

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

MANUAL DE CONTROLE DE QUALIDADE

RLI 0764



S U M Á R I O

- I - APRESENTAÇÃO
- II - INTRODUÇÃO
- III - OBJETIVOS E METAS
- IV - RECURSOS MATERIAIS, INSTALAÇÕES E EQUIPAMENTOS
- V - RECURSOS HUMANOS
- VI - NORMAS E PROCEDIMENTOS TÉCNICOS
 - VI.1 - MANUAL TÉCNICO DE ANÁLISES MINERAIS
 - VI.2 - TABELA DE SERVIÇOS
 - VI.3 - REQUISIÇÃO DE ANÁLISE
- VII - INTEGRAÇÃO MULTIDISCIPLINAR
- VIII - AUDITORIA E INSPEÇÃO
- IX - BIBLIOGRAFIA

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

I - APRESENTAÇÃO

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

II - INTRODUÇÃO

O Laboratório Central de Análises Minerais - LAMIN, com sua grande tradição na área de análises minerais, tem um papel fundamental na pesquisa geológica no Brasil. Sua experiência, embasada na herança trazida dos Laboratórios do DNPM, incorporados à CPRM quando da sua criação, vem sendo expandida com o natural desenvolvimento da CPRM. O LAMIN, com seus Laboratórios de Mineralogia e Raios-X, Sedimentologia, Bioestratigrafia, Espectrografia de Emissão, Ensaio por Fusão, Química de Elementos Traços e Química de Elementos Maiores, em conjunto com os Laboratórios das Superintendências Regionais, está capacitado a realizar uma ampla gama de análises minerais, dentro dos melhores padrões de qualidade técnica e prazos convenientes, sendo, portanto, peça básica no desenvolvimento do PLGB.

A par dessa sólida estrutura, o LAMIN vem desenvolvendo um programa de controle de qualidade, consubstanciado no presente Manual.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

III - OBJETIVOS E METAS

O Laboratório Central de Análises Minerais - LAMIN, da Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais - CPRM, com sua sede no Rio de Janeiro e seus laboratórios regionais em Goiânia, Belo Horizonte e Belém, está estruturado para oferecer total apoio analítico às pesquisas geológicas, especialmente, no que tange ao Programa de Levantamento Geológico Básico - PLGB.

A implantação do PLGB nas escalas de 1:100.000 e 1:50.000 gera uma grande demanda laboratorial. Um programa analítico dessa ordem, além de atender às finalidades intrínsecas do PLGB, serve de base de dados para litotecas regionais, bem como permite o estabelecimento de convênios com universidades visando o desenvolvimento de novos projetos e programas de treinamento em modernas técnicas analíticas e instrumentais, através de cursos e estágios, e serve de suporte para eventuais deficiências analíticas na área geológica. Assim, cumpram-se alguns dos objetivos desse Programa: a integração de órgãos e entidades do setor mineral e o aperfeiçoamento contínuo da qualidade do produto a ser fornecido à Comunidade Geológica, que pode fazer uso das informações obtidas através do DNPM.

O LAMIN, além de seu caráter normativo e de pesquisa e desenvolvimento de métodos, executa análises minerais dos mais variados materiais geológicos, visando a qualificação e quantificação de seus constituintes.

Dentre os principais tipos de análises executadas destacam-se:

- . análises mineralógicas: difratométricas de raios-X, termodiferenciais, calco gráficas;
- . análises sedimentológicas;
- . análises bioestratigráficas: macropaleontológicas, micropaleontológicas, palinológicas e organopalinológicas;
- . análises por fluorescência de raios-X;
- . análises espectrográficas de emissão;
- . análises químicas;
- . ensaios por fusão.

Dentro do plano de ação de PESQUISA E DESENVOLVIMENTO vem o LAMIN

introduzindo, constantemente, novas metodologias, ao lado da otimização das já existentes.

Um programa de controle de qualidade e de material de referência, através da utilização e confecção de padrões e análise sistemática de amostras de controle, vem sendo desenvolvido, paralelamente à normatização e padronização da metodologia analítica utilizada no PLGB.

