

CARACTERIZAÇÃO DA ILMENITA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Reza Jamshidi Rodbari ^{1*}, Lourdes Cristina Lucena Agostinho Jamshidi ², Luciano Nascimento ³, David Arsenio Landinez Téllez ⁴, Eduardo Padrón Hernández ⁵

1, 4, 5 Programa de Pós-Graduação em Ciências de Materiais-PPGCMTR, Centro de Ciências Exatas e da Natureza-CCEN/UFPE.

2, 3 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química-PPGEQ, Centro de Tecnologia e Geociências-CTG/UFPE.

Av. Moraes Rego, 1235 – Cidade Universitária, CEP: 50670-901, Recife – PE, Brasil.

E-mail: rodbari.ufpe@gmail.com

RESUMO: O mineral da ilmenita (FeTiO_3) é um óxido de ferro e titânio de ocorrência mais comum e abundante, e com composição teórica de Fe (36,8%), Ti (31,6%) e O (31,6%). E a ilmenita apresenta cor do ferro, e cristalização hexagonal romboédrica. A oxidação mineral da ilmenita é comum e decorrente da transformação do Fe^{2+} em Fe^{3+} . A forma cristalina da ilmenita altera-se para uma mistura amorfa FeO , Fe_2O_3 e TiO_2 , segundo um processo de intemperismo ser muito lento. Este trabalho mostrou um estudo sobre as principais características das propriedades químicas e físicas da ilmenita, sendo relacionada por um modelo cristalográfico do mineral, e das espécies iônicas nesta amostra. Neste artigo utilizou as técnicas experimentais de caracterização como: Difração de Raios-X, Microscopia Eletrônica e Espectroscopia Dispersiva de Energia (EDS). A amostra analisada por estas técnicas obteve no difratograma de raios-X, as concentrações dos compostos contido na amostra foram; ilmenita de 67,4%, Pseudorutilo de 26,9% e Pseudobrookita 5,7% respectivamente. E com o refinamento de Rietveld foi possível quantificar as fases existente na amostra, bem como exibir os picos que coincidir com o padrão de dispersão na estruturas. A integração dos dados obtidos pelo MEV e EDS, foram fundamentais para a caracterização da ilmenita.

Palavras-chave: Ilmenita; Difratograma de Raios-X; Microscopia Eletrônica de Varredura; Espécies Iônicas.

CHARACTERIZATION OF ILMENITE USING X-RAY DIFFRACTION AND SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

ABSTRACT: The mineral ilmenite (FeTiO_3) is an oxide of iron and titanium and abundant most common occurrence, and with theoretical composition of Fe (36,8%), Ti (31,6%), O (31,6%) and the colour features ilmenite iron, rhombohedral and hexagonal crystallization. The oxidation of mineral ilmenite is common and due to this, there occurs the transformation of Fe^{2+} to Fe^{3+} . A crystalline form of ilmenite changes into an amorphous mixture FeO , Fe_2O_3 and TiO_2 , because of the weathering this process is very slow. This work shows a study on the main characteristics of the chemical and physical. Properties of ilmenite, being related by a crystallographic model of the mineral, and the ionic species in this sample. In this article the experimental techniques are used for characterization of X-ray diffraction, electron microscopy and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). The obtained sample, made by the technique of X-ray diffraction, has the concentrations of the compounds ilmenite 67.4%, 26,9% in PseudoRutile and 5,7% in Pseudobrookite. In close cooperation with Rietveld, it became possible to quantify the refinement of the existing phases in the sample, as well as

showing the peaks that match the pattern of dispersion in structures. The integration of obtained data from SEM and EDS was essential for the characterization of ilmenite.

Keywords: Ilmenite; X-Ray Diffraction; Scanning Electron Microscopy; Ionic Species.

1 INTRODUÇÃO

O mineral pode desenvolver suas formas estruturais e geométricas, em que consiste na manifestação externa do arranjo interno de seus átomos. Considerando que a formação da estrutura cristalina de cada mineral, tem a sua influencia na formação geológica.

A formação das estruturas mineralógica depende do espaço e tempo disponível para o crescimento do mineral e, associados á sua composição química, determinam as suas propriedades físicas e químicas. Mas, alguns minerais dependem da localização da ocorrência rochosas; já outro minério tem predominância em areias de praia escuras (negras) e comumente classificadas como monazíticas.

