (Alvares; Mello Monte; Dos Santos, 2026), sendo a fração granulométrica ($-75 +20 \mu\text{m}$) separada para a realização dos ensaios de adsorção.

As soluções aquosas, utilizadas nos ensaios de adsorção e de ângulo de contato, foram preparadas com água ultrapura, utilizando nitrato de sódio ou nitrato de magnésio em diferentes concentrações, adquiridos da Vetec (Brasil), sendo a condutividade avaliada por meio de um condutivímetro de bancada, marca Satra, modelo DS-703A-BI. Como coletor, empregou-se o acetato de eteramina comercial (Flotigam 7100, Clariant, Brasil), fornecida pela Vale S.A.

O valor do pH das soluções foi ajustado com hidróxido de sódio e monitorado por meio do medidor multiparâmetro HI6222 (Hanna Instruments). Para os ensaios de força de adesão entre a superfície do quartzo e a amina em meio líquido, utilizou-se wafer de nitreto de silício (5×5 mm, TePla) funcionalizado com monoetanolamina (Êxodo Científica, Brasil), simulando a superfície ativa do coletor.

3.2. Métodos

A metodologia dos ensaios de adsorção seguiu o procedimento descrito por Alvares; Mello Monte; Dos Santos (2026). Cada ensaio foi conduzido com 9 g de quartzo dispersas em 90 mL de solução, sob agitação magnética e pH ajustado para 9,8. Após adição de amina (30 mg/L), o sistema permaneceu sob agitação por 10 minutos e foi então filtrado a vácuo. A amina remanescente na solução filtrada foi quantificada por extração com solvente, conforme metodologia descrita por Monte e Oliveira (2004) e Araujo; Yoshida e Carvalho (2009), sendo a adsorção calculada pela diferença entre as concentrações inicial e final de amina.

A hidrofobicidade da superfície do quartzo, após interação com as soluções iônicas e amina, foi caracterizada por medidas de ângulo de contato. O ângulo de contato foi determinado em goniômetro KRÜSS DSA25 (KRÜSS, Alemanha): três gotas de água ultrapura (2 µL) foram posicionadas em diferentes pontos da superfície polida. As imagens foram capturadas por câmera acoplada ao equipamento e o ângulo de contato foi calculado pelo software Advance (KRÜSS).

Para as medidas de força de adesão, os wafers de nitreto de silício foram funcionalizados, a fim de mimetizar a interface do coletor catiônico, por imersão em solução de monoetanolamina por 24 h, seguida de lavagem com água ultrapura e secagem com nitrogênio, orientando os grupamentos funcionais aminados para a interface e conferindo ao substrato propriedades representativas do coletor.

As interações de força foram analisadas por microscopia de força atômica (modelo NanoWizard 4, Bruker), em modo de contato e célula líquida, com pontas de prova de nitreto de silício (constante de mola de 0,058 N/m; sensibilidade de 15,29 nm/V), adotadas como modelo da superfície do quartzo devido à camada nativa de SiO₂ presente na ponta. Um esquema representativo da interação entre a ponta e a superfície funcionalizada é apresentado na Figura 1.

Para cada condição experimental, o substrato e a ponta foram mantidos imersos na solução, com o mapeamento da força de adesão conduzido por curvas de força em matriz de 256 pontos (área de 5×5 µm). O tratamento dos dados (JPKSPM Data Processing) resultou em histogramas de adesão, com valores médios obtidos por ajuste gaussiano.



Figura 1: Representação esquemática da medida de força de adesão entre a ponta de silício, com camada nativa de SiO₂, e o wafer de nitreto de silício funcionalizado com grupos amina.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 apresenta o comportamento da adsorção da amina e do ângulo de contato do quartzo em função do aumento da força iônica proporcionada pelos cátions Mg^{2+} (Figura 2a) e Na^{+} (Figura 2b).

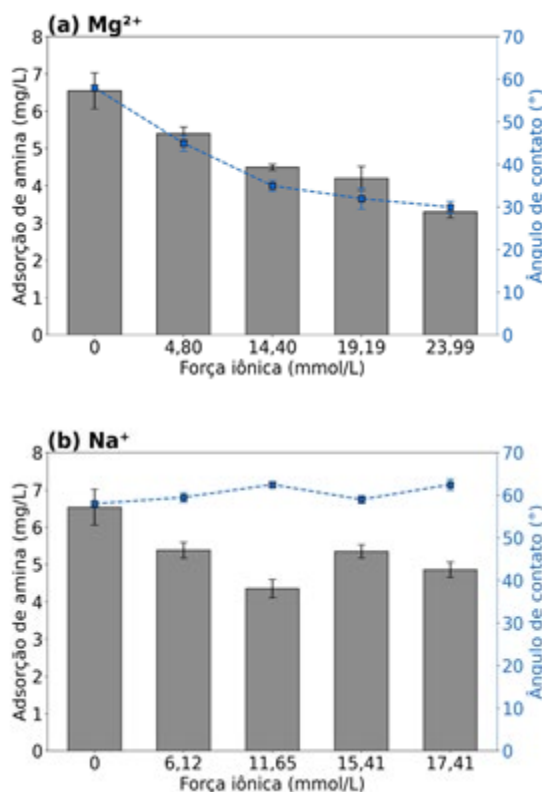


Figura 2: Influência da força iônica promovida pelos íons Mg^{2+} (a) e Na^{+} (b) sobre a adsorção da amina e o ângulo de contato na superfície do quartzo.

Para o Mg^{2+} (Figura 2a), ocorre uma redução consistente e progressiva de todos os parâmetros avaliados com o incremento da força iônica de 0 para 24 mmol/L. A adsorção da amina decresceu de 6,54 ppm para 3,30 ppm, o ângulo de contato passou de 58° para 29° e a força de adesão (Figura 3) caiu de 0,73 nN para 0,14 nN nas mesmas condições. A convergência dessas três medidas decrescendo de forma consistente pode ser atribuída a forte interação desses cátions divalentes hidrolisados com a superfície do quartzo, especialmente em pH entre 9 e 10, que se acumulam na interface reduzindo a disponibilidade de sítios de adsorção e podem neutralizar a carga superficial do mineral (Tang e Wen, 2019; Dove, 1999). Essa interação específica compete diretamente com a amina pelos sítios de adsorção, comprometendo a adsorção e a hidrofobização do quartzo.

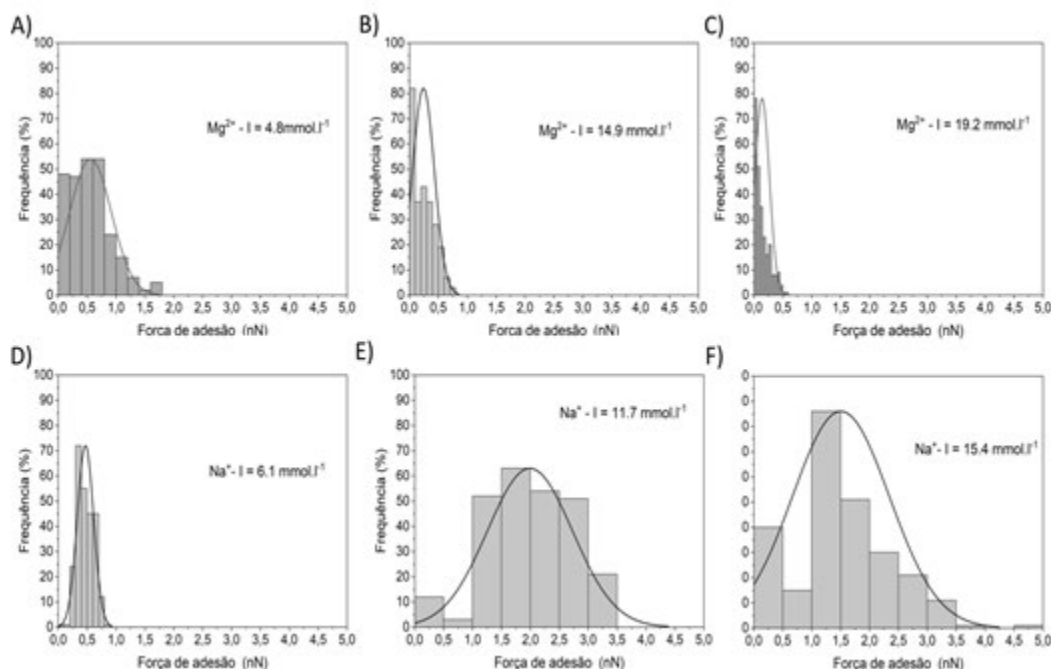


Figura 3: Histogramas da força de adesão com diferentes condições de força iônica (I): em soluções de Mg^{2+} (A) 4,8 mmol/L, (B) 14,9 mmol/L e (C) 19,2 mmol/L; e em soluções de Na^+ (D) 6,1 mmol/L, (E) 11,7 mmol/L e (F) 15,4 mmol/L. Para referência, a força de adesão média em água ultrapura foi de 0,73 nN.

Por outro lado, na solução contendo Na^+ (Figura 2b), a hidrofobicidade do quartzo foi preservada com o aumento da força iônica de 0 para 17,41 mmol/L. Embora tenha ocorrido uma redução moderada na adsorção da amina, variando de 6,54 para 4,58 ppm nas condições avaliadas, esse comportamento não afetou a superfície do mineral, que manteve o ângulo de contato entre 59° e 62° e a força de adesão (Figura 3) aumentou de 0,73 nN em água ultrapura para 1,51 nN na maior força iônica avaliada no AFM (15,4 mmol/L). Esse comportamento é consistente com a natureza fracamente adsorvida e fortemente hidratada do Na^+ , permanecendo preferencialmente na camada difusa da dupla camada elétrica (Ma e Pawlik, 2005; Dove, 1999). O aumento da força iônica pode comprimir essa dupla camada e modificar a estrutura interfacial da água, o que pode explicar a manutenção do ângulo de contato e o aumento da força de adesão. Assim, a queda na adsorção medida em solução sugere que o Na^+ hidratado atua predominantemente por efeitos eletrostática não específicos e modificação da camada de água interfacial, dificultando a aproximação inicial da amina.

5. CONCLUSÃO

Os resultados evidenciaram que a composição iônica da água exerce influência relevante sobre a interação entre a amina e o quartzo, com efeitos distintos para o Na^+ e Mg^{2+} , sendo os íons divalentes mais deletérios à eficiência do coletor quando comparados aos íons monovalentes, evidenciando que os íons divalentes possuem uma forte interferência na interação amina-quartzo, associada à neutralização de cargas e competição por sítios ativos, enquanto cátions monovalentes exercem influência mais branda. Assim, o controle da qualidade da água de recirculação, com atenção especial ao acúmulo de espécies divalentes, mostra-se uma estratégia importante para a manutenção da eficiência do processo de flotação.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa de iniciação tecnológica e à Vale S.A. pelo apoio no projeto de pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVARES, Maira Rievers Nogueira; DE MELLO MONTE, Marisa Bezerra; DOS SANTOS, Iranildes Daniel. Decoding ionic strength effects on Quartz–Collector Interfaces: Implications for mineral flotation. **Minerals Engineering**, v. 236, p. 109932, 2026.

ARAUJO, D. M.; YOSHIDA, M. I.; CARVALHO, C. F. Colorimetric determination of ether amine greases utilized in the flotation of iron ore. **Journal of Analytical Chemistry**, v. 64, n. 4, p. 390-392, 2009.

DOVE, Patricia M. The dissolution kinetics of quartz in aqueous mixed cation solutions. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 63, n. 22, p. 3715-3727, 1999.

FALCONI, Isabela Brandolis Alves *et al.* An overview of treatment techniques to remove ore flotation reagents from mining wastewater. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 11, n. 6, p. 111270, 2023.

FILIPPOV, L. O.; SEVEROV, V. V.; FILIPPOVA, I. V. An overview of the beneficiation of iron ores via reverse cationic flotation. **International Journal of Mineral Processing**, v. 127, p. 62-69, 2014.

MA, Xiaodong; PAWLIK, Marek. Effect of alkali metal cations on adsorption of guar gum onto quartz. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 289, n. 1, p. 48-55, 2005.

MILANEZ, Bruno; COSTA, Daniele; WANDERLEY, Luiz Jardim. Life cycle assessment of iron ore in Brazil: The importance of system boundaries. **The Extractive Industries and Society**, v. 20, p. 101541, 2024.

MONTE, M. B. M.; OLIVEIRA, J. F. Flotation of sylvite with dodecylamine and the effect of added long chain alcohols. **Minerals Engineering**, v. 17, n. 3, p. 425-430, 2004.

Tang, M.; Wen, S. Effects of Cations/Anions in Recycled Tailing Water on Cationic Reverse Flotation of Iron Oxides. **Minerals** 9, 161, 2019.

WU, Gang *et al.* Global iron ore trade network resilience assessment and shock response patterns of critical economies. **Resources Policy**, v. 108, p. 105675, 2025.

CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO DO CARÁTER TECNOLÓGICO DE BENTONITAS DA REGIÃO DE SOSSEGO, PARAÍBA

CHARACTERIZATION AND EVALUATION OF THE TECHNOLOGICAL PROPERTIES OF BENTONITES FROM THE SOSSEGO REGION, PARAÍBA.

Pablo Teixeira de Mello

Aluno de Graduação de geologia, 5º período

Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: de agosto de 2025, a agosto de 2026

pabloteixeira446@gmail.com

Luiz Carlos Bertolino

Orientador, Geólogo, D.Sc.

LCBERTOLINO@cetem.gov.br

Ernesto Adler Licursi

Coorientador, Geólogo, Mestre.

ernestoadlergeo@gmail.com

RESUMO

As bentonitas são argilas de elevada importância industrial devido às suas propriedades de adsorção, expansão e troca catiônica, sendo amplamente utilizadas nas indústrias de fundição, petróleo, cerâmica e tratamento ambiental. O estado da Paraíba concentra as principais reservas brasileiras desse recurso, destacando-se os depósitos do município de Boa Vista. Entretanto, a crescente demanda industrial torna necessária a investigação de novos depósitos de bentonita. Neste trabalho, foram caracterizadas amostras de bentonita provenientes do município de Sossego-PB, submetidas a beneficiamento por desagregação e peneiramento. As amostras foram analisadas por difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), capacidade de troca catiônica (CTC), Análises Termogravimétricas (TG/DTG) e ensaio de inchamento. Os resultados confirmaram a predominância de esmectita como principal argilomineral, acompanhada por minerais acessórios, como quartzo, caulinita, illita e feldspatos. A composição química mostrou predominância de SiO_2 e Al_2O_3 , compatível com bentonitas esmectíticas. Os valores de CTC variaram entre aproximadamente 75 e 95 meq/100 g, comparáveis aos observados para bentonitas comerciais da Paraíba, especialmente as variedades Bofe e Chocolate. As análises térmicas apresentaram eventos característicos de desidratação e desidroxilação semelhantes aos descritos para bentonitas de Boa Vista e para a bentonita Formosa. Apesar da elevada CTC, as amostras não apresentaram inchamento significativo em água, indicando provável predominância de cátions divalentes na região interlamelar. Os resultados demonstram que as bentonitas de Sossego possuem características mineralógicas e tecnológicas compatíveis com bentonitas paraibanas de reconhecida importância industrial, indicando potencial para futuras aplicações tecnológicas.

Palavras-chave: Bentonita; esmectita; caracterização mineralógica; argilominerais; Sossego-PB.

ABSTRACT

Bentonites are clays of high industrial importance due to their adsorption, swelling and cation exchange properties, being widely used in the foundry, petroleum, ceramic and environmental treatment industries. The state of Paraíba concentrate the main Brazilian reserves of this resource, with the deposits in the municipality of Boa Vista standing out. However, the growth of the industrial demand makes it necessary to investigate new bentonite deposits. In this study, bentonite samples from the municipality of Sossego-PB were characterized, having undergone beneficiation by disaggregation and sieving. The samples were analyzed by X-ray diffraction (XRD), X-ray-fluorescence (XRF), cation exchange capacity (CEC), thermogravimetric analyses (TG/DTG) and swelling test. The results confirmed the predominance of smectite as

the main clay mineral, accompanied by accessory minerals such as quartz, kaolinite, illite and feldspars. The chemical composition showed a predominance of SiO_2 and Al_2O_3 , consistent with smectitic bentonites. CEC values ranged from approximately 75 to 95 meq/100g, comparable to those observed for commercial bentonites from Paraíba, particularly the Bofe and Chocolate varieties. Thermal analyses presented dehydration and dehydroxylation events similar to those described for the Boa Vista and Formosa bentonites. Despite the high CEC, the samples did not exhibit significant swelling in water, indicating a probable predominance of divalent cations in the interlamellar region. The results demonstrate that the Sossego bentonites display mineralogical and technological characteristics compatible with the well-known Paraíba bentonites of recognized industrial importance, indicating potential for future technological applications.

Keywords: Bentonite; amectite; mineralogical characterization; clay minerals; Sossego-PB.

1. INTRODUÇÃO

As bentonitas são argilas constituídas predominantemente por esmectitas, principalmente montmorilonita, apresentando elevada capacidade de adsorção, troca catiônica e retenção de água. Essas propriedades possibilitam sua aplicação em setores como fundição, perfuração de poços, cerâmica e tratamento ambiental.

A Paraíba concentra as principais jazidas brasileiras, destacando-se o município de Boa Vista, cujas bentonitas são utilizadas como referência tecnológica. Entretanto, a crescente demanda industrial torna necessária a investigação de novos depósitos.

Nesse contexto, este trabalho caracteriza bentonitas provenientes de Sossego-PB e compara seus resultados com bentonitas clássicas da Paraíba, visando avaliar seu potencial tecnológico.

2. OBJETIVOS

Caracterizar mineralógica, química e tecnologicamente bentonitas provenientes do município de Sossego-PB, por meio de análises de DRX, FRX, CTC, análises térmicas (TG/DTG) e ensaio de inchamento, comparando seus resultados com bentonitas clássicas da Paraíba descritas na literatura, visando avaliar seu potencial de utilização em aplicações industriais. Indicar de forma sucinta o objetivo específico do presente estudo.

3. METODOLOGIA

Amostras de bentonita provenientes do município de Sossego (PB) foram submetidas ao beneficiamento, como descrito na figura, começando pela cominuição, moagem a úmido e classificação granulométrica, visando à obtenção das frações finas para caracterização. As amostras foram analisadas por difração de raios X (DRX), fluorescência de raios X (FRX), capacidade de troca catiônica (CTC), análises termogravimétricas (TG/DTG) e ensaio de inchamento. Os resultados obtidos foram comparados com bentonitas clássicas da Paraíba, incluindo as variedades de Boa Vista e a bentonita Formosa, descritas na literatura.

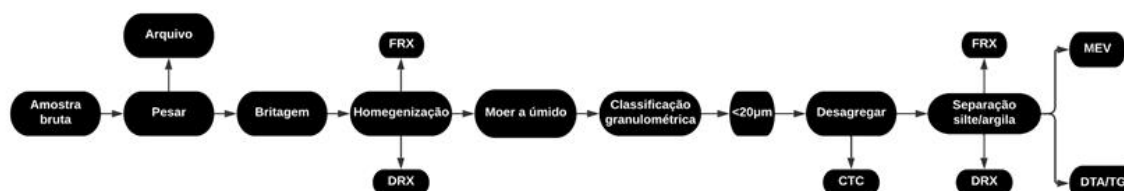


Figura 1: Fluxograma indicando beneficiamento e caracterização das amostras.

Complementarmente, foi realizado o ensaio de inchamento em água, visando avaliar o comportamento expansivo das bentonitas e comparar seu desempenho com bentonitas comerciais descritas na literatura.

Os resultados obtidos foram comparados com bentonitas clássicas da Paraíba, incluindo as variedades Bofe, Chocolate, Verde-Lodo, Sortida e Chocobofe, descritas no livro *Bentonitas da Paraíba*, bem como com a bentonita Formosa, permitindo avaliar o potencial tecnológico das bentonitas de Sossego.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O beneficiamento permitiu concentrar os grãos da fração argila, sendo assim possível caracterizar as amostras e ver sua capacidade tecnológica.

4.1. Difração de Raios X (DRX)

Os difratogramas apresentados na figura 2, confirmaram a predominância de esmectita, acompanhada por quartzo, caulinita, ilita e feldspatos. O comportamento observado após tratamento com etilenoglicol e calcinação confirma a presença de esmectita expansiva, sendo semelhante ao descrito para as bentonitas de Boa Vista e para a bentonita Formosa.

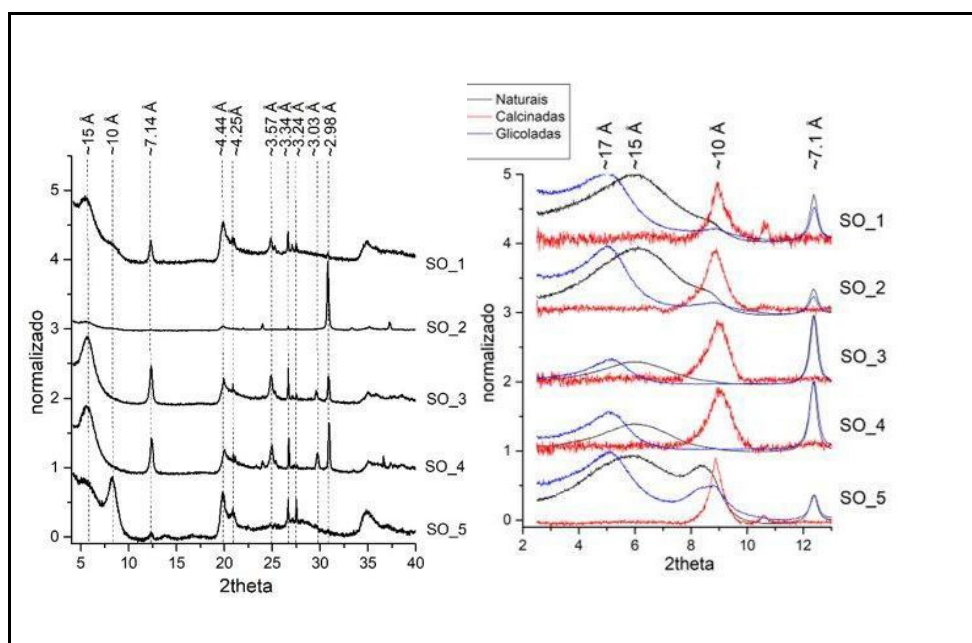


Figura 2: Difratogramas das 5 amostras, primeiramente em rotina padrão e depois utilizando o método de lâminas orientadas

4.2. Fluorescência de Raios X (FRX)

As amostras apresentaram predominância de SiO_2 e Al_2O_3 , com menores teores de Fe_2O_3 , MgO e CaO , composição típica de bentonitas esmectíticas como descrito na tabela 1. Em comparação às bentonitas de Boa Vista, observaram-se pequenas variações nos óxidos secundários, atribuídas à presença de minerais acessórios, sem comprometer a similaridade química entre os depósitos.

Tabela 1: Comparação da composição química das amostras de referência da Paraíba, com as amostras de Sossego.