Ainda dentro desse espírito, foi elaborado um Manual Técnico de Análises Mineraiis, constantemente atualizado, e que, no momento, vem sendo implementado, no sentido de sua utilização através de microcomputadores, visando facilitar a escolha do método de análise mais adequado para um determinado elemento, de acordo com o objetivo do trabalho.

Estudos para a criação de um Banco de Dados para agilizar a informação dos resultados analíticos e facilitar a localização das amostras físicas, estão em progresso, bem como um Banco de Dados Paleontológicos que será, inclusive, ampliado do âmbito da CPRM/DNPM para âmbito nacional.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

IV. - RECURSOS MATERIAIS, INSTALAÇÕES E EQUIPAMENTOS

1. SITUAÇÃO ATUAL

O LAMIN ocupa uma área de 1.977m². Seus laboratórios, além das instalações comuns de água, gás, corrente bifásica e trifásica, são dotados de ar comprimido, sistemas de exaustão, capelas, linhas de óxido nítrico e acetileno.

O seu equipamento compreende:

- . 2 britadores de mandíbula
- . 2 moinhos verticais com discos de ferro e cerâmica
- . 2 moinhos horizontais com discos de ferro e cerâmica
- . 1 moinho de placa oscilante Herzog com recipientes de carbureto de tungstênio e de aço
- . 1 moinho Spex mod. Shatterbox com recipientes de carbureto de tungstênio e aço
- . 1 prensa hidráulica semi-automática Herzog mod. HTP
- . 2 jogos completos de peneiras em aço inoxidável
- . 5 estufas Fanem de ar circulante
- . 15 estufas Heraeus
- . 2 fornos Denver Fire Clay, 7 fornos Blue-M
- . 5 balanças de torção Bethlehem e Roller-Smith
- . 15 balanças analíticas Sartorius, Mettler e Ainsworth
- . 2 espectrógrafos Jarrell-Ash, montagem Wadsworth 1,5m
- . 1 espectrógrafo Jarrell-Ash montagem Ebert 3,4m
- . 1 espectrógrafo ARL 0,75m
- . 1 microfotômetro Jarrell-Ash mod. 21000
- . 4 comparadores Jarrell-Ash
- . 2 fotoprocessadores Jarrell-Ash
- . 1 difratômetro de raios-X Philips mod. PW 1140
- . 1 espectrômetro de raios-X mod. PW 1540
- . 1 analisador termodiferencial Rigaku mod. Thermoflex
- . 3 espectrômetros de absorção atômica Perkin-Elmer mod. 5000 e 306
- . 1 espectrômetro de absorção atômica Varian mod. 1100 com acessório para geração de vapor mod. 65
- . 4 espectrômetros de absorção molecular Beckman mod. DB-G e 25 e Bausch-Lomb mod Spectronic 20

- . 5 medidores de íon específico Orion mod. 407A e 407 A/L
- . 1 determinador de enxofre Leco
- . 1 determinador de carbono Leco
- . 1 calorímetro adiabático PARR
- . 1 fluorímetro Jarrell-Ash mod. 26-000
- . 3 medidores de pH Metronic
- . 6 microscópios de polarização de luz transmitida Leitz mod. Dialux e Ortholux
- . 2 microscópios de polarização de luz refletida Leitz mod. Orthoplan
- . 1 microscópio de grande aumento de luz transmitida Zeiss mod. Universal
- . 1 aparelhagem de fotomicrografia de luz transmitida e refletida Zeiss
- . 9 lupas binoculares Leitz, Wild e Zeiss
- . 2 contadores de pontos Swift and Son e Formed mod. 100 G
- . 1 separador magnético Carpco
- . 3 separadores isodinâmicos Frantz
- . 1 terminal IBM

Além dos laboratórios de preparação de amostras em quase todas as suas Superintendências Regionais, a CPRM conta ainda com Laboratórios Regionais em Belo Horizonte, Goiânia e Belém, direcionados para o atendimento específico às solicitações analíticas mais frequentes dos projetos a seu encargo. Esses Laboratórios operam sob a supervisão técnica do LAMIN.