A monazita é um fosfato de metais de terras raras e de tório, essencialmente (Ce, La, Y, Th)PO₄, que se concentra nas areias, em razão de sua resistência ao intemperismo químico e à alta densidade relativa, estando, assim, associada com outros minerais resistentes e pesados, como a magnetita (Fe₃O₄), a ilmenita (FeTiO₃), o rutilo (TiO₂) e o zircão (ZrSiO₄) [1]. A ilmenita possui uma estrutura cristalina hexagonal derivada da hematita α -Fe₂O₃, comparável ao do coríndon α -Al₂O₃, mas com dois elementos (Fe e Ti), que desempenham papéis idênticos na sua formação, alternando em pares na forma de íons Ti⁴⁺ e Fe²⁺ em camadas alternadas entre as camadas de átomos de O, com coordenação octaédrica, e perpendiculares aos eixos ternários, formando assim camadas alternadas de cátions perpendiculares a estes eixos.

As ilmenitas naturais, com quantidade de hematita na solução sólida depende da temperatura de cristalização, da velocidade de resfriamento e do grau de reequilíbrio do subsólidos. A relação complica-se pela transição antiferromagnético-paramagnética no membro extremo rico em hematita. A ilmenita é encontrada, frequentemente, em filões ou massas grandes como um produto de segregação magmática, associada com a magnetita.

Convém dizer, a presença do magnésio e do manganês no lugar do átomo de ferro na estrutura da ilmenita deve-se ao valor do raio atômico semelhante a do ferro e por serem ambos os cátions bivalentes [2]. Observou experimentalmente em altas temperaturas, ocorre uma solução sólida completa entre ilmenita e hematita, mas, em baixas temperaturas desenvolve-se uma lacuna na miscibilidade, diminuindo a solubilidade da hematita na ilmenita com a diminuição da temperatura.

A ilmenita associada com magnetita, o zircão e a monazita são minerais frequentemente encontrados em muitas rochas e também como um dos constituintes das areias pretas. O mineral da ilmenita quando está agrupado com o minério de ferro, pode haver muita dificuldade no processo mecânico de fundição [3].

As principais reservas do mineral de ilmenita são a de Mataraca, na Paraíba, responsável por 64% da ilmenita e 52% de rutilo (TiO₂), podendo ser produzidas, 120.000 t/ano, com vida útil de aproximadamente 18 anos. Outras reservas importantes estão localizadas no litoral norte do Estado do Rio de Janeiro, nos municípios de Itabapoana e Guaxindiba; no Espírito Santo, em Guarapari e Aracruz; e na Bahia, municípios de Prado e Cumuruxatiba, no município de São Jose do Norte, Rio Grande do Sul.

O método de Rietveld é uma técnica robusta para a análise quantitativa de fases minerais, através da difração de raios x. Logo, é uma ferramenta importante e também usualmente utilizada no estudo de materiais policristalinos. O método baseia-se na aproximação instrumentais e da amostra analisada; obtidos por meios matemáticos, afim de descrever a forma do padrão total de difração, esse é recolhido através do método do pó [4].

Este trabalho propõe um estudo sobre as propriedades física e química do mineral da ilmenita, a influência na composição química e as impurezas que podem interferir na formação da estrutura cristalina da ilmenita, bem como as interações existentes entre os íons destes minerais. A utilização da análise de Difração de Raios-X com o método de Rietveld permitiu a identificação das fases e quantificação dos elementos químicos presente no mineral.

2 TEORIA APLICADA

2.1 Mineralogia e a química da ilmenita

A ilmenita é um mineral que contém óxido de ferro e titânio (FeTiO_3) com composição teórica de ferro (Fe) de 36,8%, de titânio(Ti) de 31,6% e oxigênio de 31,6%. É um mineral, quando ainda encontra-se na natureza rochosas tem cor predominante preta, e outras características físicas desse mineral são: (dureza 5,0 a 6,0 Mohs; densidade 4,5 a 5,0; brilho metálico; transparência opaca; clivagem ausente; fratura conchoidal; susceptibilidade Magnética fraca). Conforme a Figura 1 abaixo observaram estas características físicas desse mineral proveniente das areias negras de Pedra de Pernambuco/PE.



Figura 1. Ilmenita proveniente da Pedra de Pernambuco.

A classificação mineralógica, da ilmenita que pertence ao subgrupo ilmenita do grupo hematita, cuja fórmula geral é MTiO_3 , onde o “M” pode ser um dos metais: ferro, magnésio, zinco ou manganês. Pertencem ao mesmo subgrupo, os minerais: ecandrewsita (óxido de titânio, zinco, ferro e manganês); geikielita (óxido de titânio e magnésio) e a pyrophanita (óxido de titânio e manganês). Os principais minerais acessórios da ilmenita são: zirconita, hematita, magnetita, rutilo, espinélio, albita, apatita, monazita, calcita, microclina, olivina, pirrotita, biotita e quartzo [5].