Amostras	$\text{SiO}_2\%$	$\text{Al}_2\text{O}_3\%$	$\text{Fe}_2\text{O}_3\%$	$\text{MgO}\%$	$\text{CaO}\%$
SO1-SO5	24,0–57,3	7,4–21,3	3,3–7,7	4,7–13,0	0,53–19,5
Bofe	65,16	23,16	6,48	2,22	2,83
Chocolate	63,27	22,38	7	3,3	3,19
Verde Lodo	60,48	23,57	10,76	2,06	2,71

4.3. Capacidade de Troca Catiônica (CTC)

Os valores de CTC variaram entre 75 e 95 meq/100 g, sendo semelhantes aos das bentonitas comerciais da Paraíba e superiores à maioria das bentonitas descritas na literatura, indicando elevada atividade superficial, como mostra a tabela 2.

Tabela 2: Comparação dos valores de CTC das amostras de Sossego e as de referência.

Amostras	CTC (meq/100 g)
SO1-SO5	75-95
Chocolate	92-106
Bofe	74-76
Verde-Lodo	50-68
Formosa	51-56
Chocobofe	56,1
Sortida	56

4.4. Análises Termogravimétricas (TG/DTG)

As análises de TG/DTG das bentonitas beneficiadas evidenciaram eventos de perda de massa característicos de argilas esmectíticas. As amostras apresentaram uma primeira perda de massa em baixas temperaturas, associada à eliminação da água adsorvida e interlamelar, seguida por um segundo evento entre aproximadamente **477 e 500 °C**, relacionado à desidroxilação da esmectita. Em temperaturas mais elevadas, observaram-se transformações estruturais do argilomineral.

Os resultados apresentados na tabela 3, são compatíveis com aqueles descritos para as bentonitas clássicas da Paraíba. As bentonitas Bofe, Chocolate, Verde-Lodo, Sortida e Chocobofe apresentam eventos de desidratação e desidroxilação em faixas de temperatura semelhantes, enquanto a bentonita Formosa apresentou desidroxilação próxima de **466 °C** (VEGA PORRAS, 2025). Dessa forma, o comportamento térmico das bentonitas de Sossego reforça sua similaridade com as bentonitas paraibanas já exploradas industrialmente.

Tabela 3: Comparação dos valores termogravimétricos das amostras de Sossego e as de referência .

Amostra	Desidratação / Água		Evento em Alta T (>750°C)
	Livre (°C)	Desidroxilação (°C)	
Chocolate (Lages)	40-165	406-580	Sim (~800°C)
Bofe (Lages)	29-135	411-547	Sim (~800°C)
Chocobofe (Lages)	35-169	370-524	Sim (~800°C)
Sortida (Lages)	12-153	360-514	Sim (~800°C)
Verde-Lodo (Lages)	20-147	381-526	Sim (~800°C)
Formosa (David)	~83-93	465-468	Não destacado
SO1	<150	~500-550	Forte (~800°C)
SO2	<150	~500-550	Muito forte (~800°C)
SO3	<150	~500-550	Moderado
SO4	<150	~500-550	Moderado
SO5	<150	~500-550	Fraco a moderado

4.5. Ensaio de Inchamento

As amostras não apresentaram inchamento significativo em água, comportamento esperado para bentonitas cálcio-magnesianas naturais, semelhante ao observado para bentonitas da Paraíba.

5. CONCLUSÕES

As bentonitas de Sossego apresentaram características mineralógicas, químicas e térmicas compatíveis com bentonitas esmectíticas da Paraíba. Os resultados de DRX, FRX, CTC e TG/DTG demonstraram elevada similaridade com bentonitas comerciais, indicando potencial para aplicações industriais. Apesar da ausência de inchamento em água, seu comportamento é compatível com bentonitas cálcio-magnesianas naturais.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica. Estendo meus agradecimentos ao Laboratório de Análises e Aplicações (LAA) e ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) por todo o suporte técnico, infraestrutura e orientação ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CUTRIM, A. O. *Bentonitas da Paraíba*. Campina Grande: CETEM/MCTI, 2007.

GRIM, R. E. *Clay Mineralogy*. 2. ed. New York: McGraw-Hill, 1968.

MOORE, D. M.; REYNOLDS JUNIOR, R. C. *X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals*. 2. ed. New York: Oxford University Press, 1997.

SANTOS, P. S. *Ciência e tecnologia de argilas*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1989. v. 1.

SANTOS, P. S. *Ciência e tecnologia de argilas*. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1992. v. 2.

VEGA PORRAS, D. E. *Cristaloquímica de esmectitas dioctaédricas em bentonitas brasileiras*. 2025. 142 f. Tese (Doutorado em Geologia e Geoquímica) – Instituto de Geociências, Universidade Federal do Pará, Belém, 2025.

BIOCOMPÓSITOS DE RESINA POLIMÉRICA E RESÍDUO DE PEGMATITO PARA A CONSTRUÇÃO CIVIL

BIOCOMPOSITES BASED ON POLYMERIC RESIN AND PEGMATITE WASTE FOR CIVIL CONSTRUCTION

Pedro Afonso de Moraes Paes

Graduando Engenharia de Materiais, 10º período, FCEE/UERJ
Bolsista de IC - CNPq, setembro de 2024 até agosto de 2026
pedromoraespaes@gmail.com

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Orientador, Engenheiro Químico, D.Sc.

Daniele Cruz Bastos

Coorientadora, Engenheira Química, D.Sc.

Nuria Fernández Castro

Coorientadora, Engenharia de Minas, D.Sc.

RESUMO

O aproveitamento de resíduos minerais em matrizes poliméricas representa uma estratégia sustentável para o desenvolvimento de materiais destinados à construção civil. Neste trabalho foram desenvolvidos compósitos de poliuretano à base de óleo de mamona reforçados com resíduo de pegmatito em duas granulometrias (inferior e superior a 0,23 mm), por moldagem a frio. O resíduo foi caracterizado por fluorescência e difração de raios X, enquanto os compósitos foram avaliados quanto à densidade (ASTM D792), dureza Shore D (ASTM D2240) e resistência ao impacto Izod (ASTM D256). As análises químicas e mineralógicas evidenciaram um resíduo rico em sílica, constituído predominantemente por quartzo, albita, microclina e muscovita, apresentando elevada estabilidade mineralógica. A granulometria e a proporção de carga influenciaram significativamente as propriedades dos compósitos. A formulação contendo 40% de poliuretano e 60% de pegmatito com partículas finas apresentou o melhor desempenho, combinando densidade de 1,12 g.cm⁻³, dureza de 66 Shore D e elevada resistência ao impacto, demonstrando potencial para aplicações sustentáveis na construção civil.

Palavras-chave: Poliuretano; pegmatito; construção civil; materiais sustentáveis.

ABSTRACT

The incorporation of mineral waste into polymer matrices represents a sustainable approach for developing materials for civil construction. In this study, castor oil-based polyurethane composites reinforced with pegmatite waste of two particle sizes smaller and larger than 0.23 mm were produced by cold molding. The waste was characterized by X-ray fluorescence (XRF) and X-ray diffraction (XRD), while the composites were evaluated for density (ASTM D792), Shore D hardness (ASTM D2240), and Izod impact strength (ASTM D256). Chemical and mineralogical analyses revealed that the waste is silica-rich and mainly composed of quartz, albite, microcline, and muscovite, indicating high mineralogical stability. Particle size and filler content significantly affected composite performance. The formulation containing 40 wt% polyurethane and 60 wt% fine pegmatite particles exhibited the best overall performance, with a density of 1.12 g.cm⁻³, hardness of 66 Shore D, and high impact strength. These results demonstrate the technical feasibility of using pegmatite waste as a sustainable mineral filler for polyurethane composites intended for civil construction applications.

Keywords: Polyurethane; pegmatite; civil construction; sustainable materials.

1. INTRODUÇÃO

A valorização de resíduos gerados pela indústria de rochas ornamentais tem ganhado relevância no desenvolvimento de materiais sustentáveis, não apenas em função da necessidade de mitigar os impactos ambientais associados à disposição desses rejeitos, mas também pelo potencial técnico de sua incorporação em matrizes poliméricas e compósitos estruturais. Nesse contexto, a literatura tem demonstrado que esses resíduos podem atuar como constituintes funcionais, influenciando diretamente propriedades mecânicas, térmicas e físico-químicas dos materiais, em vez de desempenharem apenas o papel de cargas inertes para redução de custos.

Os resultados reportados por diferentes estudos indicam, contudo, que o efeito desses resíduos depende fortemente da formulação adotada, da natureza da matriz e das condições de processamento. Barros et al. (2020) demonstraram que tijolos ecológicos produzidos com elevado teor de resíduo calcário e resina poliéster podem apresentar resistência à compressão, baixa absorção de água e comportamento antichama compatíveis com aplicações construtivas. Em sistemas termoplásticos, Chagas et al. (2021) e Santos et al. (2023) mostraram que o resíduo de mármore Bege Bahia pode promover aumento de dureza, estabilidade térmica e resistência ao impacto em determinadas composições, embora teores mais elevados também possam induzir fragilização, evidenciando que os ganhos de desempenho não ocorrem de maneira linear. Essa mesma lógica se estende aos compósitos híbridos, nos quais a combinação entre carga mineral e fibra natural, como observado por Chagas et al. (2022), tende a ampliar o potencial de aplicação, especialmente quando há sinergia entre rigidez, tenacidade e redução de massa.

Mais recentemente, a literatura passou a enfatizar que o desempenho desses materiais não é determinado exclusivamente pela composição, mas também por fatores microestruturais e de processamento, como granulometria da carga, viscosidade da matriz e qualidade da dispersão interfacial, conforme discutido por Silveira et al. (2024). Paralelamente, estudos como o de Silva et al. (2024) ampliam essa discussão ao incorporar a perspectiva do fim de vida do material, demonstrando que a associação entre resíduos minerais e frações orgânicas pode acelerar a biodegradação e agregar funcionalidade ambiental ao compósito. Em conjunto, esses trabalhos indicam que os resíduos de rochas ornamentais devem ser compreendidos como componentes tecnicamente ativos, cujo aproveitamento eficiente depende da otimização simultânea da composição, da interface e do processamento, de modo a viabilizar materiais com desempenho ajustado e menor impacto ambiental.

2. OBJETIVO

O presente trabalho tem como objetivo preparar e caracterizar compósitos contendo resíduos de pegmatito com duas diferentes granulometrias menores e maiores que 0,23 mm e resina de poliuretano (PU), para possível aplicação na construção civil.

3. METODOLOGIA

3.1. Materiais

A resina de poliuretano vegetal obtida a partir do óleo de mamona, atóxica e sem cheiro, foi gentilmente doada pela empresa Sinergia (São Paulo). Resíduos de rocha pegmatito foram doados pelo CETEM e beneficiamentos em duas granulometrias: menores e maiores que 0,23 mm.

3.2. Preparação dos compósitos

As formulações foram preparadas por moldagem a frio. Inicialmente os componentes da resina foram misturados na proporção 1:1 em massa, em bécher de vidro com auxílio de bastão de vidro. Posteriormente foram pesadas as proporções mássicas para cada uma das formulações PU/Pegmatito, misturadas e vertidas em molde de gelatina, onde foram deixados secando por 7 dias, à temperatura ambiente. Após secagem as amostras foram lixadas, até para ajustar a largura (12 mm) e a espessura (6 mm). Foram preparados compósitos com partícula de

pegmatito inferior a 0,23 mm nas proporções 20% PU/80% resíduo, 20/70; 40/60 e 50/50. Já na granulometria maior que 0,23 mm foram preparados compósitos nas proporções 30%PU/70% resíduo, 40/60 e 50/50.

3.3. Análises Química e Mineralógica

As análises químicas e mineralógica foram realizadas pelas técnicas de FRX e DRX na Coordenação de Análises Minerais do CETEC

3.4. Ensaio de Densidade, Dureza e Impacto Izod

Para a realização do ensaio de densidade das formulações foi utilizada a norma ASTM D792 (2008). O ensaio de dureza das formulações foi determinado segundo a norma ASTM D 2240. A resistência ao impacto Izod foi realizada seguindo a norma ASTM D-256.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análise por Fluorescência de Raios X (FRX) e Perda ao Fogo (PF)

Os teores de K_2O (3,8%) e Na_2O (2,8%) confirmam a natureza feldspática do resíduo. A predominância de SiO_2 e Al_2O_3 indica um resíduo rico em silicatos e aluminossilicatos, minerais rígidos e quimicamente estáveis, com potencial para atuar como cargas de reforço em compósitos de poliuretano à base de óleo de mamona, podendo aumentar a dureza, a estabilidade dimensional e a compactação do material. Há traços de $Fe_2O_3 \sim 0,60\%$, $CaO \sim 0,61\%$ e $P_2O_5 < 0,1\%$.

4.2. Difração de Raios X (DRX)

A difração de raios X (DRX) do resíduo de pegmatito evidenciou um material predominantemente cristalino, e as principais fases cristalinas identificadas foram quartzo (SiO_2), albita ($NaAlSi_3O_8$), microclina ($KAlSi_3O_8$) e muscovita [$KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$].

4.3. Densidade, Dureza e Resistência ao Impacto

Na Tabela 1 são apresentados os resultados de densidade, dureza e impacto das formulações.

Tabela 1: Resultado do ensaio de densidade, dureza e resistência ao impacto das formulações.

Formulações PU/Pegmatito % (m/m)	Densidade (g/cm ³)	Dureza (Shore D)	Resistência ao Impacto (KJ/m ²)
20/80 D<0,23 mm	1,3316±0,0184	65,8±3,6	1,67±0,52
30/70 D<0,23 mm	1,0554±0,0224	58,2±4,8	1,98±0,48
40/60 D<0,23 mm	1,1248±0,0185	66,0±4,0	3,30±0,92
50/50 D<0,23 mm	0,7178±0,1325	41,8±10,1	2,45±0,96
30/70 D>0,23 mm	1,1118±0,0528	47,2±6,22	1,67±0,28
40/60 D>0,23 mm	1,0984±0,0723	52,4±5,36	3,92±1,22
50/50 D>0,23 mm	1,0320±0,0280	37,2±9,31	2,85±0,21

As amostras apresentaram valores de densidade variando de 0,7178 e 1,3316 g/cm³. A densidade foi fortemente influenciada pela proporção e pelo tamanho das partículas de resíduo. Teores elevados de resíduo fino (D<0,23 mm), especialmente na formulação 20/80 D<0,23 mm, resultaram em maior densidade (1,3316 g.cm⁻³). Já o aumento da quantidade de resina na amostras 50/50 D<0,23 mm resultou em uma diminuição do valor de densidade, atribuído à formação de microvazios durante o processamento. Comparando-se as amostras de diâmetro D>0,23 mm, os valores de densidade mostraram-se mais próximos, indicando uma melhor homogeneização principalmente para maiores teores de resíduo. Comparando-se com a literatura, no trabalho de da Silveira *et al.* (2024), valores semelhantes foram encontrados para compósitos de PEAD/resíduos de Bege Bahia e PEAD/Resíduos de calcário, com a densidade variando de 1,068 a 1,175 g.cm⁻³. As variações na densidade podem ser atribuídas a diferenças

na compactação e rugosidade das partículas (SANTOS *et al.*, 2023). Em relação à Dureza, as amostras 20/80 e 40/60 com partículas finas ($D < 0,23$ mm) atingiram as maiores durezas (≥ 65 Shore D), demonstrando que, em compósitos bem densificados, o conteúdo de carga mineral aumenta significativamente a resistência à penetração. Por outro lado, formulações com partículas grossas ($D > 0,23$ mm) ou teor de resina excessivo apresentaram redução da dureza, o que reflete uma possível fragilidade superficial. Valores semelhantes foram reportados por Silveira *et al.* (2024), cuja dureza de compósitos PEAD/Bege Bahia e PEAD/Calcário variaram de 57,40 a 59,80 Shore D. Os resultados do ensaio de impacto mostram um aumento da resistência nas amostras com 50 e 60% de resíduo independente do diâmetro, entretanto, o aumento subsequente da carga para 70 e 80%, reduz esta propriedade. Considerando que na literatura, Silveira *et al.* (2024) encontraram resultados variando entre 2,61 e 3,62 KJ/m² para compósitos de PEAD/BB e PEAD/Calcário, os resultados das formulações PU/Pegmatito apresentaram valores de resistência ao impacto satisfatórios.

5. CONCLUSÕES

Os resultados de FRX mostram que o resíduo de pegmatito é um aluminossilicato rico em sílica, com baixa concentração de impurezas e elevada estabilidade química, reforçando seu potencial como carga mineral em compósitos de poliuretano à base de óleo de mamona para aplicações na construção civil. A composição mineralógica do resíduo de pegmatito demonstra seu elevado potencial como carga mineral em compósitos de poliuretano à base de óleo de mamona. A predominância de fases cristalinas estáveis, aliada à ausência de fases amorfas e instáveis na análise de DRX, indica que o resíduo pode contribuir para a melhoria da dureza e da estabilidade dimensional dos compósitos, reforçando sua viabilidade como alternativa sustentável para a valorização de resíduos minerais. A densidade foi influenciada pela proporção e pelo tamanho das partículas de resíduo. Teores elevados de resina na formulação 50/50 $D < 0,23$ mm resultaram em uma diminuição da densidade ($0,72 \text{ g.cm}^{-3}$) e de alta variabilidade, atribuídas à formação de microvazios durante o processamento. A dureza Shore D, por sua vez, apresentou correlação direta com a densidade nas formulações mais homogêneas. As amostras 20/80 e 40/60 com partículas finas atingiram as maiores durezas ($\geq 65,8$ Shore D), demonstrando que, em compósitos bem densificados, o conteúdo de carga mineral aumenta significativamente a resistência à penetração. Por outro lado, formulações com partículas grossas ou teor de resina excessivo (50%) apresentaram redução da dureza e possível fragilidade superficial. A amostra 40/60 $D < 0,23$ mm destacou-se com a maior resistência ao impacto ($3,91 \text{ KJ.m}^{-2}$), boa homogeneidade (densidade de $1,1248 \text{ g/cm}^3$) e dureza igual 66 Shore D, indicando uma boa combinação entre tenacidade e rigidez superficial. Dessa forma, a formulação e a seleção granulométrica do resíduo devem ser criteriosamente otimizadas conforme a aplicação-alvo, buscando o melhor compromisso entre resistência ao impacto, dureza superficial e compacidade estrutural.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela bolsa e ao CETEM e UERJ pela infraestrutura.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

D.L. Faria, F.G. Gonçalves, F.D. Maffioletti et al. Particleboards based on agricultural and agroforestry wastes glued with vegetal polyurethane adhesive: An efficient and eco-friendly alternative, *Industrial Crops & Products* 214 (2024) 118540.

E.P. Calegari, J.S. Porto, C.C. Angrizani, B.F. de Oliveira, L. da C. Duarte, S.C. Amico, Reuse of waste paper and rice hulls as filler in polymeric matrix composites, *Rev. Mater.* 22 (2) (2017).

J.M. Cangemi, A.M. dos Santos, S. Claro Neto, G.O. Chierice, Biodegradation of polyurethane derived from castor oil, *Polímeros: Ciênc. Tecnol.* 18 (3) (2008).

K. Xiong, J. Zhang, Y. He, J. Li, M. Zhang, R. Li, J. Pei, Y. Li, L. Ly. Introducing the mineral powder to strengthen polyurethane grouting materials for crack repair of asphalt pavements, *Construction and Building Materials* 453 (2024) 139023.

M. Ran, X. Zhou, Y. Yan, R. Jiang, X. Zhou. Grouting mechanism of polyurethane composite materials in asphalt pavement subsidence, *Materials* 16 (2023) 7052.

M.M. Barros, M.F.L. de Oliveira, R.C.C. Ribeiro, D.C. Bastos, M.G. de Oliveira. Ecological bricks from dimension stone waste and polyester resin, *Construction and Building Materials*, 232 (2020) 117252.

R.S. Santos, P.H.P.M da Silveira., B.C. Bastos, M.N. da Conceição, R.C.C. Ribeiro, D.C. Bastos Development of Environmentally Ecofriendly Composites Based on Polypropylene/Bahia Beige Waste: Effect of Reinforcement Content on Physical, Mechanical, Chemical, and Microstructural Properties, *Recent Progress in Materials* 5 (3) (2023) 1-17.

S.M.S. Abdel-Hamid, O.A. Al-Qabandi, N.A.S. Elminshawy, M. Bassyouni, M.S. Zoromba, M.H. Abdel-Aziz, H. Mira, Y. Elhenawy, Fabrication and characterization of microcellular polyurethane sisal biocomposites, *Molecules* 24 (24) (2019).

CORRELAÇÕES ENTRE ASPECTOS VIBRACIONAIS E COMPOSIÇÃO QUÍMICA EM CASSITERITA E INVESTIGAÇÃO PRELIMINAR DA INFLUÊNCIA DO DOMÍNIO DE CRISTALITOS

CORRELATIONS BETWEEN VIBRATIONAL ASPECTS AND CHEMICAL COMPOSITION IN CASSITERITE AND PRELIMINARY INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF CRYSTALLITES' DOMAINS

Pedro Changuir Sarapeck Silva Pinto

Aluno de Graduação da Geologia 9º período

Universidade Federal do Rio de Janeiro

Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: agosto de 2023 a agosto de 2026

changuir.pessoal@gmail.com

Felipe Emerson André Alves

Orientador, formação acadêmica, D.Sc.

felipeemersonalves@gmail.com

Reiner Neumann

Coorientador, formação acadêmica, D.Sc.

rneumann@cetem.gov.br

RESUMO

Este estudo avalia a viabilidade da espectroscopia Raman como uma ferramenta não destrutiva para a caracterização química da cassiterita (SnO_2). Para isso, foi ampliado um banco de dados composto por 6.652 análises pontuais obtidas por Espectroscopia por Dispersão de Energia (SEM-EDS) e Espectroscopia por Dispersão de Comprimento de Onda (WDS), permitindo definir os limites composicionais da cassiterita ($\text{Sn}_{6,8-8,0}$; $\text{Fe}_{0-0,5}$; $\text{Mn}_{0-0,2}$; $\text{Nb}_{0-0,5}$; $\text{Ta}_{0-0,8}$; $\text{Ti}_{0-0,35}$ a.p.f.u.) e confirmar o predomínio do mecanismo de substituição acoplada $3\text{Sn}^{4+} \leftrightarrow 2(\text{Nb,Ta})^{5+} + (\text{Fe,Mn})^{2+}$ em pegmatitos. Foram adquiridos 51 espectros Raman de grãos provenientes do Cinturão Mineiro, Brasil. Os resultados identificaram quatro picos relacionados a modos vibracionais “Raman ativos” (B_{1g} , A_{1g} , E_g e B_{2g}) e outras bandas ao longo do espectro. A análise estatística dos atributos das bandas e dos picos (intensidade, largura e área) revelou correlações significativas entre as características espectrais e a composição química da cassiterita. Na amostra VG-06, diversas bandas apresentaram forte aumento de intensidade com os teores de Fe, Nb e Ta, enquanto os picos relacionados aos modos vibracionais de cassiterita tenderam a diminuir com a entrada dos substituintes. Além disso, a FWHM do pico em $\sim 633.4 \text{ cm}^{-1}$ parece aumentar com a substituição do Sn. A comparação com espectros Raman de minerais portadores de Fe-Nb-Ta, como columbita, tantalita e microlita, indica que essas feições são controladas pela estrutura cristalina da cassiterita, e não pela presença de nanoinclusões. Embora a orientação cristalográfica influencie atributos baseados em intensidade, os resultados demonstram o potencial da espectroscopia Raman para estimativas semiquantitativas rápidas da composição química da cassiterita, com aplicações em prospecção mineral e processamento de minérios.