2. EXPANSÃO DA CAPACIDADE INSTALADA

Visando a atualização e ampliação da capacidade analítica, está prevista a aquisição de novo instrumental, o qual permitirá melhorar os limites de detecção e a gama de elementos analisáveis, de acordo com a seguinte prioridade:

2.1 - Prioridade I

- . Espectrômetro de raios-X PHILIPS PW 1606/00
- . Sistem 5000/ZEEMAN Programador HGA-400 com amostrador automático As-40 e acessórios
- . Espectrômetro de absorção atômica mod. 3030B
- . Gerador de hidretos mod. MHS-20 com acessórios
- . Determinador de Umidade mod. RMC-100
- . Medidor de íons mod. 407A/L com eletrodo de flúor e de referência junção simples
- . Britador
- . Moinho
- . Analisador de mercúrio MAS-50B

2.2 - Prioridade II

- . Espectrômetro de massa
- . Espectrômetro com fonte de plasma indutivamente acoplado
- . Microscópios
- . Determinador de enxofre
- . Microsonda eletrônica
- . Analisador de imagem
- . Difratorômetro de raios-X

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

V - RECURSOS HUMANOS

O quadro técnico do LAMIN conta com vinte e quatro técnicos de nível superior, sendo: cinco geólogos, quatro licenciados, nove engenheiros químicos e seis químicos; treze técnicos químicos e vinte e dois laboratoristas.

Visando sua permanente atualização, o quadro técnico do LAMIN vem recebendo treinamento segundo padrões locais e internacionais. Com a implantação do PLGB foi dada ênfase à área de Recursos Humanos, sendo desenvolvido um Plano Diretor de Treinamento. Segundo esse Plano está previsto tanto o treinamento tático quanto o estratégico.

Do ponto de vista do treinamento tático o Laboratório vem participando de vários workshops, encontros, seminários, congressos e cursos rápidos, bem como cursos a nível de Básico I e pós-graduação em Universidades, enquanto no treinamento estratégico estão previstos cursos a nível de Básico I e II, seja na própria CPRM, seja nas Universidades, além de participação em congressos e simpósios. Ao mesmo tempo o Laboratório vem utilizando sua experiência no treinamento de pessoal da própria CPRM, DNPM e outras instituições, através de estágios especializados.

Cumpre-se, assim, uma das principais filosofias do PLGB, que é a formação de pessoal técnico especializado.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

VI - NORMAS E PROCEDIMENTOS TÉCNICOS

VI.1 - MANUAL TÉCNICO DE ANÁLISES MINERAIS

SUMÁRIO

	<u>Seção</u>
Preparação de amostras para Análises Química e Instrumental	A
Mineralogia	B
Difração de Raios-X	
Calcografia	
Análise Termodiferencial	
Sedimentologia	C
Bioestratigrafia	D
Fluorescência de Raios-X	E
Espectrografia Ótica de Emissão	F
Química de Elementos Traços	G
Química de Elementos Maiores	H
Ensaio por Fusão	I
Controle de Qualidade	J

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE QUÍMICA
E INSTRUMENTAL

1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

O Laboratório de Preparação de Amostras realiza rotineiramente os seguintes tipos de preparação:

1.1 - PREPARAÇÃO PARA ANÁLISE GEOQUÍMICA

ROCHAS: As amostras são britadas a 3mm e quarteadas, se necessário; a quantidade adequada para a análise é pulverizada em moinho de discos de porcelana a menos 200 malhas (especificação ABNT nº 200).

SÓLOS E SEDIMENTOS DE CORRENTE: As amostras são secadas em estufa, desagregadas e peneiradas a 80 malhas (especificação ABNT nº 80), quarteadas se necessário, e a quantidade adequada para análise pulverizada a menos 100 malhas (especificação ABNT nº 100) ou a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140), no caso de solicitação de análise espectral.