As transformações que ocorrem nos íons de ferro Fe^{2+} em Fe^{3+} é comum devido à oxidação do mineral. A forma cristalina da ilmenita altera-se para uma mistura amorfa FeO , Fe_2O_3 e TiO_2 , segundo um processo de intemperismo muito lento. A oxidação e, posterior, lixiviação do ferro, pela ação da água, resulta em um aumento do teor de TiO_2 . O produto final dessa alteração pode ser rutilo, anatásio ou leucóxênio. Este último corresponde a um estágio muito avançado de alteração da ilmenita, apresentando-se como um mineral de cor cinzenta e brilho

baço. As espécies resultantes da alteração da ilmenita são conhecidas como minerais secundários de titânio [6].

Em geral, o ferro sólido encontrado na natureza, usando no preparo das ligas metálicas, é o estado mais reduzido enquanto que o íon férrico é o mais oxidado. E a termoquímica do sistema de ferro sólido que envolve a formação de íons oxidante e redutores além das espécies hematita e pirita.

A flutuação de valência entre ferro e o titânio (Fe) e (Ti) no mineral da ilmenita (FeTiO_3), torna-se fenômeno importante devido especialmente sob condições extremas; principalmente sob alta pressão. Evidencia o mecanismo de redistribuição de carga entre Fe^{2+} e Ti^{4+} para Fe^{3+} e Ti^{3+} , é decorrente da variação do local e da estrutura da ilmenita e das condições de altas pressões. A Figura 2 representa a estrutura cristalina do mineral da ilmenita (FeTiO_3), com cátions de Fe e Ti que alterna na ordenação de Fe-Ti e sítios de vacancias vazios ao longo de um romboedro no eixo c.

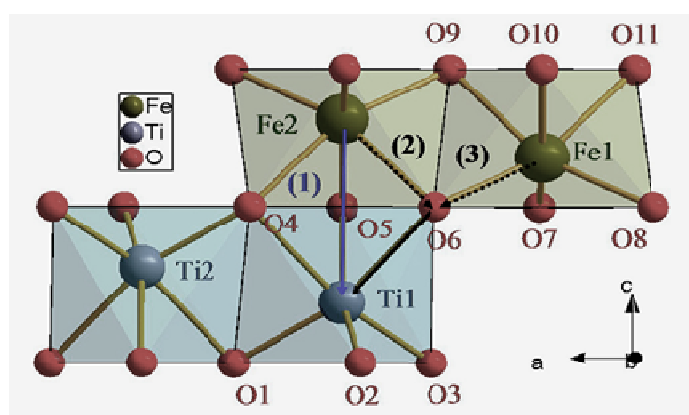


Figura 2. Estrutura do mineral ilmenita com transferências de cargas entre FeO_6 e TiO_6 e com possíveis caminhos octaedros [7].

A interação que ocorre entre um metal a outro metal na estrutura cristalina, e o compartilhamento de dois octaedros adjacentes, é devido uma pressão externa aplicada. E a s transferencias de cargas e a interação das valências nos orbitais d do ferro e do titânio que estende aos lóbulos de toda face comum do cristal.

2.2 Propriedade magnética do mineral ilmenita

Na ilmenita natural, a quantidade de hematita na solução solida depende da temperatura de cristalização, da velocidade de resfriamento e do grau de reequilíbrio do subsólidos, e da reação entre os dois minerais. A relação complica-se pela transição antiferromagnética e paramagnética no membro extremo rico em hematita [8].



A dependência da estrutura de ilmenita está diretamente relacionada em função da temperatura e pressão; já a e composição é fortemente acoplado as propriedades eletrônica, magnéticas e ópticas. A estrutura magnética da hematita é antiferromagnético dentro do plano (0001) e todos os momentos do Fe^{3+} estão alinhados em paralelo, e alternado ao plano (0001) que são oposto a magnetização, e com imperfeito acoplamento antiferromagnético. A ilmenita também é antiferromagnética e os momentos magnéticos também estão alinhados em paralelo ao eixo do plano (0001) [9].

Na ilmenita os átomos de Fe^{+2} estão posicionados na camada A na sub-rede cristalográfica, e os átomos de Ti na sub-rede na camada B. Dessa forma, ocorre o acoplamento antiferromagnético através das camadas A e B. O deslocamento de um elétron do átomo da célula unitária, sendo o dobro do deslocamento da célula unitária cristalográfica na direção do plano (0001); isso é decorrente que a ilmenita está abaixo da temperatura de Néel de 57 K.