Palavras-chave: Cassiterita, espectroscopia Raman, estanho, tântalo, caracterização mineralógica.

ABSTRACT

This study evaluates the feasibility of Raman spectroscopy as a non-destructive tool for the chemical characterization of cassiterite (SnO_2). To achieve this, a database comprising 6,652 point analyses obtained by Scanning Electron Microscopy coupled with Energy-Dispersive Spectroscopy (SEM-EDS) and Wavelength-Dispersive Spectroscopy (WDS) was expanded, allowing the compositional limits of cassiterite ($\text{Sn}_{6,8-8,0}$; $\text{Fe}_{0-0,5}$; $\text{Mn}_{0-0,2}$; $\text{Nb}_{0-0,5}$; $\text{Ta}_{0-0,8}$; $\text{Ti}_{0-0,35}$ a.p.f.u.) to be defined and confirming the predominance of the coupled substitution mechanism

$3\text{Sn}^{4+} \leftrightarrow 2(\text{Nb,Ta})^{5+} + (\text{Fe,Mn})^{2+}$ in pegmatitic cassiterite. A total of 51 Raman spectra were acquired from cassiterite grains from the Mineiro Belt, Brazil. The spectra revealed the four Raman-active vibrational modes (B_{1g} , A_{1g} , E_g , and B_{2g}), together with several additional bands. Statistical analysis of band attributes, including intensity, full width at half maximum (FWHM), and area, revealed significant correlations between Raman spectral features and the chemical composition of cassiterite. In sample VG-06, the intensities of several anomalous bands increased markedly with Fe, Nb, and Ta contents, whereas the bands associated with the characteristic Raman modes of cassiterite showed the opposite trend. In addition, the FWHM of the $\sim 633.4 \text{ cm}^{-1}$ band increased with increasing Sn substitution. Comparison with Raman spectra of Fe-Nb-Ta-bearing minerals, including columbite, tantalite, and microlite, indicates that these spectral features are controlled by structural changes within the cassiterite lattice rather than by nanoinclusions. Although crystallographic orientation influences intensity-dependent Raman parameters, the results demonstrate the potential of Raman spectroscopy as a rapid, non-destructive technique for semi-quantitative chemical characterization of cassiterite, with promising applications in mineral exploration and ore processing.

Keywords: Cassiterite, Raman spectroscopy, tin, tantalum, mineral characterization.

1. INTRODUÇÃO

A cassiterita (SnO_2) é o principal mineral de estanho, anisotrópico e de sistema cristalino tetragonal, do grupo espacial $P4_2/mnm$, com frequente geminação cristalina (MINDAT, 2026). Ela pode incorporar elementos como Fe, Mn, Nb, Ta e Ti em sua estrutura cristalina por diferentes mecanismos de substituição (e.g. $\text{Sn}^{4+} \leftrightarrow (\text{Ta, Nb})^{4+}$, $3 \text{Sn}^{4+} \leftrightarrow 2 (\text{Ta, Nb})^{5+} + (\text{Fe, Mn})^{2+}$, $\text{Sn}^{4+} \leftrightarrow \text{Ti}^{4+}$ - Moller *et al.*, 1988; Bennett *et al.*, 2024).

A espectroscopia Raman é uma técnica analítica rápida, não destrutiva e amplamente empregada na identificação de minerais. Estudos anteriores demonstraram sua capacidade de estimar a composição química de diferentes fases minerais a partir de correlações entre bandas de desvio Raman e composição (Kuebler *et al.*, 2006; Wang *et al.*, 2001). Nesse contexto, investigar as relações entre desvio Raman e composição química de cassiterita pode viabilizar uma nova metodologia para sua caracterização química, fornecendo informações relevantes para exploração mineral, beneficiamento e metalurgia do estanho.

2. OBJETIVOS

Este trabalho busca avaliar a substituição de Sn por Fe, Mn, Nb e Ta na estrutura da cassiterita e identificar correlações entre dados composicionais e parâmetros espectrais obtidos por espectroscopia Raman.

3. METODOLOGIA

Imagens de elétrons retroespalhados e análises químicas foram adquiridas com um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Zeiss Sigma 300 VP acoplado a um espectrômetro de energia dispersiva (EDS) Bruker Quantax 800 com dois detectores Bruker XFlash 6|60. As condições de análise foram 15kV, abertura de 30 μm e live time de 30 segundos.

Espectros Raman foram obtidos com uma microssonda Raman Horiba Jobin Yvon LabRAM 800 HR com um detector CCD eletronicamente resfriado acoplado a um microscópio Olympus BX41. Lasers de 638.8 nm (CC6), 785 nm (VG-01) e 532 nm (VG-06); grating de 1800, objetiva de 100x LWD e abertura de 100 μm . O intervalo foi dividido em 2 subintervalos medidos de 2 a 3 vezes por 15 segundos. Uma linha de base horizontal foi aplicada nos espectros, com posterior normalização baseada nos valores máximos e mínimos. A deconvolução foi feita no software *Fityk*, com funções *PseudoVoigt* ajustadas com o algoritmo *Nelder-Mead* de *NLOpt*.

As imagens de luz refletida com polarização circular foram obtidas com um microscópio Zeiss Axio Imager.M2m.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A base de dados compilada por Silva Pinto *et al.* (2025) foi expandida a 6.652 análises pontuais de cassiterita obtidas por MEV-EDS e WDS, provenientes da Província Pegmatítica de São João del Rei e de outros depósitos descritos na literatura. A ampliação da base de dados permitiu caracterizar a distribuição dos principais elementos substituintes em cassiterita e redefinir os intervalos composicionais mais representativos do mineral. São eles: $\text{Sn}_{6.8-8.0}$ $\text{Ta}_{0-0.77}$ $\text{Fe}_{0-0.46}$ $\text{Mn}_{0-0.19}$ $\text{Nb}_{0-0.47}$ $\text{Ti}_{0-0.31}$ (em a.p.f.u para 16 átomos de oxigênio).

Foram obtidos, ao todo, 51 espectros Raman de cassiterita, sendo 14 de um grão da amostra CC6, 26 de um grão da amostra VG-06 e 11 de grãos diversos da amostra VG-01. Os espectros apresentaram bandas de desvio Raman típicas da cassiterita, relacionadas com 3 dos 4 modos vibracionais Raman-ativos, E_g , A_{1g} e B_{2g} - 444 cm^{-1} , 633 cm^{-1} e 776 cm^{-1} , respectivamente (Katiyar, 1971), além de várias bandas anômalas que foram identificadas em todas as amostras.

A amostra CC6 analisada em Silva Pinto *et al.* (2025) foi reprocessada após uma mudança de metodologia, e foram observadas algumas correlações entre composição química e os atributos de posição, intensidade, largura à meia altura (FWHM) e área das bandas de desvio. A FWHM da banda em $\sim 632\text{ cm}^{-1}$ parece aumentar com a entrada dos substituintes na cassiterita, assim como as intensidades das bandas em $\sim 446\text{ cm}^{-1}$, 470 cm^{-1} e 833 cm^{-1} . A FWHM da banda em $\sim 850\text{ cm}^{-1}$ apresentou forte correlação negativa com a razão molar $(\text{Nb}+\text{Ta})/\text{Fe}$.

Na amostra VG-01, cujas análises foram realizadas em diferentes cristais, não foram observadas correlações significativas entre atributos extraídos dos espectros Raman e dados químicos. Contudo, foi identificada forte correlação positiva entre as intensidades das bandas em $\sim 240\text{ cm}^{-1}$ e 288 cm^{-1} , que também ocorreu para a amostra CC6. Uma banda anômala em $\sim 924\text{ cm}^{-1}$ destacou-se nos espectros.

A amostra VG-06 foi subdividida a partir de um mosaico de luz refletida com polarização circular (Figura 1B), que evidenciou a presença de dois domínios de cristalitos com orientações cristalográficas distintas para os pontos de análise. Foram obtidos 14 pontos no primeiro domínio e 12 no segundo. Em ambos, quase todas as intensidades das bandas anômalas dos espectros correlacionaram-se positivamente ($R^2 > 0.74$) com os elementos substituintes, enquanto as bandas associadas aos modos vibracionais de cassiterita mostraram tendência oposta. Ou seja, cassiteritas mais impuras exibem menor intensidade de espalhamento Raman. A equação que descreve a relação entre Sn e intensidade da banda em $\sim 121\text{ cm}^{-1}$ para o primeiro domínio é “ $F(x) = -0,9501x + 7,6932$ ”, enquanto para o segundo domínio é “ $G(x) = -0,6189x + 5,172$ ”. Utilizando-se essas duas equações para um cenário hipotético em que essa banda possua intensidade 0,8, pode-se calcular teores de Sn iguais a 7,26 apfu (16 ox) para a primeira equação, e 7,06 apfu para a segunda equação.

Os valores calculados apresentaram pouca diferença entre si. As equações convergem em valores de intensidade da banda próximos a 0,46, equivalentes a 7,61 apfu de Sn. Algo semelhante ocorre nas outras correlações de intensidade, o que pode indicar que determinados domínios cristalográficos provocam maiores variações de intensidade.

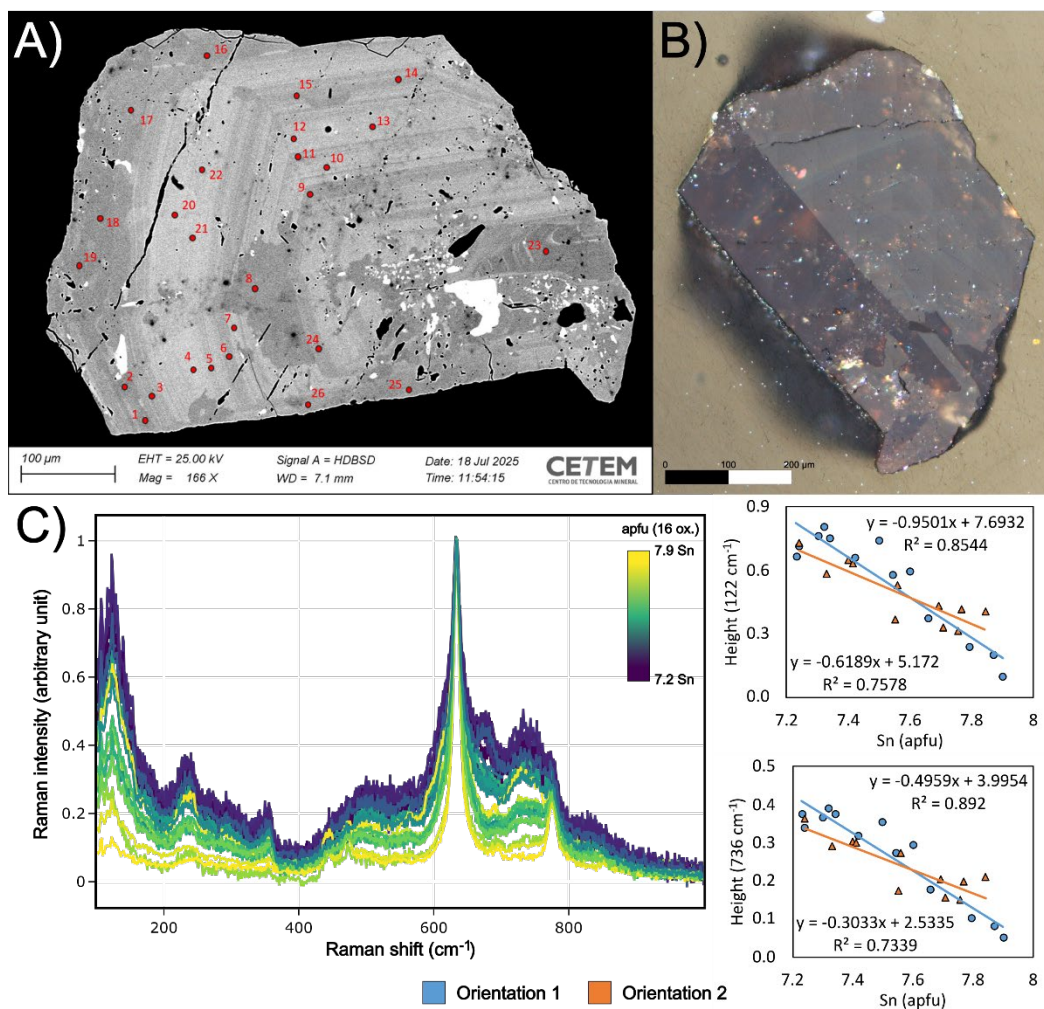


Figura 1: A) Imagem BSE do grão de cassiterita analisado da amostra VG-06, com pontos de análise química e de espectros Raman. B) Imagem de polarização circular com luz refletida do mesmo grão. C) Espectros Raman e gráficos de dispersão com correlações entre dados químicos e intensidade de bandas de desvio Raman.

5. CONCLUSÕES

Este estudo ampliou o conhecimento sobre a composição química da cassiterita ao consolidar uma base de dados com 6.652 análises pontuais, permitindo redefinir os intervalos composicionais mais representativos do mineral e corroborar o predomínio do mecanismo de substituição acoplada $3\text{Sn}^{4+} \leftrightarrow 2(\text{Nb,Ta})^{5+} + (\text{Fe,Mn})^{2+}$ em cassiteritas pegmatíticas. As análises por espectroscopia Raman demonstraram que atributos espectrais, especialmente intensidade e largura à meia altura (FWHM) de determinadas bandas, apresentam correlações consistentes com o somatório dos teores de Fe, Nb e Ta. Os resultados indicam que o aumento da substituição de Sn promove o fortalecimento de bandas anômalas e o alargamento da banda em $\sim 633 \text{ cm}^{-1}$, enquanto as bandas associadas aos modos vibracionais característicos da cassiterita tendem a perder intensidade.

Embora a orientação cristalográfica influencie significativamente os atributos baseados em intensidade, as correlações obtidas demonstram o potencial da espectroscopia Raman como uma ferramenta rápida e não destrutiva para estimativas semiquantitativas da composição química da cassiterita. Estudos futuros devem buscar dados composicionais de maiores resolução e diversidade composicional, e controlar sistematicamente a orientação cristalográfica, visando ao desenvolvimento de um modelo quantitativo para caracterização química de cassiterita por espectroscopia Raman.

6. AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao CNPq pela bolsa de iniciação científica, ao CETEM pela infraestrutura e oportunidade, e aos meus orientadores pela mentoria ao longo do processo.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BENNETT, J. M. et al. Systematic trends in the substitution mechanisms of minor elements in cassiterite. *Australian journal of earth sciences*, v. 71, n. 8, p. 1098-1124, 2024.

CHAPMAN, Robert; COATS, Robert; PAYNE, Thomas. Placer tin deposits in central Alaska. [S.l.: S.n.]. Disponível em: <<https://www.usgs.gov/publications/placer-tin-deposits-central-alaska>>.

KATIIYAR, R. S. et al. Dynamics of the rutile structure. III. Lattice dynamics, infrared and Raman spectra of SnO₂. *Journal of physics*, v. 4, n. 15, p. 2421-2431, 1971.

KUEBLER, Karla E. et al. Extracting olivine (Fo–Fa) compositions from Raman spectral peak positions. *Geochimica et cosmochimica acta*, v. 70, n. 24, p. 6201-6222, 2006.

KUMAR, Avish A. et al. Cassiterite trace element discrimination diagrams to facilitate critical mineral exploration. *Journal of geochemical exploration*, v. 264, n. 107530, p. 107530, 2024.

LEHMANN, Bernd. Formation of tin ore deposits: A reassessment. *Lithos*, v. 402-403, n. 105756, p. 105756, 2021.

MINDAT. Cassiterite: Mineral information, data and localities. Disponível em: <<https://www.mindat.org/min-917.html>>. Acesso em: 27 July. 2026.

MÖLLER, P. et al. Substitution of tin in cassiterite by tantalum, niobium, tungsten, iron and manganese. *Geochimica et cosmochimica acta*, v. 52, n. 6, p. 1497-1503, 1988.

PINTO, Pedro C.S.S.; ALVES, Felipe E.A.; NEUMANN, Reiner. Substituição de Sn por Fe, Mn, Nb, Ta e Ti em Cassiterita e correlações com a Espectroscopia Raman. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 33.; JORNADA DE INICIAÇÃO EM DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO, 9., 2025, Rio de Janeiro. Anais [...]. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2025.

WANG, Alian et al. Characterization and comparison of structural and compositional features of planetary quadrilateral pyroxenes by Raman spectroscopy. *The American Mineralogist*, v. 86, n. 7-8, p. 790-806, 2001.

WANG, C. et al. Examining fingerprint trace elements in cassiterite: Implications for primary tin deposit exploration. *Ore geology reviews*, v. 149, n. 105082, p. 105082, 2022.

GERAÇÃO DE CORAIS ARTIFICIAIS CONTENDO RESÍDUOS DO BENFICIAMENTO DO CALCÁRIO CARIRI

GENERATION OF ARTIFICIAL CORALS CONTAINING RESIDUES FROM THE PROCESSING OF CARIRI LIMESTONE

Pedro Paulo Cardoso Lima

Graduando em Licenciatura em Física, 8º período, IFRJ
Estagiário CETEM/MCTI, outubro de 2025 até agosto de 2026
pplima@cetem.gov.br

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Engenheiro Químico, D.Sc.
Orientador
rcarlos@cetem.gov.br

RESUMO

Os recifes de corais são estruturas rígidas formadas por organismos marinhos que recobrem um esqueleto de calcário. No entanto, esta rigidez está sendo afetada pelo aumento da temperatura dos oceanos causado pelo aquecimento global que torna o coral frágil, a exploração, o pisoteamento decorrente da visitação, movimentação das embarcações, pesca predatória e até mesmo pelo lixo deixado nessas regiões. Dessa forma, o objetivo do trabalho foi produzir corais para recompor recifes danificados e melhorar o desenvolvimento da fauna e flora marinha por meio da manufatura aditiva (MA), ou seja, a impressão 3D de uma pasta contendo resíduos oriundos do beneficiamento do Calcário Cariri com percentuais de 0-100% associados com argila comercial com posterior sinterização a 1.000 °C por 1 h como descrito na patente desenvolvida pelo grupo BR 1020240117077. Os corpos de prova foram avaliados por meio de dureza, índices físicos, modelagem molecular e avaliação de risco ambiental antes e após serem submetidos a ambientes marinhos com salinidade de 35%. Os resultados indicaram que a composição com 60% de resíduo e 40% de argila foi a mais adequada, pois obteve valores de dureza de 320 HLD, porosidade de 70% e densidade de 2.600 kg.m⁻³ antes e após submissão a ambiente salino, e foram similares aos valores de um coral verdadeiro. A confecção de corais artificiais utilizando-se resíduos do beneficiamento do Calcário Cariri, que contém também quartzo, permitiu maior estabilidade ao material e manteve a integridade do coral, permitindo novamente a pigmentação. Não foram verificados riscos toxicológicos.

Palavras-chave: Recifes de corais, calcário marinho, impressão 3D.

ABSTRACT

Coral reefs are rigid structures formed by marine organisms that cover a limestone skeleton. However, these corals are being destroyed by the increase in ocean temperatures caused by global warming, which makes the coral fragile, exploitation, trampling resulting from visits, movement of vessels, predatory fishing and even the garbage left in these regions. Thus, the objective of the work was to recompose these coral reefs for the development of marine fauna and flora through additive manufacturing (AM), that is, the 3D printing of a paste containing waste from the processing of Cariri Limestone Marble with percentages of 0-100% associated with different percentages of clay with subsequent sintering at 1,000 °C for 1 h as described in the patent developed by the BR group 10 2024 011707 7. The specimens were evaluated using hardness, physical indexes, color and environmental risk assessment before and after being submitted to a marine environment with salinity of 35%. The results for the composition of 60% marine limestone and 40% clay were similar to those of the natural corals, before and after their exposure to saline environment, with a hardness value of 320 HLD, 70% porosity, and density

of 2,600 kg.m⁻³ before and after exposure in a saline environment were similar to the values of a real coral. The making of artificial corals through 3D printing using waste from the processing of Cariri Limestone Marble also containing quartz, allowed greater stability to the material and maintained the integrity of the coral, allowing pigmentation again. No toxicological risks were verified, and salinity did not affect the artificial coral.

Keywords: Coral reefs, Cariri Limestone Marble waste, 3D printing.

1. INTRODUÇÃO

Os recifes de corais são definidos como estruturas rígidas que resistem à ação das ondas e correntes marinhas e são formados por organismos marinhos que recobrem um esqueleto de calcário (Figura 1A). De acordo com o Ministério do Meio Ambiente, os recifes de corais são encontrados em mais de 100 países e territórios. No entanto, eles estão sob o implacável estresse do aquecimento causado pelas mudanças climáticas, a pesca excessiva, o desenvolvimento costeiro insustentável e o declínio da qualidade da água. Dessa forma, a perda irrevogável dos recifes de coral é catastrófica (Figura 1B). Uma análise que examinou 10 regiões de recifes de coral ao redor do mundo, mostrou que a destruição dos mesmos está relacionada com o branqueamento causado pelas altas temperaturas da superfície do mar, que transformam o CaCO₃ em CaO e CO₂, não havendo mais interação com as algas zooxantelas que conferem as diferentes cores dos recifes de corais. Além disso, a exploração, o pisoteamento decorrente da visitação, movimentação das embarcações, pesca predatória e até mesmo pelo lixo deixado nessas regiões agravam o problema (Freitas et al., 2012; Correia e Gabler, 2023). Os recifes de coral, tão frágeis e de tamanha importância, estão se acabando e as causas dessas ameaças são difíceis de serem enfrentadas, na medida em que são extremamente difusas, e resultam de todo um paradigma de desenvolvimento. Dessa forma, o desenvolvimento de pesquisas científicas deve ser realizado para sua recuperação (Ribeiro et al., 2024). Nesse contexto, aparece um calcário conhecido comercialmente como Calcário Cariri que é uma rocha da formação Caatinga, de ambiente continental e provém de alteração de calcários de formação salitre, de ambiente marinho. É identificado como mármore quando, além do padrão estético apreciado no Brasil, evidenciam-se as propriedades físicas e tecnológicas do material utilizado como rocha ornamental. Desde a lavra ao beneficiamento estima-se que mais de 80% do material seja considerado resíduo tornando-se um potencial material para recomposição dos corais.



Figura 1A: Recifes íntegros QUI no Unsplash.



Figura 1B: Recifes de corais destruídos (Stock – Focused collection).

2. OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho foi a geração de corais marinhos, por meio de impressão 3D em pasta cerâmica, constituídos por resíduo do beneficiamento do Calcário Cariri e argila comercial do tipo porcelana em diferentes proporções.

3. METODOLOGIA

3.1. Origem dos Materiais

Utilizou-se resíduo de rocha calcária oriundo do Estado do Ceará (Cariri) e uma argila do tipo porcelana, fabricada pela empresa Pascoal.

3.2. Análises Química, Mineralógica

A análise química do resíduo e da argila foi realizada pelo método de Fluorescência de Raio-X. Já a avaliação mineralógica foi realizada por Difração de Raio-X na Coordenação de Análises Químicas e Mineralógicas do CETEM – COAMI.

3.3. Peneiramento a Úmido

O resíduo do beneficiamento do calcário Cariri apresentava tamanho de partículas grosseiras e, por isso, foi peneirado a úmido abaixo de 0,020 mm.