CONCENTRADOS DE BATEIA: Procede-se à concentração de pesados por bromofórmio nas amostras, antes da pulverização e, quando solicitado, é também realizada a separação em frações granulométricas e/ou magnéticas. No caso de solicitação explícita do interessado, a separação de pesados não é realizada e aplica-se diretamente o esquema de pulverização: as amostras pesando até 50g são totalmente pulverizadas em gral de ágata ou mullita, a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140). Amostras com peso superior a 50g são totalmente pulverizadas em moinho de discos de porcelana a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140).

VEGETAL: Cerca de 50g da amostra (folhas e/ou caules) são calcinados a 600°C, e a cinza obtida é totalmente pulverizada em gral de ágata.

1.2 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DE ROCHAS, MINERAIS E MINÉRIOS PARA ANÁLISE QUANTITATIVA

As amostras são britadas a 3mm, quarteadas se necessário, e a quantidade adequada para análise é pulverizada. A granulometria final é de menos 200 malhas (especificação ABNT nº 200), ou de menos 250 malhas (especificação ABNT nº 230) para amostras tipo cromita, mica, ilmenita, rutílo e molibdenita.

1.3 - PREPARAÇÃO PARA ENSAIOS POR FUSÃO

Amostras pesando até 1kg são britadas a 3mm, e totalmente pulverizadas a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140), e quarteadas para obtenção de uma alíquota de 300g.

Amostras com peso superior a 1kg são britadas a 3mm, totalmente pulverizadas a menos 20 malhas (especificação ABNT nº 20), quarteadas, e a metade pulverizada a menos 65 malhas (especificação ABNT nº 70), é quarteada até obter uma alíquota de 300g a qual é pulverizada a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140).

As amostras de aluvião contendo muito material estéril poderão ser submetidas à concentração por bromofórmio, antes da pulverização, se houver solicitação específica. As amostras pulverizadas são peneiradas e quaisquer partículas metálicas são separadas para análise em paralelo.

MINERALOGIA

O Laboratório de Mineralogia realiza análises difratométricas de raios-X, termodiferenciais (DTA) e calcográficas.

1. DIFRAÇÃO

As análises por difração de raios-X são utilizadas para identificações mineralógicas visando, no caso de análise padrão, à determinação de grupos, famílias ou séries. Análises especiais mais detalhadas podem ainda determinar espécies. Utiliza-se o método de pó, no qual a amostra é moída a aproximadamente menos 200 malhas. O registro pode ser gráfico (análise padrão) ou fotográfico (geralmente para quantidade muito pequena de amostra). Para materiais contendo vários componentes é necessária a aplicação de técnicas de separação, para que se possa obter um resultado detalhado sobre sua composição.

2. ÍNDICE DE CRISTALINIDADE DA ILLITA

A presença de argilominerais nas rochas sedimentares e epimetamórficas, permite determinar a evolução diagenético-metamórfica de um sedimento. Segundo Kubler (1964) a illita é um argilomineral que permite relacionar o seu grau de cristalinidade com a variação de temperatura, a qual o sedimento foi submetido. A determinação do índice de cristalinidade da illita é uma medida simples e absoluta da largura a meia altura do pico de 10Å° do difratograma de raios-X.

O índice de cristalinidade da illita para determinar a evolução de um sedimento em direção ao metamorfismo, deve ser acompanhado de outros parâmetros tais como: determinação dos polimorfos da illita, da sua composição (magnesianas e ferríferas consideradas com reservas), aspectos texturais em lâminas petrográficas, análises químicas e observações de campo.

3. TAXA DE GRAFITIZAÇÃO

As partículas de matéria orgânica disseminadas nas rochas sedimentares sofrem uma evolução no seu grau de organização, em função do grau de diagenese ou metamorfismo a que são submetidas, chegando num estágio final à formação de grafita. Esta evolução pode ser acompanhada por estudos difratométricos e pela medida da taxa de grafitização, que é um índice empírico definido, segundo Ragot, como:

$$g = \frac{3,44 - d_{00,2}}{3,44 - 3,354}$$

o qual assume valor 1 para grafita.

Estudos comparativos dos valores assumidos por g, bem como do grau de resolução das raias de difração permitem estimar a paleotemperatura à qual foi submetido o sedimento.