No mineral da ilmenita o estado do acoplamento dos spins no ferromagnético, há uma serie de ordenações possíveis entre o Fe^{+2} e Ti^{4+} e Fe^{+3} e Ti^{3+} como é observada na Figura 3 abaixo. Porém no estado antiferromagnético ions ferroso Fe^{2+} os spins estão alinhados dentro de uma bicamada e sequencialmente alinha-se também entre as bicamadas. Salientando que, este estado do ions Fe^{+2} descreve este comportamento tanto para o ferromagnético quanto o antiferromagnético; conseqüentemente, ocorre devido á diferencia de simetrias que rotaciona nos arranjos formados, e podem convergir para um estado metaestável no interior das células contendo quatro unidades fórmula FeTiO_3 .

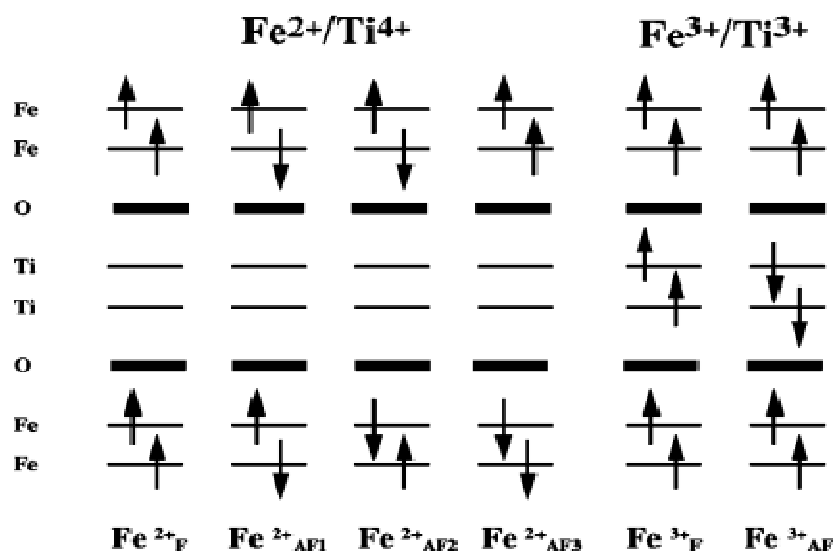


Figura 3. Estados de spin quando rotaciona de um estado para outro com as seguintes estruturas: Fe^{2+} e Ti^{4+} , Fe^{3+} e Ti^{4+} [10].

3 METODOLOGIA APLICADA

3.1 Difração de Raios - X (DRX)

No preparo da amostra de ilmenita, a mesma foi submetida à trituração até ser transformada em pó, este procedimento foi inicialmente feito no laboratório do Departamento de Física/CCEN, em seguida, dando continuidade o método experimental a outra parte foi feito, no CETENE esta amostra foi posta no moinho do tipo SPEX, e pulverizada, logo em seguida, a síntese foi feita através de análises por difração de raios-x (DRX), usando um difratômetro de raios X modelo SHIMADZU XRD – 6000, com radiação de $\text{Cu} - \text{K}\alpha$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), com tensão de 40 kV, Os ensaios foram realizados à temperatura de 298K e corrente de 30 mA, foram adquiridos nos intervalos angulares $0^\circ \leq 2\theta \leq 120^\circ$, com passo $\Delta(2\theta) = 0,02^\circ$ e $\Delta t/\text{passo}(2\theta) = 4 \text{ s}$ representando um tempo total de aquisição de 14 h 34 min.17s realizado no CETENE (Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste) no estado de Pernambuco.

3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi aplicada para fazer análise da morfologia dos pós do mineral ouro negro. A marca do fabricante de equipamento da Microscopia Eletrônica de Varredura MEV - QUANTA 200 FEG, este aparelho ficar localizado no CETENE (Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste) no estado de Pernambuco.

Possuindo um integrador de EDS (espectroscopia por dispersão de energia de raios X) junto com o Microscópio Eletrônico de Varredura, onde previamente às amostras foram recobertas por um filme de ouro, seguindo metodologia tradicional da técnica, através de um processo de pulverização catódica (Sputtering), com um metalizador da marca SC-701 QUICK COATER com uma espessura de camada de ouro fina de 20 nm e uma corrente de 5- 6 A durante um tempo de 2 minutos para melhorar a condutividade elétrica na superfície, uma boa homogeneidade dos íons no material do alvo pode provocar colisões entre os átomos do material com o feixe de elétrons, conduzindo uma boa visualização nas amostra observada no MEV. Em seguida, as amostras foram adicionadas nos pequenos recipientes de metal e levadas para o equipamento, e depois ser analisada no (MEV).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Difratoograma de Raios-X e Microscopia Eletrônica

4.1.1 Difração de Raios -X

O espectro de difratometria de Raios-X da amostra de Ilmenita e com fórmula estrutural FeTiO_3 é apresentado na Figura 4a com a sua quantificação ilustrada nas Figuras 4 b e 4 c abaixo com os respectivos dados de refinamento de Rietveld. O resultado da Difração de Raios-X revelou que nesta amostra extraída no município de São Pedro do Cordeiro/PE, na sua constituição química mineral o principal pico é da Ilmenita, e o segundo pico mais evidenciado é o do Pseudorutilo e o terceiro e menor pico do difratograma é Pseudobrookita.