3.4. Confecção dos Corpos de Prova

Foram preparados corpos de prova nas seguintes proporções de resíduo do calcário Cariri argila porcelana (%): 10/90, 20/80, 30/70, 40/60, 50/50, 60/40 e 70/30. Posteriormente, cada um deles foram sinterizados à 1.000°C, como descrito em Ribeiro *et al.*, 2024.

3.5. Caracterização dos Copos de Prova

Avaliou-se a dureza dos corpos de prova após a sinterização, por meio do aparelho portátil digital de impacto LEEB Equotip 550 da marca Proceq. Além disso, determinou-se a porosidade, absorção de água e massa específica dos corpos de prova segundo a norma NBR12766 de 06/2010.

3.6. Ensaio em Condições Salinas

Os corpos de prova foram submetidos em aquários contendo solução salina a 35% (similar a salinidade do mar brasileiro) sob a presença de oxigenação, durante 540h, no Laboratório de Biologia da UERJ e na presença da zooxantela Rosa bengal. Ao final do processo avaliou-se dureza e porosidade, absorção de água e massa específica novamente. Além da verificação da pigmentação.

3.7. Avaliação de Risco Ambiental

Devido a colocação do material em ambiente marinho, foi-se necessária a realização de um estudo de avaliação de risco ambiental para verificação de possível liberação de elementos tóxicos que podem contaminar a flora e a fauna da região. Para tal, utilizaram-se padrões da CETESB, 2001- Manual de Gerenciamento de Áreas Contaminadas e US EPA. “*Guidelines for Ecological Risk Assessment*”, 1998.

3.8. Confecção do Coral em Impressão 3D

Após as determinações das melhores condições técnicas e ambientais processou-se o coral na impressora 3D da marca Duraprint 3D, com base na análise tomográfica de um coral verdadeiro no Laboratório de Recuperação Avançada de Petróleo (LRAP) -COPPE UFRJ. O processamento ocorreu quando a pasta na proporção 40% de resíduo e 60% de argila abasteceu a cuba da impressora 3D e a peça desejada foi impressa com condições de temperatura variando de 25 a 30°C, pressão variando de 1,5 a 3 bar, abertura do bico de impressão de 1 a 2 mm, com velocidade de impressão variando de 10 a 20 mm/s, fator de extrusão na faixa de 25 a 35%, densidade variando de 0 a 15% e altura de camada de deposição na faixa de 0,9 a 1,5 mm como indicado na Figura 3.



Figura 2: Ensaio em aquários UERJ (água salgada 35% p/v).

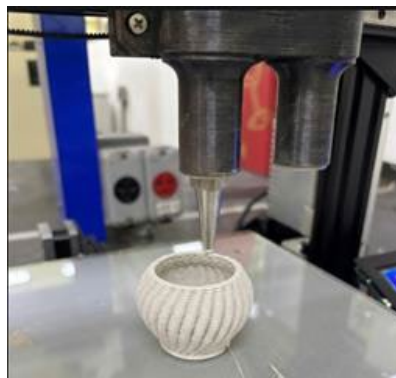


Figura 3: impressão 3D do coral.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Análises Química (FRX) e Mineralógica (DRX)

Os resultados de FRX indicaram que o calcário apresenta em média 50% de CaO, 2%SiO₂, 5% MgO e 43% de perda por calcinação. Já a argila comercial apresenta 55% de SiO₂, 30% de Al₂O₃, 5% de Na₂ e 10% de perda por calcinação. Os resultados de DRX indicaram a presença majoritária de calcita para o resíduo e traços de quartzo e dolomita e a argila apresenta picos de caulinita, albita, quartzo, muscovita e vermiculita.

4.2. Avaliação Colorimétrica

O resíduo grosseiro apresenta valor de luminosidade (L) de 52,04° e à medida que o tamanho de partícula diminui os valores de L aumentam para 70,07° em 0,044 mm, 76,14° em 0,025 mm, 75,27° acima de 0,02 mm e abaixo de 0,020 para 80,50°, valor este muito similar ao coral original do fundo do mar que apresenta valor de L de 81,26, indicando ser a fração mais adequada para utilização.

4.3. Avaliação dos Corpos de Prova

A Figura 4 apresenta os resultados da dureza das amostras em função do percentual de resíduo, antes e após submissão a ambiente salino. Verifica-se que a dureza do corpo de prova sem resíduo é de 466 HLD (material rico em SiO₂) e à medida que se adicionam percentuais de calcário a dureza se reduz gradativamente, chegando-se a em torno de 200 HLD com 100% de resíduo. Porém, comprando-se com um coral marinho que apresenta dureza de 210 HLD, todos os corpos de prova encontram-se adequados para utilização. Isso ocorre, pois na composição do resíduo de rocha não há apenas calcita, mas também quartzo, como observado na difração de raios-X, o que permite a geração de um coral artificial mais resistente que o coral real. Além disso, há que se observar que as condições salinas não afetaram a dureza dos compósitos.

4.4. Porosidade e Densidade

A Figura 5 apresenta os resultados da porosidade das amostras em função do percentual de resíduo de rocha onde se verifica uma porosidade em torno de 35% para amostra isenta de calcário e à medida que se aumenta o percentual de resíduo a porosidade aumenta, chegando-se a cerca de 80%, valor este similar à de um coral real. Já na Figura 6, observam-se os resultados de densidade e verifica-se pouca variação da mesma, principalmente porque caulinita, presente na argila, e calcário tem densidades muito similares (~2.600 kg.m⁻³). A salinidade não afetou a porosidade nem a densidade dos CPs.

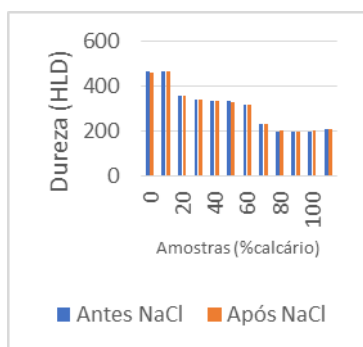


Figura 4: Dureza (HLD).

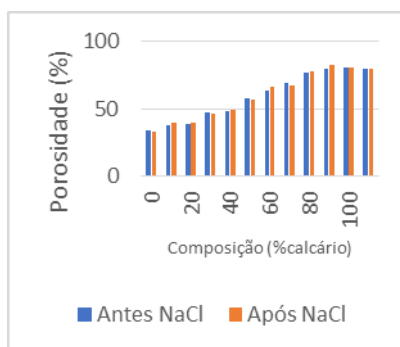


Figura 5: Porosidade dos CPs (%).

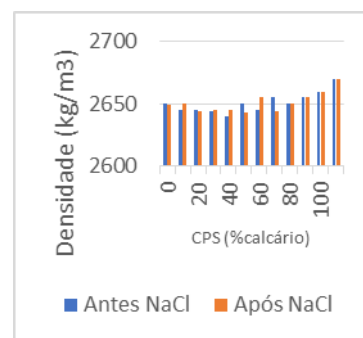


Figura 6: Densidade (kg.m⁻³).

4.5. Avaliação de Risco Ambiental

Os resultados indicaram que não há elementos tóxicos sendo liberados pelos novos corais produzidos e submetidos ao ambiente salino. Pôde-se verificar também que após a colocação das algas zooxantelas em contato com os corais houve pigmentação rosa nos mesmos.

4.6. Confeção do Coral

Na Figura 7 encontra-se a avaliação tomográfica de um coral verdadeiro que serviu de base para geração de melhores parâmetros de impressão com tamanho de camada de 1 mm, 5% de preenchimento retilíneo e extrusão de 1 mm, utilizando 40%, me massa de calcário marinho e 60% de argila, como pode ser observado na Figura 8.

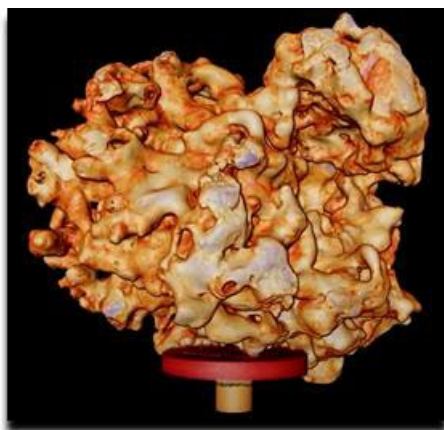


Figura 7: Análise tomográfica do coral verdadeiro.



Figura 8: Coral gerado em impressora 3D.

5. CONCLUSÃO

Conclui-se que é possível gerar corais artificiais com composição contendo 60% de resíduos do beneficiamento do Mármore Bege Bahia, com tamanho de partícula inferior a 0,020 mm, com luminosidade superior a 80°; e 40% de argila, baseado nas condições de processamento descritas na patente BR 1020240117077. Com essa proporção obtiveram-se valores de dureza de 320 HLD, porosidade de 70% e densidade de 2.600 kg.m⁻³ antes e após submissão a ambiente salino e foram similares aos valores de um coral verdadeiro do fundo do mar. Após a confecção de corais artificiais por meio de impressão 3D utilizando-se resíduo contendo também quartzo, este permitiu maior estabilidade ao material e manteve a integridade do coral, permitindo novamente a pigmentação por partes das algas que entraram em contato com os mesmos, tornando-os rosa. Não foram verificados riscos toxicológicos e a salinidade não afetou o coral artificial.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CETEM pela infraestrutura, aos colegas do Lacon, ao Instituto de Biologia da UERJ e à Fundação financiadora do estágio.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABNT NBR12766 de 06/2010 - Rochas para revestimento - Determinação da massa específica aparente, porosidade aparente e absorção d'água aparente

CORREIA, A. R. L., E GABLER, B. C. (2023). Recifes de corais e os impactos da ação antropogênica. Revista Multidisciplinar Do Nordeste Mineiro, 4(1). Recuperado de <https://revista.unipacto.com.br/index.php/multidisciplinar/article/view/1000>

FREITAS, L. M.; OLIVEIRA, M. D. M. e KIKUCHI, R. K.P., (2012). Os mecanismos de sobrevivência dos corais diante do impacto das mudanças climáticas sobre o ecossistema de recifes, Cadernos de Geociências, v. 9, n. 2.

RIBEIRO, R. C. C.; RIBEIRO, M. L.; CONCEIÇÃO, M. N. E CASTRO, N. F., (2024). Geração de corais artificiais utilizando pasta de resíduos minerais por meio de impressão-3d em pasta, depósito de pedido de privilégio de invenção nº BR 10 2024 011707 7 no INPI em, 12 de junho de 2024.

US EPA Guidelines for Ecological Risk Assessment, (1998). USEPA EPA/630/R095/002F. U.S. Environmental Protection Agency, Risk Assessment Forum, Washington, DC, 175 pp.

ANÁLISE DO POTENCIAL AGRONÔMICO E ECOTOXICOLÓGICO DO USO DE RESÍDUOS DE ROCHAS ORNAMENTAIS E DE ROCHAS ARTIFICIAIS EM DIFERENTES PERÍODOS DE INCUBAÇÃO

ANALYSIS OF THE AGRONOMIC AND ECOTOXICOLOGICAL POTENTIAL OF USING ORNAMENTAL STONE AND ARTIFICIAL STONE WASTE OVER DIFFERENT INCUBATION PERIODS

Rafaella Valdo Nunes

Aluna de Graduação em Engenharia de Minas, 3º período, Instituto Federal de
Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo - IFES
Período PIBIC ou PIBITI/CETEM: agosto de 2025 a julho de 2026
rafaellavaldo6@gmail.com

Guilherme de Resende Camara

Orientador, Engenheiro Agrônomo, D.Sc.
gcamara@cetem.gov.br

Leonardo Luiz Lyrio da Silveira

Coorientador, Geólogo, D.Sc.
leolysil@cetem.gov.br

RESUMO

A utilização agrícola de resíduos de rochas ornamentais representa uma alternativa promissora para a valorização de coprodutos minerais. Entretanto, ainda são escassos os estudos sobre o potencial agronômico de resíduos de rochas artificiais contendo matrizes poliméricas. Este trabalho objetivou avaliar a influência de diferentes períodos de incubação sobre o potencial agronômico de resíduos de rochas ornamentais naturais e artificiais, utilizando a emergência, o Índice de Velocidade de Emergência (IVE) e o desenvolvimento inicial de plântulas de milho (*Zea mays* L.) como indicadores biológicos. Os resultados demonstraram que o período de incubação influenciou a emergência das plântulas, com desempenho mais consistente dos resíduos minerais naturais de granito e quartzito. Em contrapartida, alguns tratamentos contendo resinas apresentaram reduções na emergência, sem alterar o IVE e a altura das plântulas. Esses resultados evidenciam o potencial agronômico dos resíduos minerais naturais e fornecem subsídios para futuras pesquisas sobre resíduos de rochas artificiais contendo matrizes poliméricas.

Palavras-chave: Agrominerais, economia circular, emergência de plântulas, resíduos minerais.

ABSTRACT

The agricultural use of ornamental stone waste represents a promising alternative for the valorization of mineral byproducts. However, studies on the agronomic potential of artificial stone waste with polymer matrices remain scarce. This study aimed to evaluate the influence of different incubation periods on the agronomic potential of natural and artificial ornamental stone waste, using emergence, the Emergence Rate Index (ERI), and the initial development of corn (*Zea mays* L.) seedlings as biological indicators. The results demonstrated that the incubation period influenced seedling emergence, with more consistent performance observed in natural mineral residues of granite and quartzite. In contrast, some treatments containing resins showed reduced emergence, without altering the ERI or seedling height. These results highlight the agronomic potential of natural mineral waste and provide a basis for future research on artificial rock waste containing polymer matrices.

Keywords: Agrominerals, circular economy, seedling emergence, mineral waste.

1. INTRODUÇÃO

A indústria de rochas ornamentais constitui um importante segmento da mineração brasileira, destacando-se pela expressiva geração de emprego e renda. O Estado do Espírito Santo mantém posição de liderança nacional no setor, concentrando a maior parcela das exportações brasileiras de rochas ornamentais, o que reforça sua relevância econômica e tecnológica para o país. Entretanto, a extração e o beneficiamento dessas rochas resultam na geração de grandes volumes de resíduos, cuja destinação ainda representa um desafio ambiental e produtivo (Abirochas, 2026).

Nesse contexto, o aproveitamento agrícola desses resíduos surge como uma alternativa sustentável, capaz de promover sua valorização e contribuir para a economia circular por meio do fornecimento de minerais ao solo (Marinato; Camara, 2023). Embora o potencial agrônomo de resíduos de rochas ornamentais naturais seja amplamente investigado, ainda são escassos os estudos envolvendo resíduos provenientes de rochas artificiais contendo diferentes matrizes poliméricas, especialmente quanto aos seus efeitos sobre o estabelecimento inicial das plantas.

2. OBJETIVOS

Avaliar a influência de diferentes períodos de incubação sobre o potencial agrônomo de resíduos de rochas ornamentais naturais, de rochas artificiais produzidas com resina epóxi e com resina poliuretana vegetal à base de mamona, utilizando a germinação, o vigor e o desenvolvimento inicial de plântulas de milho (*Zea mays* L.) como indicadores biológicos.

3. METODOLOGIA

3.1. Obtenção, Preparo e Caracterização Química e Mineralógica das Amostras

Os resíduos de granito e quartzito foram obtidos durante o beneficiamento de rochas extraídas nos municípios de Barra de São Francisco (ES) e Uruoca (CE), respectivamente. O beneficiamento foi realizado em uma empresa localizada em Cachoeiro de Itapemirim (ES), sendo posteriormente encaminhados no formato de casqueiros ao Centro de Tecnologia Mineral – Núcleo Regional do Espírito Santo (CETEM/NRES), onde foram preparados para as análises laboratoriais. As amostras foram submetidas aos processos de homogeneização, britagem, peneiramento, quarteamento e ajuste granulométrico. Posteriormente, realizou-se a caracterização petrográfica, química e mineralógica por meio de análise petrográfica, fluorescência de raios X (FRX) e difração de raios X (DRX).

3.2. Produção das Rochas Artificiais (aglomeradas)

As rochas artificiais foram produzidas no Laboratório Multiusuário de Materiais (LABMAT) do Centro de Tecnologia Mineral – Núcleo Regional do Espírito Santo (CETEM/NRES), utilizando resíduos dos litotipos granito e quartzito como agregados minerais. Como matrizes poliméricas, empregaram-se uma resina epóxi bicomponente e uma resina poliuretana vegetal bicomponente à base de óleo de mamona.

Seguindo a metodologia descrita por Gadioli et al. (2021; 2023) e Castilho et al. (2024), foram produzidos quatro compósitos de rochas artificiais: (i) resíduo de granito e resina epóxi; (ii) resíduo de quartzito e resina epóxi; (iii) resíduo de granito e resina poliuretana vegetal; e (iv) resíduo de quartzito e resina poliuretana vegetal. Adicionalmente, foram produzidos dois compósitos utilizando Areia Normal Brasileira (ANB) nº 50 (ABNT NBR 7214:2015) como agregado mineral e as mesmas matrizes poliméricas empregadas na fabricação das rochas artificiais, originando os materiais: (i) ANB e resina epóxi; e (ii) ANB e resina poliuretana vegetal à base de óleo de mamona. Esses compósitos foram produzidos e destinados à avaliação isolada da influência das matrizes poliméricas sobre o desenvolvimento inicial das plântulas.

Todas as amostras produzidas foram fragmentadas e cominuídas até alcançarem a granulometria Filler (100% passante em malha de 0,3 mm (ABNT 50), conforme previsto na IN MAPA 05/2016 (Brasil, 2016), originando os materiais particulados utilizados como tratamentos na etapa de incubação.

3.3. Incubação dos Resíduos ao Substrato

Cada material particulado proveniente dos compósitos anteriormente produzidos foi individualmente homogeneizado ao substrato de plantio (ANB - Areia Normal Brasileira nº 50) em superdosagem correspondente a 40 t ha⁻¹, permanecendo incubado em recipiente plástico transparente por 30, 60 ou 90 dias, sem a presença de plantas, em casa de vegetação. Durante esse período, a umidade foi mantida em aproximadamente 80% da capacidade de campo, enquanto a temperatura, a umidade e a luminosidade ambiente foram acompanhadas ao longo de todo o período experimental por meio de *datalogger*, com registros realizados a cada 10 minutos. Em todos os recipientes foi mantida uma pequena abertura nas tampas plásticas para a troca de gases com o meio.

3.4. Avaliação da Emergência e do Desenvolvimento Inicial das Plântulas

Os experimentos foram conduzidos em casa de vegetação do CETEM/NRES. A execução do estudo proposto foi feita individualmente por período de incubação dos resíduos ao substrato (30, 60 e 90 dias), e correspondeu a nove tratamentos e três repetições, conforme Tabela 1.

Tabela 1: Descrição dos tratamentos.

Tratamento	Descrição	Nº Rep
T1	Areia Normal Brasileira (ANB) nº 50 (ABNT NBR 7214:2015).	3
T2	Resíduo de rocha artificial produzida com ANB e resina epóxi.	3
T3	Resíduo de rocha artificial produzida com ANB e resina vegetal.	3
T4	Resíduo de granito.	3
T5	Resíduo de quartzito.	3
T6	Resíduo de rocha artificial produzida com granito e resina epóxi.	3
T7	Resíduo de rocha artificial produzida com quartzito e resina epóxi.	3
T8	Resíduo de rocha artificial produzida com granito e resina vegetal.	3
T9	Resíduo de rocha artificial produzida com quartzito e resina vegetal.	3

Ao término de cada período de incubação, foram semeadas dez sementes de milho (*Zea mays* L.) híbrido transgênico SHS Super RR, adquiridas comercialmente, em cada unidade experimental. Após a semeadura, os recipientes permaneceram em casa de vegetação, sendo mantidas as mesmas condições de irrigação e umidade adotadas durante a etapa de incubação, assim como para o monitoramento da temperatura, umidade e luminosidade do ambiente.

Cada unidade experimental foi constituída por recipientes plásticos contendo 700 g de Areia Normal Brasileira nº 50 homogeneizada aos respectivos resíduos, conforme descrição dos tratamentos.

As contagens de emergência das plântulas foram realizadas diariamente entre o quarto e o sétimo dia após a semeadura. Com base nessas avaliações, determinaram-se a porcentagem de emergência e o Índice de Velocidade de Emergência (IVE), conforme Maguire (1962). Ao sétimo dia após a semeadura, as plântulas foram classificadas em normais e anormais, de acordo com os critérios estabelecidos no Capítulo 4 das Regras para Análise de Sementes (RAS, 2025). O desenvolvimento inicial foi avaliado por meio da mensuração da altura da parte aérea, utilizando régua graduada, com os resultados expressos em centímetros.

As análises estatísticas foram realizadas no software R (R Core Team, 2025), por meio de análise de variância (ANOVA), sendo as médias comparadas pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Em virtude da limitação de espaço desta versão do manuscrito e considerando o foco na avaliação agrônômica dos materiais, os resultados apresentados concentram-se nas variáveis relacionadas ao estabelecimento inicial das plântulas, objetivo central desta pesquisa.

O estabelecimento inicial das plântulas foi caracterizado pela porcentagem de emergência aos sete dias após a semeadura, pelo Índice de Velocidade de Emergência (IVE), pela curva de emergência acumulada e pela altura da parte aérea, permitindo avaliar, de forma integrada, a capacidade, a velocidade e a dinâmica da emergência, bem como o crescimento inicial das plântulas sob os diferentes tratamentos e períodos de incubação.

A emergência das plântulas foi influenciada pelo período de incubação dos materiais, com respostas distintas entre os tratamentos. Aos 30 DAI, os maiores percentuais de emergência foram observados nos tratamentos T2, T3, T4, T5 e T7, enquanto aos 60 dias após a incubação (DAI) houve redução significativa em T2, T7 e T8. Aos 90 DAI, apenas o tratamento T3 manteve desempenho inferior aos demais, indicando que os efeitos dos materiais sobre o estabelecimento inicial das plântulas variaram em função do tempo de incubação.

O Índice de Velocidade de Emergência (IVE) foi calculado de acordo com a metodologia proposta por Maguire (1962), utilizando-se as contagens diárias de plântulas emergidas entre o quarto e o sétimo dia após a semeadura. Após análise, não foram observadas diferenças significativas no IVE entre os tratamentos em nenhum dos períodos de incubação avaliados ($p > 0,05$), indicando que a velocidade de emergência das plântulas foi semelhante durante os sete dias após a semeadura.

Embora diferenças significativas tenham sido observadas na porcentagem final de emergência entre alguns tratamentos e períodos de incubação, tais variações não foram acompanhadas por alterações no Índice de Velocidade de Emergência (IVE), que permaneceu estatisticamente semelhante entre os tratamentos ($p > 0,05$). Esse resultado sugere que os materiais influenciaram predominantemente o estabelecimento final das plântulas, sem modificar a dinâmica da emergência ao longo do período avaliado, aspecto que pode ser melhor visualizado por meio da curva de emergência acumulada (Figura 1).