4. ANÁLISE TERMODIFERENCIAL

As análises termodiferenciais se aplicam principalmente à complementação de estudos de argila, bauxita e calcário, as quais são normalmente precedidas de análise por difração de raios-X. Em caso de outros materiais o LAMIN deverá ser previamente consultado.

O material a ser analisado é pulverizado a aproximadamente menos 200 malhas, sendo suficiente uma pequena quantidade de material (aproximadamente 50 mg).

5. CALCOGRAFIA

As análises calcográficas consistem no estudo de minerais opacos em seção polida, utilizando-se microscópio de polarização com luz incidente.

Estas análises compreendem a determinação dos minerais opacos,

bem como a sua descrição, incluindo texturas, alterações, paragênese, etc.

Em casos especiais, os quais implicam em consulta prévia ao LAMIN, poderá ser feita a determinação quantitativa dos minerais opacos através de análise modal.

SEDIMENTOLOGIA

O Laboratório de Sedimentologia efetua análises diversas em sedimentos detríticos não consolidados.

1. ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS PESADOS

A análise mineralógica de minerais pesados é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos, complementados por métodos químicos. São determinados ouro, columbita-tantalita, cassiterita, scheelita, ilmenita, topázio, corindon, monazita, xenotímio, zircão, magnetita, rutilo, cromita, pirita, calcopirita e granada, entre outros minerais pesados. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa.

Este tipo de análise é precedido de uma concentração de pesados e uma separação magnética e eletromagnética.

1.1- ANÁLISE QUALITATIVA:

Consiste na determinação dos diferentes minerais constituintes, indicando os de interesse econômico e fornecendo dados genéticos e subsídios para mapeamento geológico. Os resultados são fornecidos nas seguintes faixas percentuais:

> 50%

5 - 50%

< 5%

1.2- ANÁLISE SEMIQUANTITATIVA:

É indicada para obter maior detalhamento da ocorrência de minerais de interesse econômico. O resultado é dado nas seguintes faixas percentuais.

> 75%
50 - 75%
25 - 50%
5 - 25%
1 - 5%
< 1%

1.3 - ANÁLISE QUANTITATIVA

É indicada para quantificação de minerais de interesse econômico, para determinação de sua dispersão, assim como dos minerais significativos do ponto de vista petrogenético. O resultado é dado, até a 2ª casa decimal, em peso (grama) ou porcentagem.

2. ANÁLISE MINERALÓGICA DE OURO

A análise mineralógica de ouro é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos sendo, de acordo com o caso, utilizados métodos químicos. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa, nas faixas mencionadas no item 1.

Este tipo de análise é precedido de uma concentração de pesados.

3. TABELA DE PINTAS DE OURO

A análise é feita por meios óticos, assim como por outros métodos físicos. O resultado é apresentado na forma de uma tabela numérica indicando a quantidade de pintas catadas, seu peso e o peso médio da pinta em diferentes granulometrias. Os pesos são dados até décimo de miligrama.

A análise possibilita, por comparação visual no campo, uma avaliação microrregional do ouro.

4. DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE OURO POR AMALGAMAÇÃO

A análise é feita pelo método de amalgamação do ouro e posterior ataque com ácido nítrico, para dissolução do mercúrio e liberação do ouro. O ouro, após lavagem com água e secagem, é pesado, sendo o resultado dado até décimo de miligrama.

Embora o método utilizado seja químico, o controle da análise é feito por meio físico: microbateamento para verificação ótica da presença de ouro, sendo considerada estéril apenas a amostra que, após dois microbateamentos sucessivos, não apresentar ouro visível.

5. ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS LEVES

A análise mineralógica de minerais leves é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos, complementados por métodos químicos. São determinados quartzo, diferentes feldspatos, diferentes carbonatos, berilo e mica, entre outros minerais leves. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa, sendo as indicações e respectivas faixas como as mencionadas no item 1.

6. FOTOMICROGRAFIA

A fotomicrografia de minerais é feita em microscópio, estereoscópio ou microscópio de polarização.

