

# **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 ( $\mu$ -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 ( $\mu$ -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 $\alpha$ , and enhanced the contrast of the high energy peaks (As K $\alpha$  and Au L $\alpha$ ), 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  $\mu$ -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  $\mu$ -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  $\mu$ -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  $\mu$ A, pixel size de 50  $\mu$ 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  $\mu$ A no modo sem filtro e de 600  $\mu$ A no modo com filtro. A corrente maior compensa a atenuação do feixe primário pelos filtros, mantendo taxa de contagens suficiente nos espectrômetros.

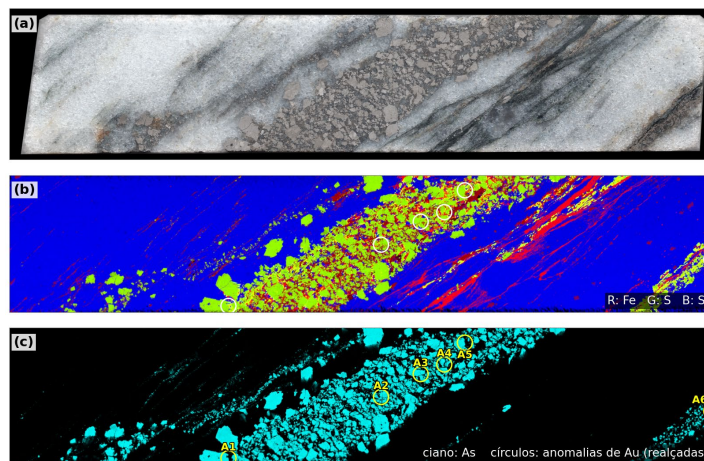
O fluxo de trabalho compreendeu: (i) mapeamento químico integral da superfície, com mapas de distribuição para Al, As, Au, Ca, Fe, Mn, P, S, Si, Ti e Zn; (ii) interpretação mineralógica da área mapeada no software AMICS, utilizando complementarmente os dados de DRX de Silva-

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.

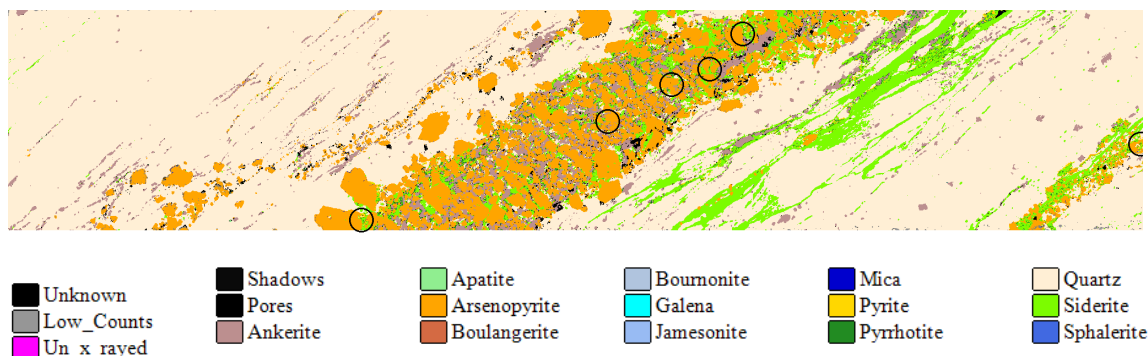
A Figura 1 sintetiza essa correspondência. Na imagem de alta resolução da superfície (Figura 1a), a zona mineralizada aparece como uma faixa diagonal de agregados cinzentos em meio à matriz clara, acompanhada de bandas escuras concordantes. Na composição RGB dos mapas químicos (Figura 1b), a matriz quartzosa 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.



## **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.