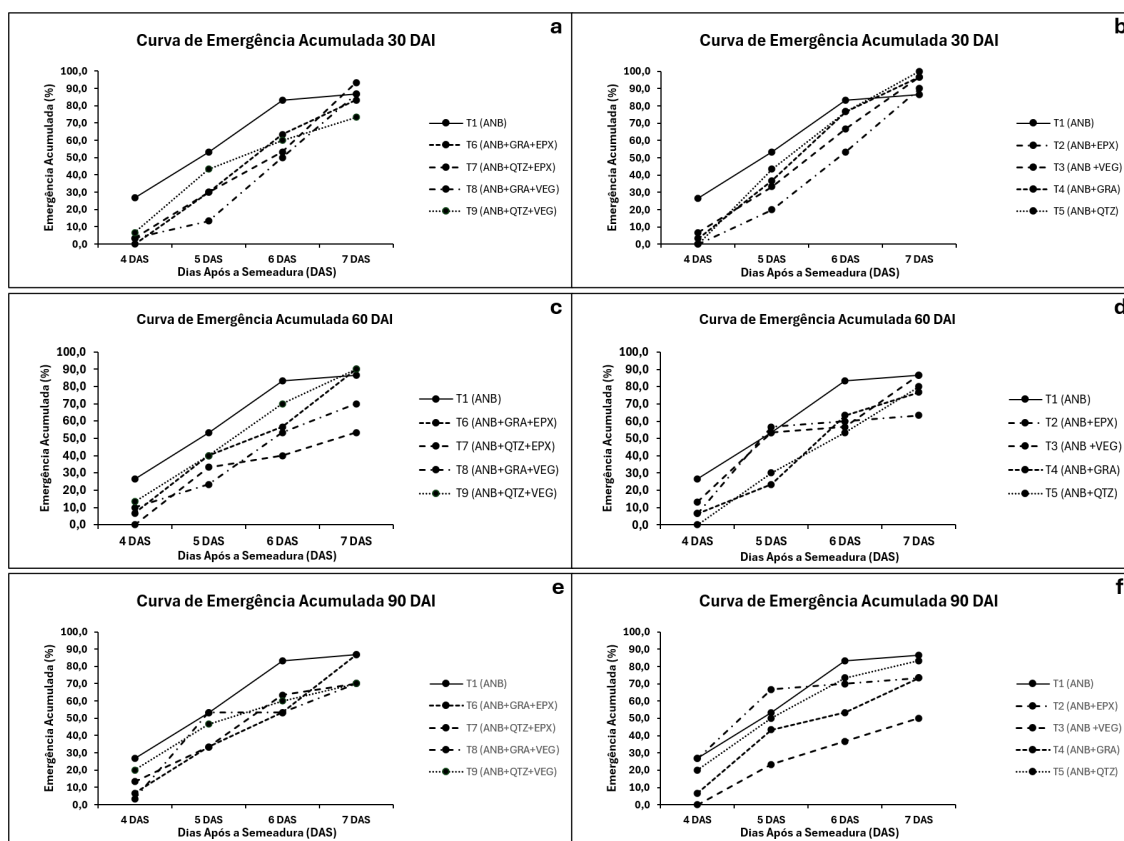


Figura 1. Dinâmica da emergência acumulada de plântulas de milho ao longo de sete dias após a semeadura, sob diferentes tratamentos e períodos de incubação dos materiais. Os painéis (a) e (b) representam os tratamentos incubados por 30 dias; (c) e (d), por 60 dias; e (e) e (f), por 90 dias. Os tratamentos foram divididos em dois grupos por período de incubação para melhorar a visualização das curvas. Quanto maior o IVE, mais rapidamente ocorreu a emergência das plântulas.

As curvas de emergência acumulada evidenciaram o comportamento temporal das plântulas sob os diferentes tratamentos e períodos de incubação, permitindo visualizar a evolução do estabelecimento inicial ao longo dos sete dias após a semeadura. Embora tenham sido observadas diferenças entre os tratamentos quanto ao percentual final de emergência, as curvas indicam que o processo ocorreu de forma semelhante ao longo do período avaliado, corroborando os resultados do Índice de Velocidade de Emergência (IVE), que não apresentou diferenças significativas entre os tratamentos. Dessa forma, os materiais avaliados exerceram maior influência sobre o percentual de plântulas estabelecidas ao final da avaliação do que sobre a dinâmica temporal da emergência.

Em contraste com a porcentagem de emergência, a altura média das plântulas não apresentou diferenças significativas entre os tratamentos em nenhum dos períodos de incubação avaliados ($p > 0,05$). Esse resultado indica que, embora alguns materiais tenham influenciado o estabelecimento inicial das plântulas, o crescimento da parte aérea das plântulas emergidas ocorreu de forma semelhante entre os tratamentos durante os sete dias de avaliação.

5. CONCLUSÕES

Os resultados demonstram que o potencial agrônomo dos materiais avaliados foi influenciado pelo período de incubação, refletindo-se principalmente na porcentagem final de emergência das plântulas de milho. De modo geral, os resíduos minerais naturais de granito e quartzo apresentaram comportamento mais consistente ao longo dos diferentes períodos de incubação, enquanto alguns tratamentos contendo resinas epóxi e poliuretana vegetal apresentaram

reduções na emergência em períodos específicos. Em contrapartida, o Índice de Velocidade de Emergência (IVE) e a altura das plântulas não diferiram entre os tratamentos, indicando que, nas condições experimentais adotadas, os materiais influenciaram predominantemente a capacidade de estabelecimento das plântulas, sem comprometer a velocidade de emergência nem o desenvolvimento inicial das plântulas estabelecidas. Dessa forma, os resultados reforçam o potencial de aproveitamento agronômico dos resíduos minerais naturais e fornecem subsídios inéditos para a avaliação do comportamento agronômico de resíduos de rochas artificiais contendo matrizes poliméricas, contribuindo para o desenvolvimento de estratégias sustentáveis de valorização desses materiais e indicando a necessidade de investigações complementares sobre a influência das resinas em seu desempenho agronômico.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica; aos pesquisadores do Laboratório de Materiais do Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/LABMAT), Lahís Menon e Bruno Mardegan, pelo apoio técnico; aos demais membros da equipe do Laboratório de Solos do CETEM (LABSOL), pela colaboração durante a execução do trabalho; e ao orientador, Guilherme Camara, pela orientação e acompanhamento da pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIROCHAS - Associação Brasileira da Indústria de Rochas Ornamentais. Exportações e Importações Brasileiras de Rochas Ornamentais: Informe 06/2026. Brasília: Abirochas, 2026.

BRASIL. Instrução Normativa número 5, de 10 de março de 2016: estabelece as regras sobre definições, classificação, especificações e garantias, tolerâncias, registro, embalagem, rotulagem e propaganda dos remineralizadores e substratos para plantas, destinados à agricultura. Brasília: Governo Federal; 2016.

CASTILHO, E. D. F.; Gadioli, M. C. B.; de Aguiar, M. C.; Agrizzi, C. P.; Vieira, C. M. F.; de Azevedo, A. R. G. Comparative analysis of the technological properties of natural and agglomerated stones in epoxy matrix. *Journal of Materials Research and Technology - JMR&T*, v. 31, p. 3149-3159, 2024.

GADIOLI, M. C. B.; Aguiar, M. C.; Giori, A. J. N.; Pazeto, A. A.; Fernandes, M. C. S. Rochas aglomeradas: uma alternativa tecnológica e ambiental para a utilização dos resíduos de rochas ornamentais. 1. ed. Rio de Janeiro: Centro de Tecnologia Mineral - CETEM, 2021. v. 1. 44 p.

GADIOLI, M. C.; Agrizzi, C. P.; de Aguiar, M. C.; Lima, R. M.; Pedruzzi, A. D.; Ribeiro, C. E. Evaluation of the contents of ornamentals stones wastes and vegetable polyurethane resin in the production of engineered stones. *Journal of Building Engineering*, v. 78, p. 107594, 2023.

MARINATO, M.; Camara, G. R. Estéreis de Rochas Ornamentais como Potencial Remineralizador do Solo – Protocolo Agronômico II. XXXII Jornada de Iniciação Científica e VIII Jornada de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação. Rio de Janeiro: Cetem, p.199-204, 2024.

R CORE TEAM. R: A language and environment for statistical computing. Vienna: R Foundation for Statistical Computing, 2025.

**DESENVOLVIMENTO DE PASTA ABRASIVA PARA POLIMENTO DE
GEMAS CORADAS COM Al_2O_3**
**DEVELOPMENT OF AN Al_2O_3 -BASED ABRASIVE PASTE FOR POLISHING
COLORED GEMSTONES**

Raquel Paschoal Brum

Aluno de Graduação da Engenharia de Minas 4º período
Instituto Federal do Espírito Santo
Período PIBITI/CETEM: fevereiro de 2026 a julho de 2026
raquelpaschoalbrum@gmail.com

Leonardo Luiz Lyrio da Silveira

Orientador, Geólogo, D.Sc.
leolysil@cetem.gov.br

Thiago Motta Bolonini

Coorientador, Geólogo, D.Sc.
thiago.bolonini@ufes.br

RESUMO

O polimento de gemas coradas é etapa essencial do beneficiamento mineral, pois determina o brilho, o acabamento e a qualidade óptica das superfícies. Este trabalho teve como objetivo desenvolver e avaliar pastas abrasivas à base de óxido de alumínio (Al_2O_3), combinadas a diferentes agentes aglutinantes, para aplicação no polimento de topázio. A amostra foi inicialmente caracterizada por peso específico, polariscopia, mesa de luz, fluorescência sob radiação ultravioleta e espectroscopia Raman, visando confirmar suas propriedades gemológicas. Posteriormente, foram preparadas formulações distintas de pastas abrasivas, variando a proporção entre fluido aglutinante e abrasivo. As pastas foram aplicadas às amostras, e a eficiência do processo foi avaliada pela rugosidade superficial antes e após o polimento, medida com rugosímetro TR200. Os resultados indicaram redução da rugosidade após o uso das formulações, demonstrando que a composição da pasta influencia diretamente o acabamento do topázio. A formulação F2P6, composta por glicerina e 90% de fluido para 10% de Al_2O_3 , apresentou o melhor desempenho, com variação de R_a de $0,27 \mu\text{m}$ e redução de 0,73%. Assim, as pastas desenvolvidas mostram potencial para otimizar o polimento de gemas coradas.

Palavras-chave: Topázio; óxido de alumínio; pasta abrasiva; polimento; rugosidade superficial.

ABSTRACT

The polishing of colored gemstones is an essential stage in mineral beneficiation, as it determines surface luster, finish, and optical quality. This study aimed to develop and evaluate aluminum oxide (Al_2O_3)-based abrasive pastes combined with different binding agents for application in topaz polishing. The sample was first characterized through specific gravity determination, polariscopy, light-table inspection, ultraviolet fluorescence analysis, and Raman spectroscopy, in order to confirm its gemological properties. Subsequently, distinct abrasive paste formulations were prepared by varying the proportion between binding fluid and abrasive material. The pastes were applied to the samples, and polishing efficiency was assessed by comparing surface roughness before and after treatment, using a TR200 roughness tester. The results showed a reduction in roughness after application of the formulations, demonstrating that paste composition directly affects the final surface quality of topaz. Among the evaluated formulations, F2P6, composed of glycerin and a 90% fluid to 10% Al_2O_3 ratio, exhibited the best performance, with an R_a variation of $0.27 \mu\text{m}$ and a roughness reduction of 0.73%. Therefore, the developed abrasive pastes present significant potential for optimizing the polishing of colored gemstones and improving surface finishing in gemological applications, especially when formulation parameters are carefully controlled and adjusted.

Keywords: Topaz; aluminum oxide; abrasive paste; polishing; surface roughness.

1. INTRODUÇÃO

O Brasil destaca-se mundialmente pela diversidade de gemas coradas, com papel relevante no mercado internacional. Contudo, o valor agregado desses materiais depende do beneficiamento, sobretudo da lapidação e do polimento, que conferem brilho, transparência e acabamento superficial às gemas (ANM, 2025).

No polimento, o resultado depende das propriedades da gema, do abrasivo e dos parâmetros operacionais. Essas interações, estudadas pela Tribologia, envolvem atrito, desgaste e lubrificação, sendo afetadas por dureza, orientação cristalográfica, granulometria, tempo de contato e rotação do disco (SILVEIRA; BOLONINI, 2016).

Entre os abrasivos da lapidação, destaca-se o óxido de alumínio (Al_2O_3), por sua dureza, estabilidade química e menor custo em relação às pastas diamantadas. Porém, a falta de especificações comerciais sobre composição e pureza dificulta a padronização do polimento e pode favorecer riscos superficiais. Também é relevante o preparo da pasta abrasiva. Na prática, muitos lapidários misturam Al_2O_3 e água empiricamente, sem proporções definidas, o que favorece perdas do abrasivo pela força centrífuga do disco. Assim, outros aglutinantes podem melhorar a aderência da pasta e o desempenho do polimento.

Nesse contexto, este trabalho testa proporções de fluido aglutinante e Al_2O_3 para obter uma pasta abrasiva adequada ao polimento de cristais de topázio.

2. OBJETIVOS

Testar diferentes proporções de fluido aglutinante e óxido de alumínio (Al_2O_3) para a produção de uma pasta abrasiva ideal voltada ao polimento de cristais de topázio.

3. METODOLOGIA

O pó de óxido de alumínio (Al_2O_3), usado como abrasivo, foi caracterizado por Difração de Raios X (DRX) para identificar fases cristalinas, verificar pureza e confirmar sua adequação estrutural às formulações. Utilizaram-se corpos de prova cilíndricos de topázio gemológico, com 5 mm de diâmetro, previamente desbastados com abrasivo 600 grit para iniciar o polimento sob mesmas condições superficiais.

Antes do polimento, a rugosidade média (R_a) de cada corpo de prova foi medida com rugosímetro portátil TR200, estabelecendo a linha de base. As pastas foram formuladas com óxido de alumínio e fluido aglutinante, variando os componentes de 10 em 10%, de 10% de óxido e 90% de fluido até 90% de óxido e 10% de fluido. Foram testados óleo mineral (F1), glicerina (F2), vaselina sólida (F3) e vaselina líquida (F4).

Os corpos de prova de topázio de 5 mm foram polidos sob parâmetros operacionais controlados, aplicando-se cada formulação percentual ao disco de lapidação. As etapas de desgaste ocorreram em facetadora Lapidart, com rotação fixa, até expor toda a área da amostra ao abrasivo e permitir o polimento completo. As amostras foram identificadas por códigos alfanuméricos, como F1P1, em que “F1” indica óleo mineral e “P1” corresponde a 90% de óxido de alumínio e 10% de fluido.

Após cada polimento, a rugosidade média (R_a) foi novamente medida com o TR200 para quantificar a eficiência das pastas pela redução percentual de R_a em relação à condição pós-600 grit. Também se avaliou a espalhabilidade das proporções sobre disco de latão, usado em gemas de alta dureza. Para isso, aplicaram-se cinco pontos de pasta e realizou-se espalhamento manual; formulações sem espalhamento adequado foram descartadas. Os dados foram tratados pela variação da rugosidade média R_a em μm e pela taxa de redução da rugosidade em %.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização do material abrasivo por difração de raios X identificou a predominância da amostra OAL-RQ como α -Al₂O₃, estrutura coríndon, pertencente ao sistema trigonal e ao grupo espacial R $\bar{3}c$. A referência adotada foi o padrão PDF 00-046-1212, associado ao banco Powder Diffraction File do ICDD (ICDD, 2026) e compatível com dados cristalográficos disponíveis no Crystallography Open Database (CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE, 2026), bem como com estudos comparativos de padrões de α -Al₂O₃ apresentados por Ida (2023). A eficiência do polimento foi avaliada pela determinação da rugosidade superficial dos corpos de prova de topázio utilizando o rugosímetro TR200, com medições realizadas antes e após a aplicação das pastas. A tabela 01 mostra os resultados obtidos para as proporções e fluidos testados. A comparação dos valores permitiu avaliar quantitativamente a alteração do acabamento superficial promovida pelas diferentes formulações (Gráficos das figuras 01 e 02).

De maneira geral, a redução dos valores de rugosidade após o polimento indica a eficiência das pastas na remoção das irregularidades superficiais do topázio. As diferenças observadas entre as formulações podem estar relacionadas à proporção entre Al₂O₃ e o fluido aglutinante, uma vez que a quantidade de abrasivo disponível e as características de espalhabilidade e aderência da pasta podem interferir diretamente na interação entre o abrasivo, o disco e a superfície da gema. A análise conjunta da rugosidade e do comportamento das pastas permite identificar as condições mais favoráveis ao acabamento superficial do topázio.

A proporção que provocou a maior variação da rugosidade média (0,27 μ m) foi a P6 (com 40% de óxido de alumínio) conjugada ao uso do fluido F2 (Glicerina). Como são variáveis interdependentes e diretamente proporcionais, a taxa de redução de rugosidade também foi a mais elevada nesse caso (0,73%), ou seja, foi a melhor configuração de proporção versus fluido.

Tabela 1: Resultados de rugosidade, sua variação e taxa de redução da rugosidade para as proporções testadas.

Nº	Código	Ra após lixa #600 (μ m)	Ra após polimento (μ m)	Δ Ra (μ m)	Redução (%)	Observações
1	F1P1	0,303	-	-	-	NFPE
2	F1P2	0,376	-	-	-	NFPE
3	F1P3	0,378	-	-	-	NFPE
4	F1P4	0,344	-	-	-	NFPE
5	F1P5	0,389	0,146	0,243	0,624678663	-
6	F1P6	0,341	0,143	0,198	0,580645161	-
7	F1P7	0,355	0,163	0,192	0,54084507	-
8	F1P8	0,329	0,241	0,088	0,267477204	-
9	F1P9	0,373	0,267	0,106	0,284182306	-
10	F2P1	0,368	-	-	-	NFPE
11	F2P2	0,368	-	-	-	NFPE
12	F2P3	0,359	-	-	-	NFPE
13	F2P4	0,332	0,311	0,021	0,063253012	-
14	F2P5	0,373	0,184	0,189	0,506702413	-
15	F2P6	0,368	0,098	0,27	0,733695652	-
16	F2P7	0,312	0,239	0,073	0,233974359	-
17	F2P8	0,343	0,244	0,099	0,288629738	-
18	F2P9	0,331	0,304	0,027	0,081570997	-
19	F3P1	0,359	-	-	-	NFPE
20	F3P2	0,365	-	-	-	NFPE

Tabela 1: Resultados de rugosidade, sua variação e taxa de redução da rugosidade para as proporções testadas. (Continuação).

Nº	Código	Ra após lixa #600 (µm)	Ra após polimento (µm)	ΔRa (µm)	Redução (%)	Observações
21	F3P3	0,325	-	-	-	NFPE
22	F3P4	0,324	0,278	0,046	0,141975309	-
23	F3P5	0,368	0,266	0,102	0,277173913	-
24	F3P6	0,378	0,318	0,06	0,158730159	-
25	F3P7	0,34	0,266	0,074	0,217647059	-
26	F3P8	0,358	0,277	0,081	0,226256983	-
27	F3P9	0,342	0,225	0,117	0,342105263	-
28	F4P1	0,328	-	-	-	NFPE
29	F4P2	0,307	-	-	-	NFPE
30	F4P3	0,392	-	-	-	NFPE
31	F4P4	0,338	0,164	0,174	0,514792899	-
32	F4P5	0,302	0,157	0,145	0,48013245	-
33	F4P6	0,326	0,099	0,227	0,696319018	-
34	F4P7	0,371	0,174	0,197	0,530997305	-
35	F4P8	0,301	0,141	0,16	0,531561462	-
36	F4P9	0,397	0,241	0,156	0,392947103	-



Figura 1: Gráfico rugosidade média versus fluidos e proporções.



Figura 2: Gráfico de percentual de redução da rugosidade média versus fluidos e proporções.

5. CONCLUSÕES

Os resultados confirmaram que o tipo de fluido aglutinante e a proporção entre fluido e óxido de alumínio influenciaram o desempenho das pastas abrasivas no polimento do topázio. As formulações sem espalhabilidade adequada foram descartadas, indicando que a boa distribuição da pasta sobre o disco de latão é essencial para a eficiência do processo.

A caracterização por Difração de Raios X (DRX) confirmou a predominância da fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, com estrutura coríndon, validando o material como abrasivo e sua adequação às formulações. A avaliação com o rugosímetro TR200 mostrou redução da rugosidade nas formulações aplicáveis, comprovando a eficácia das pastas. A formulação F2P6, com glicerina na proporção P6, apresentou o melhor desempenho, com variação de rugosidade média de 0,27 μm e redução de 0,73, equivalente a 73,37%, destacando-se como a condição mais promissora para o polimento de gemas coradas.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pela concessão da bolsa de iniciação científica. Agradecem também ao IFES pelo suporte institucional e estrutural durante o desenvolvimento deste trabalho.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANM - Agência Nacional de Mineração. Relatório Anual do Setor Mineral. Brasília, 2025.

CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE. Crystallography Open Database. Disponível em: <https://qiserver.ugr.es/cod/>. Acesso em: 30 jul. 2026.

ICDD – INTERNATIONAL CENTRE FOR DIFFRACTION DATA. Powder Diffraction File™ Search. Disponível em: <https://www.icdd.com/pdfsearch/>. Acesso em: 30 jul. 2026.

IDA, Takashi. Powder diffraction intensities of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ calculated by traditional & DFT calculations. Melbourne: IUCr Congress, 2023. Disponível em: <http://www.crl.nitech.ac.jp/~ida/topics/2023/20230827IUCr.pdf>. Acesso em: 30 jul. 2026.

SILVEIRA, L. L. L.; BOLONINI, T. M. Fundamentos de Tribologia e Lapidação de Gemas. Vitória: Editora Acadêmica, 2016.

INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE DOSAGEM NO DESEMPENHO DE CONCRETO GEOPOLIMÉRICO À BASE DE METACAILIM E RESÍDUO DE GABRO

INFLUENCE OF DOSAGE PARAMETERS ON THE PERFORMANCE OF GEOPOLYMER CONCRETE BASED ON METAKAOLIN AND GABBRO WASTE

Ryan de Jesus Ferreira

Aluno de Graduação da Engenharia de Minas 9º período

Instituto Federal do Espírito Santo - IFES

Bolsista de Iniciação Científica FAPES

Período: setembro de 2025 a agosto de 2026

ryan-ferreira@outlook.com.br

Mariane Costalonga de Aguiar

Orientador, Química, D.Sc.

maguiar@cetem.gov.br

Kayrone Marvila de Almeida

Coorientador, Engenheiro de Minas, M.Sc.

kmalmeida@cetem.gov.br

RESUMO

A crescente busca por materiais cimentícios mais sustentáveis tem impulsionado o desenvolvimento de geopolímeros como alternativa ao cimento Portland, devido ao seu menor impacto ambiental e potencial de aplicação na construção civil. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi otimizar o traço de um concreto geopolimérico produzido com metacaulim e resíduo de gabro, avaliando a influência dos parâmetros de dosagem no desempenho mecânico e na estabilidade química do material. Inicialmente, o metacaulim foi caracterizado por fluorescência de raios X (FRX), enquanto o concreto geopolimérico foi produzido utilizando metacaulim como precursor, resíduo de gabro como agregado e solução ativadora composta por hidróxido de sódio e silicato de sódio. Após moldagem e cura térmica, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de resistência à compressão depois de 28 dias. Os resultados evidenciaram resistência mecânica, com valor médio de 1,09 MPa, atribuída principalmente ao excesso de líquido na mistura, ao desequilíbrio das relações molares e à ocorrência de eflorescência, fatores que comprometeram a formação da matriz geopolimérica. A partir da análise desses resultados, foi proposta uma nova dosagem com ajustes nas relações líquido/sólido, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e Na/Al , visando reduzir a porosidade, minimizar a eflorescência e melhorar o desempenho do material. Os novos corpos de prova encontram-se em fase de validação experimental para verificar a eficiência da dosagem otimizada.