7. GRANULOMETRIA

A granulometria para sedimentos de diâmetro superior a 62μ é efetuada por peneiramento para seixos, grânulos, areia muito grosseira, grosseira, média, fina e muito fina, em sedimentos friáveis.

A granulometria para sedimentos de diâmetro inferior a 62μ é efetuada por velocidade de deposição em água, usando-se o método de pipeta, baseado na lei de Stokes, para silte muito grosseiro, grosseiro, fino e muito fino, e argila muito grosseira, grosseira, fina e muito fina. O resultado é dado em porcentagem e porcentagem cumulativa, até a 2ª casa decimal.

8. ARREDONDAMENTO E ESFERICIDADE

O arredondamento e a esfericidade de grãos são determinados por meios óticos. O resultado é dado em porcentagem até a 2ª casa decimal. Os valores do arredondamento médio e da esfericidade média também são fornecidos.

9. TEXTURA SUPERFICIAL

A textura superficial de grãos é determinada por meios óticos. O resultado é dado em porcentagem até a 2ª casa decimal.

10. DETERMINAÇÃO DE PESO ESPECÍFICO

A determinação de peso específico é feita por deslocamento de volume.

BIOESTRATIGRAFIA

O Laboratório de Bioestratigrafia realiza as seguintes análises: macropaleontológica, micropaleontológica, palinológica e organopalinológica, com a finalidade de identificar os vários tipos de fósseis, quer animais ou vegetais, e sua aplicação na estratigrafia, mapeamento geológico, ambiente, estudo dos carvões, etc. Realiza ainda fotomicrografias.

1. ANÁLISE MACROPALEONTOLÓGICA

Identificação de macrofósseis (animais e vegetais), frequência, habitat e idade geocronológica.

2. ANÁLISE MICROPALEONTOLÓGICA

Identificação de microfósseis (foraminíferos, ostrácodes, diatomáceas, espongiários-espículas, nanofósseis, conodontes, escolecodontes, etc.), frequência, modo de ocorrência e idade geocronológica.

Este tipo de análise requer preparação especial por meio de reagentes químicos, com a finalidade de isolar os microfósseis do sedimento que os contém e posterior montagem em lâminas especiais. De acordo com o grupo fóssil que se deseja investigar há determinado método de preparação e de confecção de lâminas. A principal utilização deste tipo de análise é no estudo de calcários, fosfatos, folhelhos e areias.

Após montados em lâminas, os microfósseis são estudados sob microscópio de pequeno aumento (até 50X) e de grande aumento (até 800X).

3. ANÁLISE PALINOLÓGICA

Identificação genérica e específica de esporos, pólenes e algas, frequência, filiação ao grupo vegetal (no caso de pólenes e esporos), ambiente de deposição e idade geocronológica.

Este tipo de análise requer cuidadosa e demorada preparação. A amostra deve ser submetida a ataques químicos por meio de vários reagentes (HF, HCl, HNO₃, H₂O₂, KClO₃, etc.), a fim de isolar a matéria orgânica do sedimento.

A seguir o resíduo é submetido a centrifugações sucessivas, a fim de separar os palinomorfos, que serão montados em lâminas transparentes e estudados sob microscópio de grande aumento (até 1000X).

Várias técnicas são usadas em função do estado de preservação dos exemplares fósseis e do tipo de rocha que os contém.

Este tipo de análise é um dos mais usados uma vez que engloba quase todos os tipos de sedimentos (calcários, folhelhos, arenitos, etc.), reunindo uma grande variação de grupos fósseis de dimensões muito reduzidas, não reconhecíveis a olho nú, e bastante resistentes ao intemperismo.

Tem grande aplicação no estudo do carvão e dos folhelhos negros carbonosos.

4. FOTOMICROGRAFIA

Fotografias, ao microscópio, de pólenes, esporos, algas, diatomáceas, foraminíferos, ostrácodes, etc.

5. HISTOGRAMA OU CURVA DE FREQUÊNCIA

Análise de densidade populacional de uma assembléia fossilífera, com elaboração de curva ou histograma, do conjunto ou de cada grupo fóssil isolado.