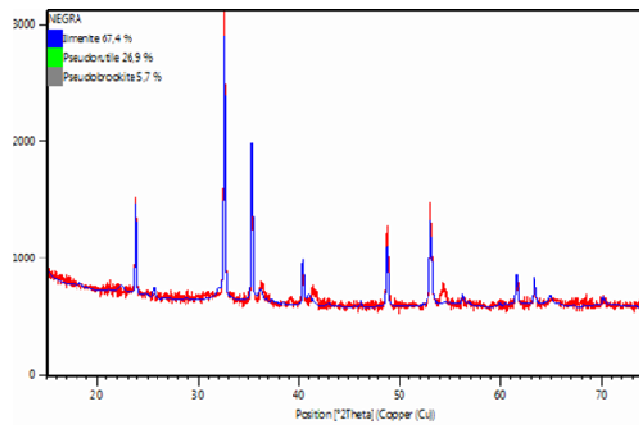
A utilização do programa de X'pert HighScore foi essencial para fazer o refinamento e também quantificar e estimar em termos de percentual a quantificação das fases na amostra analisada. Logo, a maior concentração nesta amostra é de ilmenita de 67,4%, Pseudorutilo de 26,9% e Pseudobrookita 5,7%; conforme esta representado do difratograma de Raios-x descrito abaixo.

A intregalização e combinação das técnicas de Difração de Raios-X,MEV e EDS, foram fundamentais para caracterização mais precisa da inclusão na amostra. Conformese observa no difratograma de Raios-X, os maiores picos concentra-se na ilmenita, significando que a intensidade dos picos referem-se o átomo de ferro, indicando que a conversão de ilmenita em ferro e oxido de titânio de maneira satisfatoria.

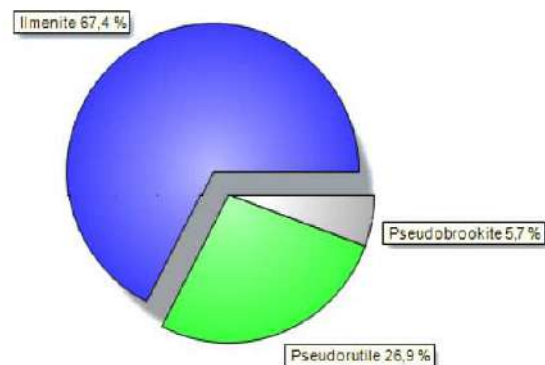
Os picos menores estão relacionados à pseudobrookita, isto é decorrente ao processo oxidativo da natureza, e dos elementos que podem entrar nesses sítios são Fe^{2+} , Fe^{3+} Mn, Cr, e Ti. Porém, as diferenças entre os compostos existentes na amostra estar estam relacionadas às impurezas contidas no proprio composto, e por sua vez, estão relacionadas à origem da ilmenita.

Com as informações obtidas pelo refinamento de Rietveld e os compostos encontrados na amostra, é possível ter parâmetros de rede da célula unitária a saber:

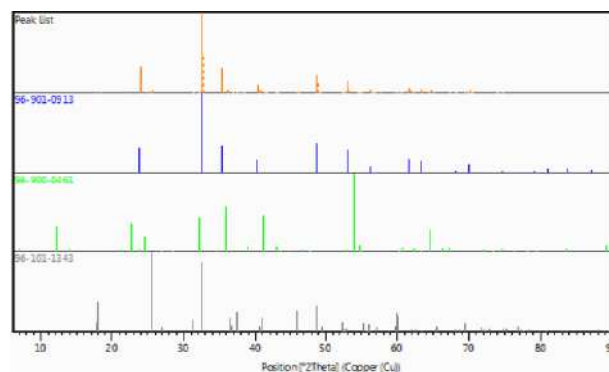
- Ilmenita: $a=5,088000 \text{ \AA}$; $b=5,088000 \text{ \AA}$; $c=14,088750 \text{ \AA}$.
- Pseudorutilo: $a=14,375000 \text{ \AA}$; $b=14,375000 \text{ \AA}$; $c=4,781513 \text{ \AA}$.
- Pseudobrookite: $a=3,732399 \text{ \AA}$; $b=9,722015 \text{ \AA}$; $c=10,029670 \text{ \AA}$.



a.



b.



c.