Palavras-chave: Geopolímero, ativação alcalina, sustentabilidade e otimização de traço.

ABSTRACT

The growing search for more sustainable cementitious materials has driven the development of geopolymers as an alternative to Portland cement, due to their lower environmental impact and potential application in civil construction. In this context, the objective of this work was to optimize the mix design of a geopolymer concrete produced with metakaolin and gabbro residue, evaluating the influence of dosage parameters on the mechanical performance and chemical stability of the material. Initially, metakaolin was characterized by X-ray fluorescence (XRF), while the geopolymer concrete was produced using metakaolin as a precursor, gabbro residue as aggregate, and an activating solution composed of sodium hydroxide and sodium silicate. After molding and thermal curing, the specimens were subjected to a compressive

strength test after 28 days. The results showed mechanical strength, with an average value of 1.09 MPa, mainly attributed to excess liquid in the mixture, imbalance of molar ratios, and the occurrence of efflorescence, factors that compromised the formation of the geopolymer matrix. Based on the analysis of these results, a new dosage was proposed with adjustments to the liquid/solid, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, and Na/Al ratios, aiming to reduce porosity, minimize efflorescence, and improve material performance. The new test specimens are currently undergoing experimental validation to verify the efficiency of the optimized dosage.

Keywords: Geopolymer, alkali activation, sustainability, and mix design optimization.

1. INTRODUÇÃO

A exploração mineral impulsiona o desenvolvimento econômico-industrial e tecnológico, mas também gera impactos ambientais, como supressão da flora, afugentamento da fauna, alteração do relevo e produção de resíduos. Segundo o Roadmap Tecnológico do Cimento (2019), o cimento, “o material feito pelo homem mais utilizado no planeta”, responde por cerca de 7% das emissões globais de CO_2 . No Brasil, sua produção cresceu 277% entre 1990 e 2014, de 26 para 72 milhões de toneladas, com demanda projetada para aumentar de 60% a 120% até 2050. Esse cenário amplia a pressão sobre matérias-primas como o calcário, cuja calcinação responde por 60–70% das emissões do setor; os 30-40% restantes decorrem da queima de combustíveis, ainda dominada no país pelo coque de petróleo.

Nesse contexto, materiais álcali-ativados, ou geopolímeros, surgem como alternativa promissora. Davidovits (2011) os define como polímeros inorgânicos formados pela reação entre precursores ricos em sílica e alumina e soluções alcalinas, originando uma rede tridimensional de aluminossilicatos. Essa estrutura pode conferir resistência mecânica, durabilidade e estabilidade térmica, além de reduzir emissões de CO_2 em relação ao cimento Portland, desde que a formulação considere as razões entre sílica e alumina, a solubilidade dos precursores e a ativação alcalina.

O metacaulim (MK) é amplamente utilizado como precursor geopolimérico por sua simplicidade química e alta reatividade. Contudo, por ser obtido pela calcinação da caulinita entre 650°C e 850°C, demanda energia e maior quantidade de ativador líquido, especialmente silicato de sódio, componente de elevada pegada ambiental em misturas geopoliméricas. Ainda assim, o metacaulim é mais sustentável que o cimento Portland, cuja produção de clínquer requer 1450°C a 1550°C e emite quase uma tonelada de CO_2 por tonelada de cimento, sobretudo pela descarbonatação do calcário. Em contraste, a calcinação do MK ocorre em temperaturas menores e libera principalmente vapor d’água. Dados de Avaliação de Ciclo de Vida indicam que seu potencial de aquecimento global ($9,24 \times 10^{-2}$ kg CO_2 eq/kg) é cerca de nove vezes inferior ao do cimento Portland comum ($8,44 \times 10^{-1}$ kg CO_2 eq/kg).

2. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi otimizar o traço de um concreto geopolimérico produzido com metacaulim e resíduo de gabo, avaliando a influência dos parâmetros de dosagem no desempenho mecânico e na estabilidade química do material.

3. METODOLOGIA

O precursor utilizado neste estudo foi o Metacaulim (MK), um aluminossilicato amorfo obtido pela calcinação controlada da caulinita em temperaturas entre 650 °C e 850 °C. Submetido a análise de fluorescência de raios-X (FRX). Como agregado inerte, utilizou-se um resíduo particulado de gabo, processado até atingir uma granulometria de 0,106 mm, atuando como micro-agregado ou *filler* para o empacotamento da matriz.

A proporção estabelecida entre o precursor (MK) e o agregado (Gabro) foi de 1:3 em massa (25% MK e 75% Gabro). Esta escolha fundamenta-se nos estudos de Steinerova (2011), que indicam que teores de agregados entre 75% e 78% na massa sólida total são ideais para a criação de um esqueleto mineral robusto em matrizes de metacaulim.

Para a ativação da matriz (Tabela 1), foram estabelecidos os seguintes parâmetros molares e de massa. Conforme dados de Handbook de Pacheco-Torgal et al. (2015):

Tabela 1: Parâmetros de ativação alcalina.

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (Molar)	$\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{NaOH}$ (Massa)	[NaOH]	Na/Al (Molar)	Líquido/Sólido (Massa)
3,4 - 3,8	1,5 - 2,5	8 mol/L	1	0,5 - 0,6

A produção do geopolímero consistiu na ativação alcalina de 200 g de metacaulim (precursor) misturados a 600 g de resíduo de gabro (filler), estabelecendo um traço de 1:3 com 75% de agregados, proporção fundamentada nos estudos de Steinerova (2011) para garantir a estabilidade física da matriz. A solução ativadora foi composta por 100 g de hidróxido de sódio (NaOH) na concentração de 8 mol/L e 160 g de silicato de sódio (Na_2SiO_3) dissolvidos em 312,5 ml de água, resultando em uma relação líquido/sólido de 0,71. Após a homogeneização, a mistura foi vertida em moldes cilíndricos e submetida à cura térmica a 60 °C em recipientes selados para acelerar a reação de policondensação e a formação do gel N-A-S-H.

A solução alcalina foi preparada com 24 hrs de antecedência. Este procedimento é crítico porque a dissolução do sólido em água é uma reação fortemente exotérmica. O silicato de sódio sólido foi adicionado à solução de NaOH ainda quente para facilitar sua dissolução. O tempo de repouso permite que o sistema retorne à temperatura ambiente e que as espécies de silicato atinjam o equilíbrio químico necessário; o uso de soluções ativadoras quentes poderia causar o endurecimento instantâneo (*flash set*), inviabilizando a moldagem e prejudicando a resistência final. Os corpos de prova foram moldados em moldes cilíndricos de 5 cm de diâmetro e 10 cm de altura, em dimensões equivalentes às previstas na NBR 7215 (ABNT, 2019), empregada como referência para o ensaio de compressão. Após o adensamento mecânico para a remoção de bolhas de ar, as amostras foram submetidas a uma cura térmica inicial a 60 °C por 24 hrs, temperatura ótima para acelerar a policondensação do metacaulim.

A etapa mais crítica da metodologia consistiu na selagem total dos moldes com plástico filme, mantida desde o momento da moldagem até o final do período de maturação de 28 dias em temperatura ambiente. Este selamento ocorreu por dois motivos técnicos: (Retenção de Umidade: A perda rápida de umidade causa retração excessiva, microfissuras e perda de integridade. Prevenção da Eflorescência: A exposição direta ao ar favorece a reação entre álcalis não consumidos e o atmosférico, formando o carbonato de sódio (Na_2CO_3), visualizado como um pó branco na superfície.)

Ao final dos 28 dias de cura, as amostras foram desmoldadas e submetidas ao ensaio de resistência à compressão simples, utilizando-se prensa hidráulica automática. Este ensaio serve como a métrica básica para validar a eficácia do traço proposto e avaliar o desempenho do sistema frente ao concreto cimentício convencional.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Composição Química

A composição química do metacaulim (MK), determinada por fluorescência de raios-X (FRX), é apresentada na Tabela 2. Os resultados confirmam que o material é um aluminossilicato de alta pureza, composto majoritariamente por sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3), que juntos somam 92,4% da massa total do material.

Tabela 2: Composição química do metacaulim (% em massa).

Analitos (%)	Al ₂ O ₃	CaO	Cl	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂	P ₂ O ₅	PbO	SO ₃	SiO ₂
Concentração	34	0,1	nd	1,8	1,5	0,16	nd	0,11	0,12	nd	58,4

De acordo com Pacheco-Torgal et al. (2015), o metacaulim típico apresenta teores de entre 40-70% de SiO₂ e entre 20-35% de Al₂O₃. Os valores obtidos de 58,4% para a sílica e 34,0% para a alumina situam o precursor no limite superior de reatividade, o que é fundamental para a dissolução e posterior policondensação das espécies minerais durante a ativação alcalina.

Um ponto de extrema importância para a síntese do geopolímero é o teor de óxido de cálcio (CaO), que foi de apenas 0,1%. As fontes classificam materiais com CaO < 10% como sistemas de baixo cálcio, onde o principal produto de reação é o gel N-A-S-H (aluminossilicato de sódio hidratado), uma estrutura polimérica inorgânica tridimensional. A quase ausência de cálcio (0,1%) garante que a matriz desenvolvida seja puramente geopolimérica, sem a interferência significativa de fases de silicato de cálcio hidratado (C-S-H).

A Tabela 3 apresenta a composição química do resíduo de gabro.

Tabela 3: Composição química do Gabro (% em massa).

Analitos (%)	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	TiO ₂	P ₂ O ₅	K ₂ O	SO ₃	MnO	PPC	Outros
Concentração	41,3	17,3	15	8,98	6,53	5,36	3,05	0,84	0,62	0,26	0,25	0,518

O resíduo de gabro foi incorporado à mistura como micro-agregado (filler), apresentando teores de 41,3% de SiO₂ e 15,0% de Al₂O₃. Embora sua relação molar SiO₂/Al₂O₃ (~2,75) esteja compreendida no intervalo de 2 a 4, identificado por pesquisadores como Duxson *et al.* (2005) e Garcia-Lodeiro *et al.* (2014) como a faixa de excelência para o desenvolvimento de ligantes de alta resistência, o material apresenta baixa reatividade e não participa da matriz geopolimérica como precursor. Conforme detalhado por Garcia-Lodeiro, Palomo e Fernández-Jiménez (2015) no Handbook de Pacheco-Torgal et al. (2015) a reatividade em sistemas ativados por álcalis depende fundamentalmente da natureza amorfa ou vítrea do aluminossilicato, sendo que fases cristalinas permanecem praticamente inalteradas pelo ativador.

Dessa forma, fundamentado nos protocolos de Steinerova (2011), o gabro cumpre uma função estritamente física de esqueleto mineral, promovendo o empacotamento denso da matriz, a redução da porosidade total e o suporte estrutural necessário para o gel N-A-S-H formado pelo metacaulim.

4.2. Ensaios de Compressão

Os resultados dos ensaios de resistência à compressão simples, realizados aos 28 dias em corpos de prova cilíndricos (5 cm x 10 cm), são apresentados na Tabela 4. Para a conversão da carga (kN) em tensão (MPa), considerou-se a área da seção transversal de aproximadamente 1.963,5 mm².

Tabela 4: Resultados do ensaio de compressão simples.

Amostras	CP01	CP02	CP03	CP04	CP05	CP06	CP07	Média
Carga (KN)	1,50	1,70	1,40	1,50	4,50	2,50	1,90	2,14
Tensão (MPa)	0,76	0,87	0,71	0,76	2,29	1,27	0,97	1,09

Os valores obtidos, variando entre 0,71 MPa e 2,29 MPa, revelaram um desempenho mecânico significativamente inferior ao esperado para sistemas geopoliméricos à base de metacaulim (MK). Segundo Steinerova (2011), argamassas de MK com teores de agregados entre 75% e 78% podem atingir resistências de até 70 MPa. A resistência média alcançada neste experimento (~1,09 MPa) representa apenas cerca de 1,5% do potencial do precursor, indicando que o

material não atingiu a consolidação estrutural necessária para fins de engenharia civil. A baixa resistência pode ser atribuída ao descumprimento de três parâmetros fundamentais definidos na literatura.

Relação Líquido/Sólido (L/S) Excessiva: O traço experimental apresentou uma relação L/S real de 0,71, superando o alvo de 0,51 recomendado para garantir a consistência pastosa e o empacotamento denso da matriz. Zhang et al. (2010) indica que a porosidade total aumenta proporcionalmente à relação L/S. O excesso de água livre, ao evaporar, gerou uma rede de macroporos e vazios que fragilizou a matriz, pois a minimização da porosidade é requisito essencial para a força e tenacidade do gel.

Desequilíbrio na Relação Molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$: A relação obtida foi de 3,84, quase quatro vezes superior ao valor ideal de $\sim 1,0$. Em sistemas de ativação alcalina, o sódio deve estar em proporção estequiométrica com o alumínio para neutralizar as cargas negativas da rede tetraédrica. O excesso severo de sódio permaneceu livre nos poros, reagindo com o CO_2 atmosférico para formar carbonato de sódio (Na_2CO_3), o que resulta em eflorescência severa (pó branco) e impede a formação de uma estrutura polimérica estável e contínua. Conforme Rowles e O'Connor (2003) e Duxson et al. (2007).

A Figura 1 apresenta os corpos de prova de geopolímeros produzidos.



Figura 1: Comparação do geopolímero (com selamento X sem selamento após 28 dias).

Excesso de Sílica Solúvel (SiO_2): A relação molar final de 4,87 excedeu a faixa de alto desempenho (3,0 a 3,8). Descrito por Silva e Sagoe-Crentsil (2008). Embora a sílica adicional favoreça a resistência em sistemas equilibrados, o excesso solúvel proveniente do ativador pode ter tornado o sistema excessivamente vítreo, retardando a transição do "Gel 1" (metaestável) para o "Gel 2" (resistente), resultando em uma massa mal consolidada.

5. CONCLUSÕES

O presente trabalho avaliou a influência dos parâmetros de dosagem no desempenho de um concreto geopolimérico produzido com metacaulim como precursor e resíduo de gabo como agregado mineral. A formulação estudada apresentou resistência média à compressão de 1,09 MPa, evidenciando que, nas condições experimentais empregadas, não foi possível obter um material com desempenho mecânico compatível com o esperado para geopolímeros à base de metacaulim.

A análise dos resultados, em conjunto com a literatura especializada, permitiu verificar que o baixo desempenho mecânico pode estar relacionado principalmente à elevada relação líquido/sólido, ao desequilíbrio da relação molar Na/Al e ao excesso de sílica solúvel proveniente da solução ativadora. Esses fatores podem ter comprometido o grau de consolidação da matriz geopolimérica, favorecido a ocorrência de eflorescência e contribuído para a elevada porosidade do material, refletindo diretamente na baixa resistência obtida.

Apesar de a formulação inicial não apresentar o desempenho esperado, o estudo permitiu identificar os parâmetros críticos responsáveis pelo comportamento do sistema, fornecendo informações relevantes para a otimização do traço. Com base nessa avaliação, foi proposta uma

nova formulação com adequação das relações líquido/sólido, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ e Na/Al , visando favorecer a formação de uma matriz geopolimérica mais consolidada e, conseqüentemente, melhorar as propriedades mecânicas do material.

Dessa forma, o trabalho contribui para o avanço do conhecimento sobre a influência dos parâmetros de dosagem na produção de geopolímeros à base de metacaulim e resíduo de gabo, fornecendo subsídios para o desenvolvimento de formulações mais eficientes e para o aproveitamento sustentável de resíduos minerais em materiais cimentícios alternativos.

6. AGRADECIMENTOS

Agradeço a FAPES (Edital: Nº 14/2025 - PIBICES 2025) pela concessão da bolsa. Expresso minha gratidão aos meus orientadores Mariane Costalonga de Aguiar e Kayrone Marvila de Almeida, pelo valioso apoio e direcionamentos. Estendo também a bolsista Janaina Davel e mestrandos Bruno Mardegan e Lahís Menon.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7215:2019 — Cimento Portland — Determinação da resistência à compressão de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro: ABNT, 2019.

DAVIDOVITS, J. Geopolymer Chemistry and Applications. 3. ed. Saint-Quentin: Institut Géopolymère, 2011.

DE SILVA, P.; SAGOE-CRENTSIL, K. The effect of Al_2O_3 and SiO_2 on setting and hardening of $\text{Na}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{H}_2\text{O}$ geopolymer systems. Journal of the Australian Ceramic Society, v. 41, n. 1, p. 39-46, 2008.

DUXSON, P.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A.; PROVIS, J. L.; LUKEY, G. C.; PALOMO, A.; VAN DEVENTER, J. S. J. Geopolymer technology: the current state of the art. Journal of Materials Science, v. 42, n. 9, p. 2917-2933, 2007.

GARCIA-LODEIRO, I.; PALOMO, A.; FERNÁNDEZ-JIMÉNEZ, A. An overview of the chemistry of alkali-activated cement-based binders. In: PACHECO-TORGAL, F.; LABRINCHA, J. A.; LEONELLI, C.; PALOMO, A.; CHINDAPRASIRT, P. (ed.). Handbook of Alkali-activated Cements, Mortars and Concretes. Amsterdam: Elsevier, 2015. p. 19-47.

ROWLES, M.; O'CONNOR, B. Chemical optimisation of the compressive strength of aluminosilicate geopolymers synthesised by sodium silicate activation of metakaolinite. Journal of Materials Chemistry, v. 13, n. 5, p. 1161-1165, 2003.

SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DO CIMENTO. Roadmap tecnológico do cimento: potencial de redução das emissões de carbono da indústria do cimento brasileira até 2050. Coordenação de Gonzalo Visado e Marcelo Pecchio. Rio de Janeiro: SNIC, 2019. 64 p.

STEINEROVA, M. Mechanical properties of geopolymer mortars in relation to their porous structure. Ceramics – Silikáty, Praga, v. 55, n. 4, p. 362-372, 2011.

ZHANG, Y.; SUN, W.; LI, Z. Composition design and microstructural characterization of calcined kaolin-based geopolymer cement. Applied Clay Science, v. 47, n. 3-4, p. 271-275, 2010.

DIGITALIZAÇÃO TRIDIMENSIONAL DE PEÇAS HISTÓRICAS EM CALCÁRIO LIOZ POR FOTOGRAMETRIA E ESCANEAMENTO 3D

DIGITALIZATION OF LIOZ LIMESTONE HISTORIC PIECES BY FOTOGRAMMETRY AND 3D SCANNING

Thaís Rangel de Souza

Aluna de Graduação em Artes Visuais Escultura 10º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Período PIBIC: setembro de 2025 a agosto de 2026
thaisrangel@ufrj.br

Nuria Fernández Castro

Orientadora, Engenheira de Minas, D.Sc.
ncastro@cetem.gov.br

Roberto Carlos da Conceição Ribeiro

Coorientador, Engenheiro Químico, D.Sc.
rcarlos@cetem.gov.br

RESUMO

A pesquisa teve como objetivo principal criar um gêmeo digital dos capitéis em Calcário Lioz do século XVIII, originários da Igreja dos Jesuítas no Morro do Castelo e atualmente sob a guarda do Museu da Geodiversidade da UFRJ, utilizando a fotogrametria e escaneamento 3D com scanner de luz estruturada (Artec Spider) como ferramentas de documentação tridimensional para subsidiar o monitoramento da deterioração e a conservação desses elementos pétreos. A metodologia envolveu estudo bibliográfico e o desenvolvimento de modelos dos capitéis do conjunto mediante levantamento fotográfico sistemático e escaneamento tridimensional, processamento das imagens e das nuvens de pontos em software especializado, e refinamento dos modelos para remoção de elementos não pertencentes às peças, ajuste dimensional e simulação de iluminação. A abordagem híbrida integra a riqueza textural da fotogrametria à precisão geométrica do escaneamento a laser, permitindo a documentação completa de superfícies de geometria complexa e regiões de oclusão. Os modelos gerados servem de base para a digitalização do acervo, viabilizando, futuramente, o monitoramento temporal do estado de conservação, a reconstrução virtual das áreas com perdas, e a criação de experiências em realidade aumentada e virtual, democratizando o acesso da sociedade a este patrimônio.

Palavras chave: Digitalização 3D; fotogrametria; escaneamento a laser.

ABSTRACT

The research aimed to create a digital twin of the 18th-century Lioz Limestone capitals, originally from the Jesuit Church on Morro do Castelo and currently under the care of the Geodiversity Museum at UFRJ, using photogrammetry and 3D scanning with a structured-light scanner (Artec Spider) as three-dimensional documentation tools to support deterioration monitoring and conservation of these stone elements. The methodology involved a bibliographic study and the development of models of the capitals through systematic photographic surveying and three-dimensional scanning, processing of images and point clouds in specialized software, and refinement of the models to remove elements not belonging to the pieces, dimensional adjustment, and lighting simulation. The hybrid approach integrates the textural richness of photogrammetry with the geometric precision of laser scanning, enabling complete documentation of complex geometry surfaces and occlusion regions. The generated models serve as a basis for digitizing the collection, enabling, in the future, temporal monitoring of the conservation state, virtual reconstruction of areas with material loss, and the creation of augmented and virtual reality experiences, democratizing society's access to this heritage.

Keywords: 3D digitization; photogrammetry; laser scanning.

1. INTRODUÇÃO

A digitalização tridimensional (3D) tem se consolidado como uma ferramenta para a documentação e conservação de bens culturais. A reprodução digital fiel da geometria de objetos, edificações e sítios históricos, emerge como estratégia indispensável para a preservação da memória cultural, viabilizando registros permanentes que subsidiam pesquisas e ações de restauro (Bentes et al., 2021). A documentação digital para conservação preventiva enfatiza que a criação de bases de dados tridimensionais detalhadas, obtidas por meio de varredura laser e fotogrametria, constitui a base para práticas de manutenção planejada. Esta abordagem assegura a detecção precoce de vulnerabilidades, minimiza intervenções invasivas e promove a longevidade dos bens culturais (Martino et al., 2025). Entre as técnicas disponíveis, a fotogrametria destaca-se por conciliar eficácia, versatilidade e acessibilidade com baixo custo operacional (Ataiwe et al., 2021), enquanto scanners 3D oferecem maior precisão geométrica em superfícies com relevos detalhados (Minaroviech, 2017), de modo que a integração entre ambas vem sendo considerada como abordagem híbrida promissora (Martino et al., 2025).

O Museu da Geodiversidade da UFRJ, salvaguarda uma coleção de peças pétreas remanescentes da demolição da Nova Igreja dos Jesuítas do Morro do Castelo, o primeiro núcleo urbano do Rio de Janeiro. A construção da igreja teve início em 1744, mas foi interrompida quando a ordem foi expulsa do Brasil, em 1759, permanecendo inacabada até o arrasamento do morro, em 1922 (Silva, 2013). A coleção é composta de oito capiteis e três peças de cornijas ou bases em Calcário Lioz, Pedra do Patrimônio mundial pela União Internacional das Ciências Geológicas — IUGS (Ehling et al., 2024) e se encontra exposta no pátio do museu. O estado de deterioração das peças está sendo avaliado pelo Laboratório de Conservação e Alterabilidade de Materiais e Construção — LACON/CETEM (Brandão et al., 2025) por meio de análises não destrutivas. A digitalização desses elementos artísticos viabilizará o registro fiel dos resultados obtidos contribuindo para a conservação preventiva e a manutenção da historicidade e valor cultural da obra jesuítica.

2. OBJETIVOS

Digitalizar as peças em Calcário Lioz da coleção sob guarda do Museu da Geodiversidade — UFRJ, por fotogrametria e escaneamento 3D, para subsidiar o monitoramento da deterioração e a conservação desses elementos pétreos.

3. METODOLOGIA

Seguindo o modelo desenvolvido em uma etapa anterior (Rangel *et al.*, 2025), as onze peças da coleção jesuítica foram digitalizadas por meio de fotogrametria de curto alcance com smartphone (câmera de 50 megapixels) e iPad de 8ª geração, processadas no software Polycam® e refinadas no software Nomad®. A seguir, foi realizado o escaneamento 3D com scanner Artec Spider (luz estruturada), cedido pelo Laboratório de Tecnologia Mineral, do Programa de Engenharia Metalúrgica e Materiais - COPPE / UFRJ, em condições controladas de iluminação e com o scanner posicionado a 30-40 cm da peça e conectado a um notebook Lenovo LOQ-e, com o software Artec Studio®. Após a captura, as nuvens de pontos foram alinhadas utilizando a ferramenta Align do Artec Studio, reunindo os diferentes escaneamentos em um único sistema de coordenadas por meio de seleção manual de pontos, com inspeção visual para remoção de elementos mal alinhados, assegurando a fidelidade geométrica dos modelos finais.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A aplicação do fluxo de trabalho fotogramétrico resultou na geração de modelos tridimensionais de alta fidelidade para o conjunto de capitéis jesuíticos que compõem o acervo (Figura 1). Os modelos apresentam malhas poligonais com densidade entre 50 mil e 150 mil vértices, resolução suficiente para representar com precisão os elementos ornamentais, como, volutas e folhas de acanto incluindo concavidades e relevos sutis (Figura 2). A geração de gêmeos digitais

utilizando a fotogrametria, também poderá viabilizar a criação de experiências imersivas em realidade virtual, permitindo que o público observe os capitéis em escala real, sob ângulos livremente escolhidos e em condições ideais de iluminação (Figura 3).



Figura 1: Gêmeos Digitais de algumas peças da coleção Jesuític do Morro do Castelo.



Figura 2: Malha Isométrica formada por polígonos e vértices.



Figura 3: Realidade Virtual: Capitel Físico (direita) e Digital lado a lado.

A texturização em 8K assegura a nitidez dos detalhes superficiais em aproximações extremas, permitindo a visualização de marcas de identificação e desgaste natural da pedra.

4.1 Digitalização com Scanner 3D Artec Spider

O escaneamento com o scanner Artec Spider revelou-se particularmente eficaz para o registro de superfícies com variações topográficas, como as concavidades entre os elementos decorativos e as volutas laterais dos capitéis, onde a luz estruturada conseguiu penetrar e capturar detalhes com alta fidelidade. Adicionalmente, o scanner mostrou-se sensível à

rugosidade natural da rocha e às marcas de desgaste, registrando com clareza microfraturas, perdas de massa e sulcos decorrentes do intemperismo e da exposição prolongada ao ar livre. A capacidade de capturar superfícies de geometria não planar e regiões de oclusão, aliada à iluminação ativa proporcionada pela luz estruturada, garantiu a cobertura mesmo em áreas de difícil alcance visual. A versão digitalizada obtida pelo scanner (Figura 4A) evidencia a precisão geométrica na representação dos relevos e reentrâncias, enquanto a versão gerada por fotogrametria (Figura 4B) se destaca pela riqueza textural e fidelidade cromática, demonstrando a complementaridade das duas técnicas.

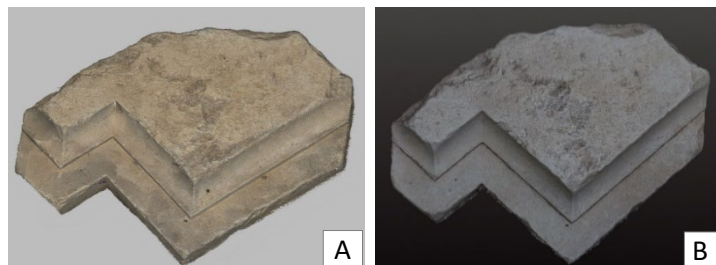


Figura 4: A) Peça gerada com Scanner 3D; B) Peça gerada com fotogrametria.

4.2 Aplicações Científicas e Medições Virtuais

Os modelos digitais viabilizam a extração de dados dimensionais, como, distâncias lineares, ângulos, perímetros e áreas sem necessidade de contato físico com as peças (Figura 5) com precisão comparável à de instrumentos convencionais, e podem auxiliar com a realização de análises diagnósticas que requerem distâncias precisas como o ultrassom, por exemplo, bem com a recomposição de partes faltantes por impressão 3D (Bonfada *et al.*, 2020). Podem se inserir metadados diversos nos modelos, como os resultados de medições e ações de conservação realizadas ao longo do tempo com sua localização e realizar análises comparativas por sobreposição de modelos (*cloud-to-mesh comparison*) para identificar assimetrias e variações estilísticas entre as peças, bem como o monitorar alterações ao longo do tempo. Esta capacidade de medição remota é particularmente relevante para peças expostas a intempéries, poluição e maresia (fatores que aceleram a deterioração) convertendo os modelos digitais em ferramentas ativas de preservação.

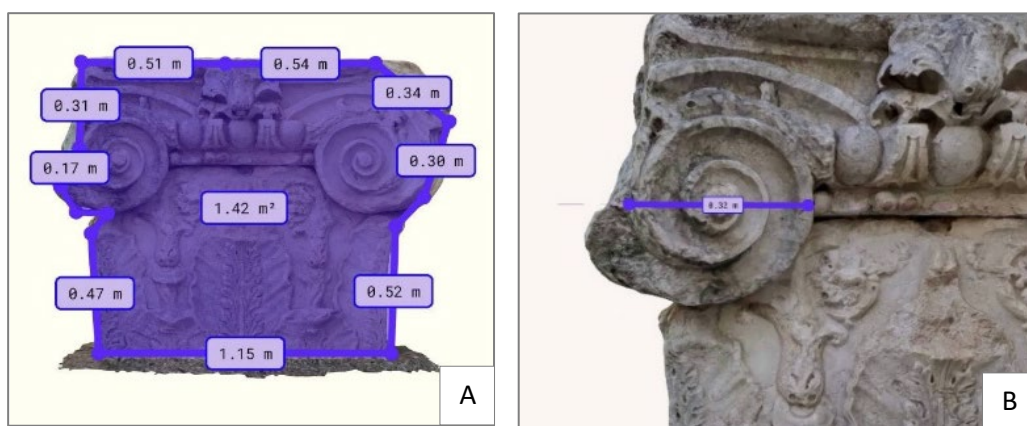


Figura 5: A) Exemplos de medições dimensionais no modelo digital; B) Cálculo de distância.

5. CONCLUSÕES

A pesquisa demonstrou que a integração entre fotogrametria e escaneamento a laser constitui uma abordagem eficaz para a documentação tridimensional de bens patrimoniais esculpidos em rocha, como os capitéis jesuítcos do Morro do Castelo. Os gêmeos digitais gerados apresentam confiabilidade geométrica, viabilizando aplicações científicas como medições dimensionais precisas e monitoramento de alterações ao longo do tempo, convertendo os modelos em

ferramentas ativas de conservação preventiva para o calcário Lioz, especialmente relevante para peças expostas a intempéries, poluição e maresia. A abordagem metodológica desenvolvida apresenta potencial de replicação para outros elementos do patrimônio construído em rocha, contribuindo para a formação de acervos digitais voltados à documentação e preservação de bens culturais e geológicos, assegurando que os gêmeos digitais dos capitéis jesuíticos se constituam como cápsulas do tempo digitais, que preservam a forma, a aparência e as características materiais das peças, protegendo-as contra os riscos de degradação e garantindo sua memória para as futuras gerações, além de possibilitar, como desdobramento, a criação de ambientes imersivos em realidade virtual para divulgação científica e engajamento público.

6. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da bolsa de pesquisa, fundamental para o desenvolvimento do projeto; ao CETEM pelo suporte e infraestrutura e aos colegas do LACON e ao pesquisador Gabriel Pantoja Barros pelo apoio e viabilização da execução deste trabalho; ao Professor Luis Marcelo Marques Tavares, do LTM-COPPE/UFRJ, pela cessão do scanner; e ao MGEO-UFRJ pela disponibilização do acesso à coleção e por todo o apoio institucional que tornou possível a realização desta pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ATAIWE, T. N.; HATEM, I.; AL SHARAA, H. M. J. Digital Model in Close-Range Photogrammetry Using a Smartphone Camera. *E3S Web of Conferences*, v.318,04005,2021. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202131804005>

BENTES, J; PATZLAFF, C. A digitalização 3D como ferramenta de documentação e preservação do patrimônio arquitetônico. In: Seminário Ibero-Americano Arquitetura E Documentação, 7., 2021. Anais... Disponível em:

https://www.researchgate.net/publication/355859602_A_Digitalizacao_3D_como_Ferramenta_de_Documentacao_e_Preservacao_do_Patrimonio_Arquitetonico. Acesso em: 24 de julho de 2026.

BRANDÃO, J. A.; CASTRO, N. F.; CERQUEDA, M. L. A. Diagnóstico da Degradação do Calcário Lioz nos Capitéis Jesuíticos do Morro do Castelo. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 33.; JORNADA DE INICIAÇÃO EM DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO, 9., 2025, Rio de Janeiro. Anais [...]. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2025. p. 117-122. Disp. em: <http://mineralis.cetem.gov.br/handle/cetem/2967>. Ac. em: 21 jul. 2026.

EHLING, A., KAUR, G., JACKSON, P. N. W., CASSAR, J., DEL LAMA, E. A., HELDAL, T. The first 55 IUGS Heritage Stones. IUGS Subcomission on Heritage Stones, 2024.

MARTINO, A.; SPADARO, A.; MATRONE, F.; LINGUA, A. M. Sensor integration for the documentation and planned maintenance of Cultural Heritage. *The International Archives of the Photogrammetry, Remote Sensing and Spatial Information Sciences*, Xiamen, v. 48-1/W5, p. [85–92], 2025. <https://doi.org/10.5194/isprs-archives-XLVIII-1-W5-2025-85-2025>

MINAROVIECH, J. Digitization of the Cultural Heritage of Slovakia. *Combining of Lidar Data and Photogrammetry. Studies in Digital Heritage*, v. 1, n. 2, p. 590-606, 2017. <https://doi.org/10.14434/sdh.v1i2.23286>.

SOUZA, T. R.; CASTRO, N. F.; RIBEIRO, R. C. C. Desenvolvimento de modelo digital 3D para documentação e conservação dos capitéis jesuíticos do Morro do Castelo. In: JORNADA DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA, 33.; JORNADA DE INICIAÇÃO EM DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO, 9., 2025, Rio de Janeiro. Anais... Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2025. p. 254-259. Disponível em: cetem.gov.br. Acesso em: 21 jul. 2026.

SILVA, C. A. T. A igreja de Santo Inácio: cem anos de história, 1912-2012. Rio de Janeiro: Colégio Santo Inácio, 2013. 36 p.

**A REDISTRIBUIÇÃO DA CFEM (LEI Nº 13.540/2017):
CONQUISTAS NA INCLUSÃO DE MUNICÍPIOS AFETADOS E OS LIMITES
DA PARTILHA MODAL**

**THE REDISTRIBUTION OF CFEM (LAW NO. 13,540/2017):
ACHIEVEMENTS IN INCLUDING AFFECTED MUNICIPALITIES AND THE
LIMITS OF MODAL SHARING**

Victor Roca Londres

Aluno de Graduação de Geografia, 10º período
Universidade do Estado do Rio de Janeiro (UERJ)
Período PIBIC/CETEM: Abril de 2026 a janeiro de 2027

Luciana Marelli Mofati

Orientador, Geógrafa, D.Sc.
Bolsista PCI-DA
lumofati@gmail.com

Fábio Giusti Azevedo de Britto

Corientador, formação acadêmica, D.Sc.
COPTM/CETEM
fgbritto@cetem.gov.br

RESUMO

A mineração constitui um dos pilares econômicos do Brasil, cujos impactos socioambientais frequentemente extrapolam os limites dos territórios extrativos. Com a promulgação da Lei nº 13.540/2017, reformulou-se a Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM), passando a destinar 15% de sua arrecadação aos municípios não produtores, mas afetados por infraestruturas de transporte e apoio (como ferrovias, minerodutos e portos). O presente trabalho analisa a evolução da CFEM após essa alteração legislativa, discutindo seus critérios de partilha e suas limitações regulatórias. A metodologia fundamenta-se em pesquisa qualitativa, documental e bibliográfica. Conclui-se que, embora a inclusão dos municípios afetados represente um avanço conceitual na justiça fiscal distributiva, a legislação incorre em uma grave lacuna ao omitir o modal rodoviário. O escoamento mineral por rodovias gera severas externalidades negativas — tais como a degradação da malha viária pública e elevados índices de mortalidade em acidentes com veículos de carga pesada —, as quais permanecem descompensadas pelo modelo atual de repartição de receitas.

Palavras chave: CFEM; municípios afetados; transporte rodoviário.

ABSTRACT

Mining is an economic pillar in Brazil, generating socio-environmental impacts that frequently extend beyond the extraction boundaries. Law No. 13,540/2017 reformed the Financial Compensation for Mineral Exploration (CFEM), allocating 15% of its revenues to non-producing municipalities affected by transport and support infrastructure (such as railways, pipelines, and ports). This study analyzes the evolution of CFEM following this legislative change, discussing its distribution criteria and regulatory limitations. The methodology relies on qualitative, documentary, and bibliographical research. It concludes that while the inclusion of affected municipalities represents progress in distributive fiscal justice, the law contains a major gap by omitting the roadway modal. Mineral transport by highways creates severe negative externalities — such as public road degradation and high mortality rates in heavy freight accidents — that remain uncompensated under the current revenue-sharing model.

Keywords: CFEM; affected municipalities; road transport.

1. INTRODUÇÃO

A mineração constitui uma das atividades econômicas mais relevantes para o desenvolvimento brasileiro, sendo responsável pelo fornecimento de matérias-primas essenciais para diversos setores produtivos, pela geração de empregos, arrecadação tributária e fortalecimento das exportações. Entretanto, os benefícios econômicos decorrentes da exploração mineral coexistem com impactos socioambientais, territoriais e logísticos que frequentemente ultrapassam os limites dos municípios onde ocorre a lavra. Em razão dos recursos minerais serem bens da União, conforme disposto no art. 20 da Constituição Federal de 1988, sua exploração está condicionada ao pagamento da Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM), instrumento destinado a compensar os entes federativos pelos impactos decorrentes da atividade minerária (BRASIL, 1988).

Instituída pelas Leis nº 7.990/1989 e nº 8.001/1990 e posteriormente reformulada pela Lei nº 13.540/2017, a CFEM possui natureza compensatória e patrimonial, incidindo sobre o faturamento líquido ou receita bruta obtida com a comercialização ou consumo do produto mineral (BRASIL, 2017; CUNHA, 2019). Os recursos arrecadados são distribuídos entre a União, Estados, Distrito Federal, municípios produtores e, desde a reforma legislativa de 2017, também aos municípios afetados pela atividade de mineração (BRASIL, 2017).

A inclusão dos municípios afetados representou uma mudança significativa na política de distribuição da CFEM, reconhecendo que diversas localidades suportam impactos decorrentes do transporte, beneficiamento, armazenamento e exportação dos recursos minerais, mesmo sem possuírem atividade de extração em seus territórios. Essa alteração buscou ampliar o alcance da compensação financeira e promover maior equilíbrio federativo na repartição das receitas provenientes da mineração.

A transição do arcabouço legal da Lei nº 8.001/1990 para a Lei nº 13.540/2017 reconfigurou a arquitetura da CFEM ao reconhecer que os impactos minerários se espraiam pelo território nacional. Se por um lado a reforma revelou-se altamente positiva ao promover uma democratização fiscal sem precedentes e incluir municípios não produtores na repartição das receitas minerárias, por outro lado ela estabeleceu uma contradição estrutural ao excluir sumariamente o transporte rodoviário do rol de hipóteses compensáveis.

Entretanto, apesar dos avanços promovidos pela legislação, ainda existem desafios relacionados à definição dos critérios utilizados para identificar os municípios beneficiários e estabelecer os valores distribuídos. Na ausência do sistema definitivo de mensuração dos impactos previsto pela Agência Nacional de Mineração (ANM), parte da distribuição continua fundamentada em critérios transitórios, como área territorial e população dos municípios limítrofes, os quais nem sempre refletem os impactos efetivamente suportados. Ademais, identificam-se lacunas estruturais na própria lei, como a não contemplação de determinados modais de transporte mineral de elevado impacto.

Nesse contexto, este trabalho analisa a evolução da CFEM após a inclusão dos municípios afetados, discutindo seus fundamentos jurídicos, critérios distributivos, lacunas regulatórias e impactos sobre a política pública de compensação financeira.

2. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo analisar a Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM) a partir da inclusão dos municípios afetados pela atividade minerária, discutindo o alcance da alteração promovida pela Lei nº 13.540/2017. Busca-se compreender os critérios legais de cálculo e distribuição da compensação, avaliar seus impactos sobre a repartição das receitas públicas e examinar a efetividade do atual modelo de compensação financeira.

3. METODOLOGIA

A pesquisa caracteriza-se como qualitativa, de natureza aplicada, com objetivos descritivos e exploratórios, desenvolvida por meio de pesquisa bibliográfica, documental e análise. Inicialmente, realizou-se levantamento da legislação pertinente à Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM), compreendendo a Constituição Federal de 1988, especialmente os artigos 20 e 155, as Leis nº 7.990/1989, nº 8.001/1990 e nº 13.540/2017, além das resoluções e documentos técnicos publicados pela Agência Nacional de Mineração (ANM).

A pesquisa bibliográfica foi complementada pela consulta a artigos científicos e publicações institucionais relacionados à mineração, federalismo fiscal, compensações financeiras e desenvolvimento regional, possibilitando fundamentar a análise sobre a evolução da política compensatória brasileira.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise da legislação demonstra que a CFEM passou por importante processo de evolução normativa desde sua criação, especialmente com a promulgação da Lei nº 13.540/2017, que ampliou o rol de beneficiários da compensação financeira ao incluir os municípios afetados pela atividade minerária. Antes dessa alteração, a maior parte dos recursos destinava-se aos municípios e estados produtores, concentrando a compensação nos locais de extração mineral. A reforma legislativa reconheceu que os impactos da mineração extrapolam a área da lavra, alcançando municípios responsáveis pelo transporte ferroviário, minerodutos, instalações portuárias, barragens e demais estruturas utilizadas na cadeia produtiva mineral.

Do ponto de vista da expansão fiscal, os dados demonstram o impacto altamente positivo da nova legislação no alcance da política pública. Sob o regime da Lei nº 8.001/1990, a arrecadação anual da CFEM situava-se em patamares de R\$ 1,5 a R\$ 1,8 bilhão, beneficiando diretamente uma média de 1.900 a 2.100 municípios produtores. Após a reforma legislativa de 2017 e a expansão da atividade minerária nos anos seguintes, a arrecadação global da CFEM saltou para níveis recordes (entre R\$ 6,0 e R\$ 10,0 bilhões anuais), fazendo com que a nova cota de 15% destinada aos municípios afetados passasse a mover montantes superiores a R\$ 1,0 bilhão por ano. Com isso, o número total de municípios contemplados com repasses da CFEM ultrapassou a marca de 3.300 localidades (somando cerca de 2.300 produtores e mais de 1.400 municípios exclusivamente afetados).

Sob o aspecto financeiro, a legislação estabelece que a arrecadação da CFEM seja distribuída entre diversos destinatários: 60% aos municípios produtores, 15% aos estados produtores, 15% aos municípios afetados, 7% à Agência Nacional de Mineração (ANM), 1,8% ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM), 1% ao Fundo Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (FNDCT) e 0,2% ao Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). Essa repartição busca equilibrar a compensação pelos impactos da mineração com o fortalecimento da fiscalização, da pesquisa científica e da gestão ambiental.

Porém, é justamente no centro dessa redistribuição dos recursos que surge o principal problema da lei: ao mesmo tempo em que ajudou mais de mil novas cidades, a legislação criou critérios muito restritos. A definição de "município afetado" adotada pela lei não atende a todas as cidades atingidas social e ambientalmente, mas apenas aquelas que se encaixam no que as próprias empresas mineradoras declaram para a ANM (Agência Nacional de Mineração). Ou seja, para uma cidade receber a verba destinada aos afetados, ela precisa ter estruturas oficiais registradas no nome das empresas (como ferrovias, dutos, portos e barragens) — e não porque o dano real sofrido pela cidade foi medido na prática.

Essa seletividade fica evidente na divisão interna desses 15% destinados aos municípios oficialmente reconhecidos como afetados, definida pelo Decreto nº 9.406/2018 e pela Resolução ANM nº 143/2023. Dessa fatia, 55% vão para municípios cortados pelo transporte ferroviário, 30% para cidades que abrigam estruturas de mineração (como barragens de rejeitos, pilhas de

estéril e usinas de processamento), 12% para locais com instalações portuárias e 3% para municípios cortados por dutos, enquanto o transporte por estradas e rodovias fica com 0%, sendo totalmente excluído.

A operacionalização dessa distribuição ainda enfrenta um obstáculo técnico-regulatório específico: a descontinuidade na implantação do sistema definitivo da ANM, previsto para mensurar com precisão os impactos reais. Enquanto esse mecanismo técnico não é operacionalizado integralmente, a repartição da CFEM segue dependente de critérios transitórios e superficiais, como extensão territorial e população dos municípios limítrofes, os quais distorcem os valores repassados e falham em refletir a verdadeira intensidade das externalidades suportadas pelas cidades.

Ao fixar percentuais exclusivamente para ferrovias, estruturas, portos e dutos, a Lei nº 13.540/2017 desconsiderou que uma parcela notável da produção mineral brasileira é escoada por rodovias, sendo por exemplo responsável pelo transporte de 8% da produção de minério de ferro no país, segundo o Ministério dos Transportes, Portos e Aviação Civil, proporção que atinge patamares ainda mais elevados em segmentos como o de rochas ornamentais e agregados para a construção civil. O trânsito diário de caminhões de alta tonelagem impõe aos municípios cortados por essas vias o desgaste acelerado do pavimento e elevados custos de manutenção da infraestrutura pública, sem que haja contrapartida da CFEM para mitigar esses danos.

Ademais, o transporte rodoviário de minérios gera graves externalidades sociais relacionadas ao recorrente histórico de acidentes graves e fatais nas estradas públicas. No Espírito Santo, o intenso tráfego de carretas carregadas com blocos brutos de granito e mármore ilustra a rápida deterioração da malha viária local e o elevado risco de acidentes. De forma análoga, no estado de Minas Gerais, sobretudo nas rotas de transbordo de material e escoamento nas regiões do Quadrilátero Ferrífero e do município de Brumadinho, vias como a BR-040 e BR-381 registram fluxo ininterrupto de caminhões trucados de alta tonelada. O escoamento de cargas extremamente pesadas envolve riscos severos de tombamento, falhas nos sistemas de frenagem e colisões de alto impacto, resultando em contaminação atmosférica por poeira, custos asfálticos recorrentes e tragédias viárias, exemplificadas por acidentes de grande proporção como o ocorrido na BR-251, em Minas Gerais, que levou à morte de 39 pessoas, motivando a responsabilização criminal dos envolvidos pela tragédia (CNN Brasil, 2021).