Figura 4. a. Difratoograma de Raios-X(DRX) na amostra de ilmenita natural;
b. Quantificação de cada composto na amostra pelo refinamento de Rietveld;
c. Difratoograma de Raios-X com os picos pertencentes a cada composto, Ilmenita, Pseudorutila e Pseudobrookila.

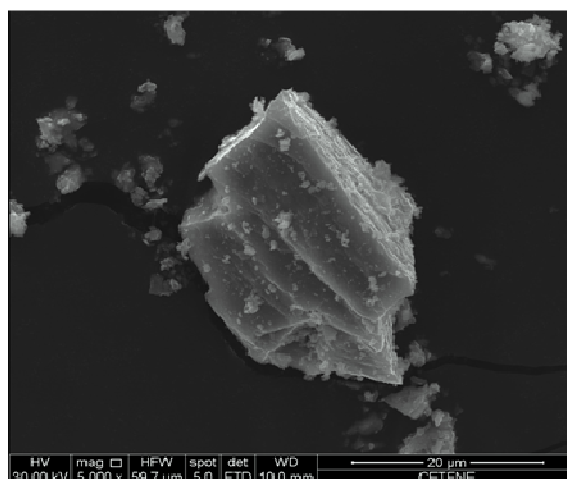
Tabela 1. Descrição dos resultados difratograma de Raios-x a partir da Figura 4.

NO	Ref. Code	Composto	Contagem	Fórmula Química	Fat escala	Despl. [°2th]
1	96-901-0913	Ilmenita	34	FeTiO ₃	0.345	0.003
2	96-900-0461	Pseudorutilo	5	TiO ₂	0.014	-0.129
3	96-101-1343	Pseudobrookita	11	Fe ₂ TiO ₅	0.151	-0.098

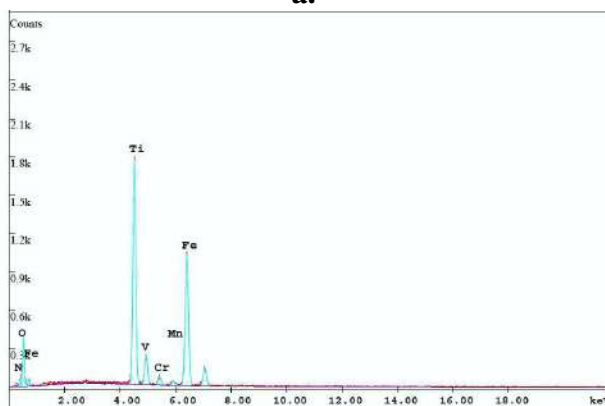
O método de Rietveld fornece a quantificação de fases, expressada por meio da concentração em massa como foi possível ter verificado para o mineral da ilmenita e sua fase presente, bem como as mistura de componentes contida neste mineral. O refinamento de Rietveld mostrou a parte proposição de uma estrutura conhecida. Logo, observou nos padrões de difração obtidos os picos localizados em 32° e 34°, pertencente a ilmenita, está bem definido representado um bom grau de Cristalinidade desse mineral.

4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e EDS

O mineral de ilmenita torna-se abundante em determinadas localizações distintas, no estado de Pernambuco no município São Pedro do Cordeiro. Para mostrar a superfície topográfica e os elementos químicos mais dominante utilizou-se das técnicas de MEV e EDS, que produziu as seguintes imagens das Figuras (5 a, 5 b, 6 a, 6 b e 7 a e 7 b) respectivamente nas condições do meio ambiente.



a.

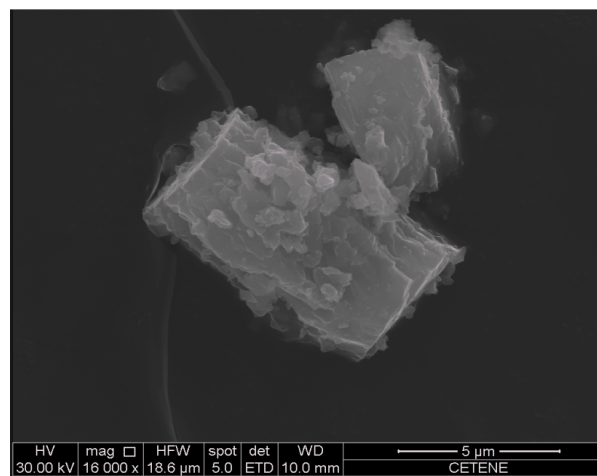


b.