5. CONCLUSÕES

Dessa forma, a análise dos resultados evidencia o paradoxo central da Lei nº 13.540/2017: embora tenha sido altamente benéfica ao aumentar expressivamente o número de municípios atendidos (salto de aproximadamente 2.000 para mais de 3.300 localidades) e descentralizar bilhões em recursos, sua lógica desconsidera as localidades submetidas aos severos danos humanos, viários e econômicos do transporte rodoviário de minérios.

Ao condicionar o repasse dos 15% apenas às infraestruturas declaradas pelas mineradoras (ferrovias, dutos, portos e barragens) e atribuir alocação nula (0%) às rodovias, a legislação deixa desprotegidos os municípios que suportam as mais severas externalidades negativas do transporte por caminhões, como as rotas de transbordo em Minas Gerais (incluindo a região de Brumadinho) e de rochas ornamentais no Espírito Santo.

Portanto, para que a CFEM cumpra integralmente sua função compensatória e de equilíbrio federativo, revela-se indispensável o aprimoramento do seu arcabouço normativo, incorporando critérios de afetação viária e promovendo metodologias técnicas precisas de mensuração dos impactos territoriais.

6. AGRADECIMENTOS

O autor agradece ao CETEM (Centro de Tecnologia Mineral), aos integrantes do NetMin (Núcleo de Estudos Sobre Território e Mineração) e à bolsa concedida pelo CNPq para o desenvolvimento da pesquisa.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). Sistema de Arrecadação e Distribuição da CFEM: Dados Abertos e Pannel de Distribuição por Município. Brasília, DF: ANM, 2024. Disponível em: [suspicious link removed]. Acesso em: 29 jul. 2026.

AGÊNCIA NACIONAL DE MINERAÇÃO (ANM). Resolução nº 143, de 27 de novembro de 2023. Estabelece os procedimentos para apuração, cálculo e distribuição da CFEM aos municípios afetados pela atividade de mineração. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, n. 225, p. 73, 28 nov. 2023. Disponível em: <https://www.in.gov.br/web/dou/-/resolucao-anm-n-143-de-27-de-novembro-de-2023-526435011>. Acesso em: 29 jul. 2026.

BRASIL. Constituição da República Federativa do Brasil de 1988. Brasília, DF: Presidência da República, 1988. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/constituicao/constituicao.htm. Acesso em: 29 jul. 2026.

BRASIL. Decreto nº 9.406, de 12 de junho de 2018. Regulamenta o Decreto-Lei nº 227, de 28 de fevereiro de 1967, a Lei nº 6.560, de 21 de julho de 1978, a Lei nº 7.990, de 28 de dezembro de 1989, e a Lei nº 8.001, de 13 de março de 1990. Brasília, DF: Presidência da República, 2018. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2015-2018/2018/decreto/D9406.htm. Acesso em: 29 jul. 2026.

BRASIL. Lei nº 8.001, de 13 de março de 1990. Define os percentuais da distribuição da compensação financeira de que trata a Lei nº 7.990, de 28 de dezembro de 1989, e dá outras providências. Brasília, DF: Presidência da República, 1990. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/leis/l8001.htm. Acesso em: 29 jul. 2026.

BRASIL. Lei nº 13.540, de 18 de dezembro de 2017. Altera as Leis nos 7.990, de 28 de dezembro de 1989, e 8.001, de 13 de março de 1990, para dispor sobre a Compensação Financeira pela Exploração de Recursos Minerais (CFEM). Brasília, DF: Presidência da República, 2017. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2015-2018/2017/lei/l13540.htm. Acesso em: 29 jul. 2026.

BRASIL. Ministério dos Transportes, Portos e Aviação Civil. Secretaria de Política e Integração. Corredores Logísticos Estratégicos: Volume II – Complexo de Minério de Ferro. Versão 1.1. Brasília: MTPA, 2018. 174 p.

CNN BRASIL. MP denuncia motorista e dono de empresa por acidente com 39 mortos em MG. CNN Brasil, Nacional, 2021. Disponível em: <https://www.cnnbrasil.com.br/nacional/sudeste/mg/mp-denuncia-motorista-e-dono-de-empresa-por-acidente-com-39-mortos-em-mg/>. Acesso em: 29 jul. 2026.

CUNHA, Leonardo Dias da. As controvérsias e inconstitucionalidades da CFEM após as alterações promovidas pela Lei nº 13.540/2017. Revista de Finanças Públicas, Tributação e Desenvolvimento, Rio de Janeiro, v. 7, n. 9, p. 1-22, jul./dez. 2019.

GODOI, Marciano Seabra de; SPAGNOL, Werther Botelho. Curso de Direito Financeiro e Tributário. 2. ed. rev. e atual. Belo Horizonte: Fórum, 2017.

MOAGEM DE PLACAS DE CIRCUITO IMPRESSO

PRINTED CIRCUIT BOARD MILLING

Vinicius Gomes da Silva

Graduando de Eng. Metalúrgica, 7º período
Universidade Federal do Rio de Janeiro- UFRJ
Período PIBITI/CETEM: Setembro de 2025 a Agosto de 2026
gomesvinicius.20231@poli.ufrj.br

Caroline Rodrigues dos Santos Brigido

Orientadora, Eng. Metalúrgica e de Materiais, D.Sc.
cbrigido@cetem.gov.br

Gabriel Kamilo Pantoja Barrios

Coorientador, Eng. Química, D.Sc.
gbarrios@cetem.gov.br

RESUMO

O aumento da geração de resíduos eletroeletrônicos, aliado à rápida obsolescência das Placas de Circuito Impresso (PCIs), torna a recuperação de materiais uma demanda estratégica para a mineração urbana e a economia circular. As PCIs apresentam composição altamente heterogênea, contendo metais valiosos, polímeros e materiais cerâmicos, o que exige processos eficientes de fragmentação e separação. Nesse contexto, a etapa de moagem é fundamental para promover a liberação dos constituintes e viabilizar as operações subsequentes de separação física, química e metalúrgica. Este trabalho apresenta a caracterização da fragmentação de PCIs por meio de ensaios de compressão, testes em moinho de facas e modelagem computacional via método dos elementos discretos no *software Altair EDEM*. Os resultados experimentais indicaram forças médias de ruptura de 290N para placas de memória RAM e de 486N para os demais tipos de placas analisadas. Tais parâmetros subsidiam o dimensionamento de processos de cominuição mais eficientes, contribuindo diretamente para o avanço de soluções sustentáveis no contexto da mineração urbana e da economia circular.

Palavras chave: Placas de Circuito Impresso (PCIs), Resíduos eletroeletrônicos, Moagem, Mineração urbana.

ABSTRACT

The increase in electronic waste generation, combined with the rapid obsolescence of Printed Circuit Boards (PCBs), makes material recovery a strategic demand for urban mining and the circular economy. PCBs feature a highly heterogeneous composition, containing valuable metals, polymers, and ceramic materials, which requires efficient fragmentation and separation processes. In this context, the milling step is essential to promote the liberation of constituents and enable subsequent physical, chemical, and metallurgical separation operations. This work presents the characterization of PCB fragmentation using compression tests, knife mill testing, and computational modeling via the discrete element method (DEM) in Altair EDEM software. Experimental results indicated average fracture forces of 290N for RAM memory modules and 486N for the other analyzed board types. These parameters support the design of more efficient comminution processes, directly contributing to the advancement of sustainable solutions in the context of urban mining and the circular economy.

Keywords: Printed Circuit Boards (PCBs), Electronic waste, Comminution, Urban mining.

1. INTRODUÇÃO

A crescente produção e o descarte global de dispositivos eletrônicos intensificam a busca por soluções eficazes para os Resíduos Eletroeletrônicos (REEE) (Forti, 2019). Nesse contexto, a reciclagem das Placas de Circuito Impresso (PCIs) surge como desafio e uma oportunidade. As PCIs contêm metais valiosos, como cobre, ouro e prata, além de polímeros e cerâmicas, formando um rico repositório de recursos. Para viabilizar a recuperação desses materiais e reduzir o impacto ambiental do REEE, torna-se relevante estudar as características da fragmentação de PCIs e assim tornar seu processamento mais eficiente, além de avaliar os desafios desta abordagem com o intuito de remediá-las (Silva, 2025).

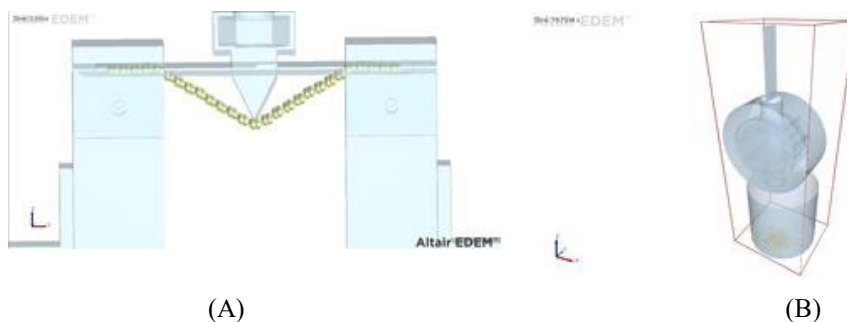
O reaproveitamento de PCIs é um campo multidisciplinar e que abrange desde a engenharia até a gestão de resíduos (Grigorescu, et al., 2019; Peixoto, 2024). A cominuição controlada das PCIs permite a liberação e a posterior separação dos diferentes constituintes. Dessa forma, este trabalho buscou contribuir para a sustentabilidade ambiental e fortalecer a economia circular ao promover a caracterização da resistência à compressão das PCIs e a modelagem da fragmentação usando o Método dos Elementos Discretos DEM. Trabalhos como este são importantes, pois a rápida evolução tecnológica amplia o volume e a diversidade das PCIs, tornando ainda mais urgente os aprimoramentos nos processos de recuperação de materiais (Xavier e Ottoni, 2021).

2. OBJETIVOS

A finalidade da presente pesquisa foi caracterizar a cominuição de placas de circuito impresso (PCIs). Para tanto as PCIs foram caracterizadas respeito à resistência a compressão, cominuídas em moinho de facas, adicionalmente foi calibrado o modelo de Bonded V2 para descrever a fragmentação das placas no simulador EDEM.

3. METODOLOGIA

As amostras utilizadas neste trabalho foram divididas em duas categorias, a primeira foram as placas de memória RAM com dimensões de 133,54 mm × 29,76 mm × 1,22 mm e massa média de 21,66 g. A segunda categoria foram PCIs provenientes de computadores descartados, previamente desmonteladas e cortadas em dimensões semelhantes às das memórias RAM. Os ensaios de compressão foram realizados na prensa *Tecsistel Servus* 30 kN, adaptada com um suporte para fixação das PCIs e um indentador de geometria triangular, ambos fabricados por manufatura aditiva em ácido polilático (PLA) (Figura 01A). Foram utilizadas cinco amostras de memória RAM e cinco das demais PCIs. Os dados de força em função do tempo até a ruptura foram adquiridos por meio do software *DM Viewer*. Para reproduzir o ensaio, foi desenvolvido um modelo computacional usando o método dos elementos discretos (DEM), no software *Altair EDEM*, especificamente o modelo de ligação de partículas Bonde V2. O suporte e o indentador, assim como o moinho de facas, foram desenhados no software *SketchUp* (Figura 01B). As placas foram representadas por 297 partículas de 5 mm × 3 mm de área em formato retangular, com massa e propriedades mecânicas equivalentes às das amostras reais.



Fonte: Autores.

Figura 1: A) Suporte utilizado no Tecsistel Servus 30 kN B) Moinho de facas.

Os ensaios de moagem foram realizados em um moinho de facas Willye Super Macro – MSM610, equipado com quatro facas móveis e seis fixas, operando a 1720 rpm e potência nominal de 800W. A alimentação foi realizada por meio de um alimentador contínuo, com taxa média de 14,47g/s. A vazão mássica de saída foi medida por uma célula de carga e a corrente elétrica por um sensor de corrente, ambos desenvolvidos com a plataforma *Arduino*. Com base nos dados experimentais, foi realizada uma nova simulação no *Altair EDEM*, utilizando um modelo tridimensional do moinho e a amostra virtual de PCI, permitindo comparar os resultados experimentais e simulados quanto à potência consumida (Equação 01) para o ensaio de moagem real; capacidade de processamento (Equação 02), energia específica (Equação 03) e potência mecânica angular (Equação 04) para o ensaio virtual.

$$P = I \times V \quad (1)$$

$$Q = P_{\text{médio}} / Q_{\text{média}} \quad (2)$$

$$q = E / m \quad (3)$$

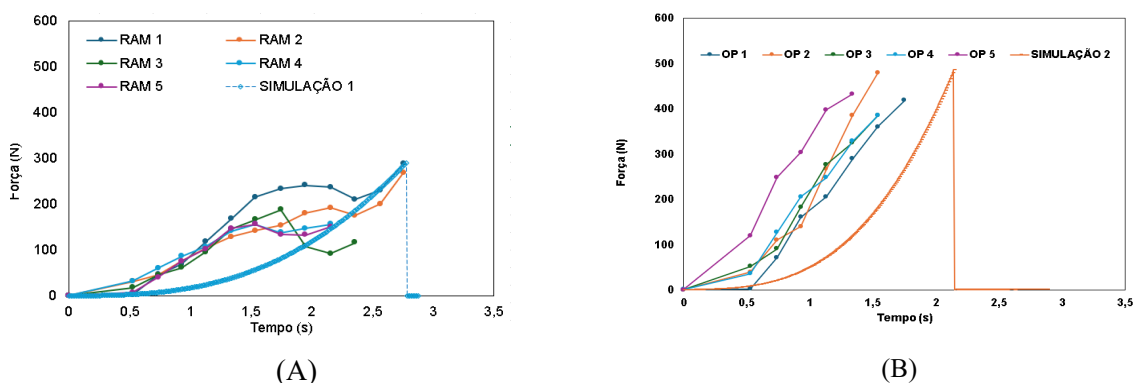
$$P = (w \times T \times \pi) / 30 \quad (4)$$

Onde “P”: Potência útil do motor (W); “Q”: Capacidade Mássica Teórica (kg/h); “P_{médio}”: Potência média do motor (J/s); “Q_{média}”: Energia específica média (J/Kg); “q”: Energia específica de quebra (J/Kg); “E”: Energia utilizada (J); “m”: Massa da PCI (Kg); “ω”: Velocidade Angular (rpm); “T”: Torque (Nm); $\pi \approx 3,14$.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização das Placas de Circuito Impresso (PCIs)

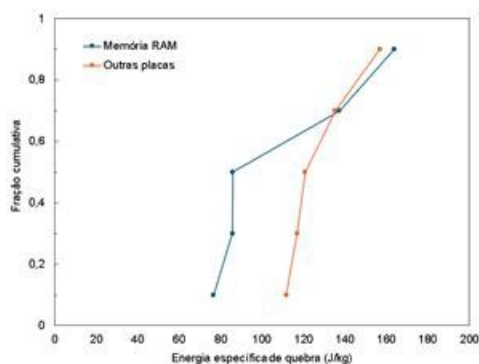
Na Figura 02 são apresentados os resultados dos ensaios de caracterização no equipamento *Tecsiset Servus* 30 kN. Na Figura 02A, para as placas RAM, a força máxima de ruptura foi de 290 N no tempo de 2,78s. Enquanto na Figura 02B a força de ruptura foi de 486 N no tempo de 2,14s. Nestes ensaios foi possível observar que os outros tipos de placas (OP) exigem uma aplicação de força maior para a fratura total, isto pode estar associado ao material FR-4 (composto de tecido de fibra de vidro e resina epóxi) que pode estar presente na composição da placa e possuírem maior resistência. As simulações da quebra das placas foram próximas aos ensaios reais, e os parâmetros do modelo de Bonded V2 correspondem a: $5,10^9$ N/m³ em *Normal Stiffness per unit area*; 0 N/m³ em *Normal Range*; $1,10^9$ /m³ em *Shear Stiffness per unit area*; 0 N/m³ em *Shear Range*; $5,10^6$ Pa em *Normal Strength*; $5,10^6$ Pa em *Shear Strength*; 1 em *Bonded Disk Scale*. Os pontos máximos locais representam momentos de fratura das fibras de vidro e fissuras internas. Ao alcançar o ponto crítico e final das placas, ocorre a fratura completa, onde a placa se divide em dois fragmentos.



Fonte: Autores.

Figura 2: A) Fratura das memórias RAM. Sendo “SIMULAÇÃO 1”: Modelagem das placas de RAM; B) Fratura das Outras Placas (OP). Sendo “SIMULAÇÃO 2”: Modelagem das OPs.

Através do cálculo de energia específica de quebra das amostras, foi possível estimar uma fração cumulativa, cujos resultados são evidenciados na Figura 03. Observamos que aproximadamente 50 % das placas de memória RAM fragmentou com energia aproximada de 80 J/Kg, enquanto os outros tipos de placas começaram a se fragmentar apenas por volta dos 110 J/Kg. Para frações cumulativas de 0,9 (90%), nas placas de RAM, foi encontrada a maior energia específica de 163,8 J/kg; enquanto, para as outras placas, a maior energia específica de 156,8 J/Kg. Nestes ensaios, foi possível observar que, as placas de RAM foram as primeiras a fraturar, mas exigiram mais energia específica para que todas fossem fraturadas, enquanto os outros tipos de PCIs precisaram de uma maior energia específica de quebra nas primeiras placas, porém uma energia menor para o total de placas. Para a fração cumulativa de 0,9, as placas do tipo RAM apresentaram o maior valor de força máxima registrada (163,8 N), ao passo que os demais tipos de PCI atingiram o limite de 128,6 N. Nesses ensaios, observou-se que as placas RAM iniciaram o processo de fratura precocemente; contudo, demandaram maior energia específica para a fratura total do conjunto. Em contrapartida, as demais PCIs exigiram maior energia específica para o rompimento das placas iniciais, mas menor energia para a fratura completa do lote. Para etapas mais avançadas de fragmentação, a composição das placas de RAM e das outras placas necessitam de energias muito próximas umas das outras.

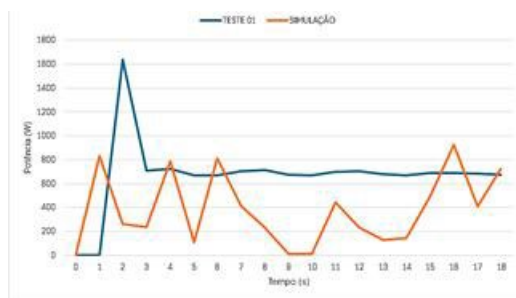


Fonte: Autores.

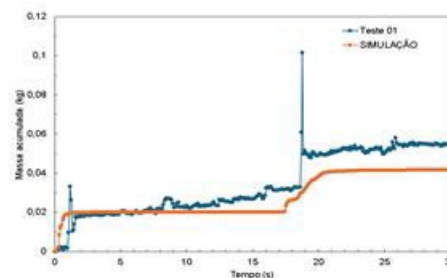
Figura 3: Fração cumulativa da energia específica de quebra das placas de memória RAM e outras placas.

4.2 Moagem de PCIs e Modelagem Computacional

Na Figura 04 são apresentados os resultados do ensaio real de moagem de PCIs em moinho de facas, onde foi possível obter a potência (Figura 04A) e a massa acumulada (Figura 04B) no Teste 01 e na simulação. Acerca da Figura 04A a potência média obtida do Teste 01 e da simulação, da energia específica média da PCI do tipo RAM, e da Equação 02, foi possível estimar uma capacidade mássica de 6,76 kg/s (no Teste 01) e 3,44 kg/s (na simulação). Na Figura 04B as amostras do teste 01 ficaram retidas no interior do moinho ou presas às suas extremidades, devido à sua geometria, tornando necessária a interrupção dos ensaios, o que contribuiu para o pico do gráfico em 0,1 Kg no tempo de 19s. Esse comportamento justifica a adoção de um pré-tratamento das PCIs por meio de uma guilhotina, reduzindo-as a fragmentos de aproximadamente 3 cm³, conforme proposto por Silva (2019). Também estão em concordância com outros estudos sobre moagem de PCIs, que apontam a fragmentação controlada como etapa essencial para aumentar a liberação dos constituintes e a eficiência dos processos de separação (Grigorescu *et al.*, 2019; Peixoto, 2024).



(A)



(B)

Fonte: Autores.

Figura 4: A) Potência elétrica do moinho de facas. B) Massa acumulada dos PCIs.

5. CONCLUSÕES

Os resultados mostraram que diferentes tipos de PCIs apresentaram comportamentos distintos durante a fratura, com as memórias RAM rompendo-se em média com 109,9 J/Kg de energia específica, e as demais placas em média de 120,9 J/Kg. Os ensaios experimentais, aliados às simulações DEM, permitiram caracterizar parâmetros relevantes para a moagem, como potências que se aproximavam dos 800 W em alguns momentos, capacidade mássica de processamento 6,76 kg/s e comportamento elástico do material, com um formato inadequado para a moagem direta, exigindo um pré-tratamento. Dessa forma, a metodologia proposta demonstrou potencial para auxiliar no desenvolvimento de equipamentos mais eficientes e para a reciclagem de resíduos eletroeletrônicos.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão da bolsa de pesquisa, que possibilitou a realização deste trabalho. Agradecem ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pela infraestrutura e ao Laboratório de Conservação e Alterabilidade de Materiais de Construção (LACON) assim como agradecem a equipe técnica pelo apoio na realização dos ensaios.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Silva, G. S. da. 2025. *Desenvolvimento de processo hidrometalúrgico para recuperação de cobre de placas de circuito impresso. Dissertação (mestrado)* – Universidade Federal do Ceará, Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, fortaleza, 2025.
- Forti, V. O crescimento do lixo eletrônico e suas implicações globais. *Panorama Setorial da Internet*, n. 4, 2019. Disponível em: <https://cetic.br/media/docs/publicacoes/6/20191217174403/panorama-setorial-xi-4-lixo-eletronico-atualizado.pdf>. Acesso em: 28 de Jul. de 2025.
- Xavier, L.H.S.M., Ottoni, M. (org). *Mineração urbana: conceitos e análise do potencial dos resíduos eletroeletrônicos*. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI. 2021.
- Grigorescu, RM; Grigore, ME; Iancu, L.; Ghioca, P.; Ion, R.-M. *Resíduos de Equipamentos Elétricos e Eletrônicos: Uma Revisão dos Métodos de Identificação de Materiais Poliméricos*. Reciclagem 2019, 4 , 32. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/recycling4030032>. Acesso em: 27 jul. 2026.

Peixoto, R. de A. O. 2024. *Remoção de metais em placas de circuito impresso de computadores utilizando o processo de biolixiviação. Tese (Doutorado)* - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. 120f. 2024.

SILVA, Emanuel Carlos Santana da. *Placas de circuito impresso: levantamento da composição*. 2019. 36 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2019.

TRIMBLE INC. *SketchUp*. Software de modelagem tridimensional. Versão 2025. Westminster, CO, 2025. Disponível em: <https://sketchup.trimble.com/pt-br>. Acesso em: 27 jul. 2026.

ALTAIR ENGINEERING INC. *Altair EDEM Student Version*. Software de simulação pelo Método dos Elementos Discretos (DEM). Versão 2025. Troy, MI, 2025. Disponível em: <https://www.siemens.com/en-us/products/simcenter/fluids-thermal-simulation/edem/>. Acesso em: 27 jul. 2026.