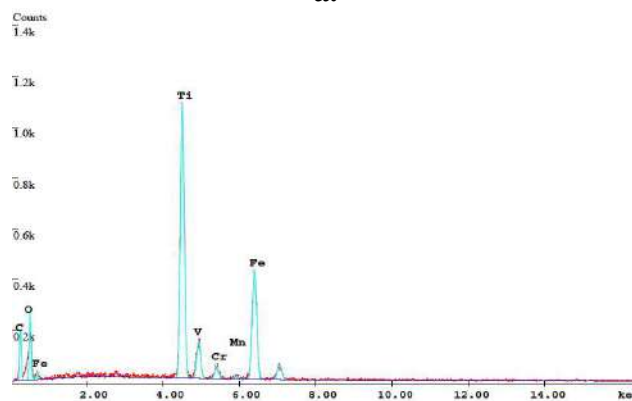
Figura 5. a. MEV da ilmenita (PE) com simetria geométrica de formato de agulhas e canais ocultos; b. Análise elementar do EDS da ilmenita

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a Espectroscopia Dispersiva de Energia (EDS) foram utilizadas para caracterizar a superfície da amostra do mineral em estudo ilmenita em relação às suas propriedades e composição. Os processos de transições de fases, que normalmente ocorrem no mineral, são para formação cristológica do pseudorutilo ilmenita, pseudobrookite e ferro metálico.

Conforme estudos encontrados na literatura, a fase pseudobrookite durante o tratamento químico a redução carbotérmica, o íon ferroso no modo puro é a forma enriquecida do titânio [11]. Nesta imagem também expõe uma morfologia de inclusões de rutilo sob forma de agulhas, dispostas em arranjo trigonal perpendicular ao eixo cristalográfico. No espectro de EDS neste mineral sugere, além da predominância dos picos do Titânio e ferro, a presença também de Vanádio, Cromo, Oxigênio e Manganês, mas, o pico do Manganês neste espectro prevalece mais, pois nesse cristais tem estrutura circular alongada.



a.

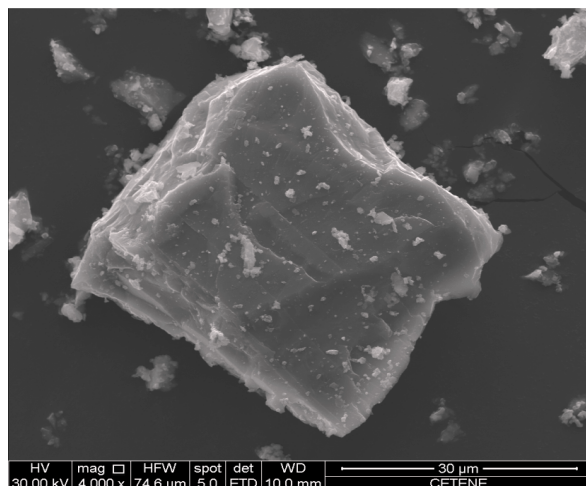


b.

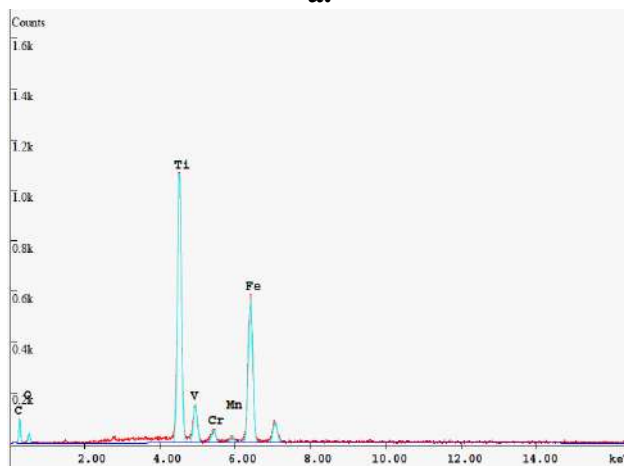
Figura 6. a. Imagem de MEV exibe forma cristalina da ilmenita com fratura e processo de oxidação dos íons de ferro; b. Espectro de EDS mostra a inclusão da ilmenita.

A imagem de MEV da figura 6a exibe grãos morfologicamente são irregulares e bastante fraturados. Nesta estrutura o mineral de ilmenita, inicia a fase de oxidação e observa-se uma superfície topográfica contendo pequenos nódulos de formato assimétrico, os quais formam uma camada fina de óxido com espessura em micrômetros. Salientando a magnetização de saturação da amostra das areias negras que corresponde às frações magnéticas tem origem nos óxidos de ferro ferromagnéticos. Esses dados mostram a rapidez da oxirredução de ferro sólido [12].

O espectro do EDS apresenta os picos bem acentuado do Titânio, Ferro e Oxigênio, indicando que o processo de oxidação, da ilmenita FeTiO_3 se transforma-se em hematita e rutilo dependendo da temperatura e da exposição da oxidação.



a.



b.

Figura 7. a. MEV da superfície do mineral de ilmenita; b. Análise de EDS da ilmenita e os picos que evidencia os elementos químicos.

A microestrutura da amostra da ilmenita da Figura 7a exibe uma boa uniformidade geométrica, porém com irregularidades na sua simetria. Nesta superfície cristalina observou-se que as distribuições entre os elementos de ferro e vanádio permitir uma homogeneidade de superfície do cristal.

Na Figura 7b verificou-se no espectro da análise elementar do EDS, há uma maior predominância do Titânio e Ferro. É claro que em alguns locais da ilmenita o ferro sólido podem também ser parcialmente substituído por outros átomos Mn, Mg, Cr, dependendo da localização da ocorrência mineralógica e também dependendo da temperatura e pressão da inclusão do mineral. Em todos os espectros de EDS e as imagens apresentadas neste trabalho, os picos dominante foram do Ti e Fe, denotando-se que há na estrutura cristalográfica da ilmenita um acoplamento antiferromagnético que ocorre entre duas camadas e separadas por uma camada de átomos de titânio em soluções sólidas entre FeTiO_3 - Fe_2O_3 .

5 CONCLUSÕES

As principais conclusões são as seguintes:

- A ilmenita é considerada um isolante, antiferromagnético na temperatura de Néel $T_n = 55\text{K}$;
- O comportamento do enriquecimento em óxido férrico no cristal da ilmenita acontece na oxidação do ferro sólido;
- Para fins de quantificação das fases fez uso do método de Rietveld, verificou tanto a fase da ilmenita e os demais elementos constituintes do mimeral, pelo qual a maior concentração de massa foi de ilmenita com a percentual de 67,4%;
- Através do MEV muitas inclusões de outros minerais (quartzo, e etc.) foram identificadas nos grãos de ilmenita, cujas presenças não interferem, também, na qualidade do concentrado da ilmenita;
- Os íons de Fe^{3+} e Fe^{2+} não são estáveis e apresenta fortes magnetismo;
- O Fe^{2+} se oxidada na forma de Fe^{3+} em uma fase sólida na qual fase ilmenita foi transformado em uma fase cúbica apresentado domínios magnéticos;
- A presença de Mg^{2+} e outras impurezas em ilmenitas naturais afetaram significativamente o comportamento de transição de fase.

6 AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste – CETENE e ao Departamento de Física da UFPE/CCEN pelo o apoio deste trabalho.

7 REFERÊNCIAS

1. Fan, X.; E Rowson, N. A., “The effect of $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ on ilmenite flotation”, Minerals Engineering, Vol.13, No.2, pp.205-215, 2000.
2. Doriguetto, A. C.; Fernades, N. G.; et al., Phys. Chem. Miner., Vol. 30, No. 249, 2003.
3. Tang X.; Hu K., “The formation of ilmenite FeTiO_3 powders by a novel liquid mix and $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ reduction process”, Journal of Materials Science, No. 41, Vol 23, pp. 8025–8028, 2006.
4. Alves , M. E. et al. “Rietveld based mineralogical quantitation of deferrified oxisol clays”, Soil Research, Vol.45, pp. 224-232, 2007.
5. Fu-Xiao, W. Y.; Wei F. “Phase transitions and reaction mechanism of ilmenite oxidation”, Metallurgical and Materials Transactions A, No. 41, Vol 5, pp. 1338–1348. 2010.
6. Miranda, J.M., Introdução ao Geomagnetismo, Univ. Lisboa, pp. 53, 1990.
7. P. W. C. Sarvezuk, “Estudo da Moagem de Alta-Energia do Sistema Fe-TiO_2 ”, Dissertação (Mestrado em Física), Universidade Estadual de Maringá, pp.80, Brasil, 2007.

8. Chen, S. W.; Huang, M. J.; et al., "Orbital structure of FeTiO₃ ilmenite investigated with polarization-dependent X-ray absorption spectroscopy and band structure calculations", *Applied Physics Letters*, No. 102, 042107, 2013.
9. Fujii, T.; Kayano, M.; et al., "Preparation and characterization of epitaxial FeTiO_{3+δ} films", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2004, pp. 272–276, 2010–2011.
10. Wilson, N. C. ; Muscat, J. ; et al., "Structure and properties of ilmenite from first principles" *Physical Review*, B 71, 075202 s2005d.
11. Zhang G, Ostrovski O. "Effect of preoxidation and sintering on properties of ilmenite concentrates [J]", *International Journal of Mineral Processing*, No. 64: pp.201–218, 2002.
12. Nascimento, L. ; Agostinho, L.C.L. ; et al., "Grouping Model in Fermi Surface Applied to Quasicrystals", *Revista Colombiana de Materiales*, Vol. 3, pp. 55-62, 2012.