Para esta análise a contagem da frequência é feita usando-se como padrão o cm² da lâmina delgada (lâmina petrográfica) ou grama (peso) de sedimento.

6. ANÁLISE ORGANOPALINOLÓGICA

Estudo de qualidade e estado de maturação da matéria orgânica. Por meio da determinação do IAT (índice de alteração térmica) que indica a temperatura máxima a que a matéria orgânica foi submetida, obtêm-se da dos sobre a sua diagênese.

Este tipo de análise é de grande importância para o estudo dos carvões e do petróleo, indicando o tipo de carvão, com base no estado de maturação da substância orgânica do mesmo.

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

O Laboratório de Fluorescência de Raios-X realiza análises espectrográficas por fluorescência de raios-X, em materiais geológicos. Estas análises aplicam-se à determinação dos constituintes químicos, sejam eles maiores, menores ou traços, abrangendo desde o elemento de número atômico 13 (Al) até 92 (U). Os elementos de número atômico 13 a 21 são considerados leves, só podendo ser detectados a vácuo e exigindo cuidados especiais (pastilha/fusão) na preparação da amostra, enquanto os de número atômico superior a 21 são denominados pesados e podem dispensar a utilização de vácuo. Entretanto, para os elementos que se situam próximo ao 21, tais como Ti, V e mesmo Cr, a sensibilidade melhora consideravelmente se analisados sob vácuo.

Esse método permite análises qualitativas e quantitativas. As análises qualitativas podem ser solicitadas para todos os elementos pesados e/ou leves. Poderá ainda ser solicitada a verificação, que é a constatação da presença ou não, de elementos específicos, definidos pelo requisitante (até 3 elementos). Nas análises que só incluem elementos pesados a preparação da amostra consiste apenas na moagem a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140); já para os elementos leves é necessária a obtenção de uma pastilha, através de prensagem. A análise quantitativa determina a totalidade do elemento em estudo, independentemente da sua forma mineralógica. A preparação para este tipo de análise implica em diluição e prensagem (elementos pesados) ou fusão (elementos leves). Em casos especiais, a determinação de elementos pesados também exige fusão para resultados mais acurados.

Os limites inferiores de detecção dos diferentes elementos dependem da natureza da amostra, uma vez que o comportamento de cada elemento em relação à radiação-X varia com a matriz na qual ele se encontra. Entretanto, pode-se dizer que de modo geral os elementos leves são determinados em % e não se aplica a técnica de raios-X quando os mesmos são constituintes traços; já para os elementos pesados, níveis de dezena ou dezenas de ppm podem ser atingidos.

A determinação quantitativa de um elemento químico é efetuada utilizando-se uma curva de calibração, constituída a partir de padrões que abrangem a faixa de concentração de interesse. Esses padrões podem ser amostras previamente analisadas ou preparadas sinteticamente. O efeito de matriz normalmente é contornado usando-se o método de diluição.

As curvas de calibração já estabelecidas correspondem aos seguintes elementos:

Antimônio:

Padrões sintéticos, numa diluição de 1:10, com correção de matriz usando a radiação primária (AgK_{α}).

Faixa de operação: 0,5 - 20%

Arsênio:

1. Padrões naturais (amostras sulfetadas, do projeto Eldorado), sem diluição.

Faixa de operação: 60 - 1500 ppm

2. Padrões naturais (amostras sulfetadas, do projeto Eldorado) numa diluição 1:5.

Faixa de operação: 0,15 - 9,0%

3. Padrões sintéticos, em matriz silicosa, diluição 1:10.

Faixa de operação: 0,5 - 5,0%

Bário:

Padrões de rocha do USGS, em diluição 1:1.

Faixa de operação: 200 - 2500 ppm

Cálcio:

Padrões sintéticos de fluoreto de cálcio numa diluição de 1:14.

Faixa de operação: 30 - 50%

Cério:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Chumbo:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Cobre:

1. Padrões naturais (amostras do projeto Curaçá), numa diluição de 1:5, com correção para o teor de Fe_2O_3 .

Faixa de operação: 0,1 - 6%

2. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Cromo:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Estrôncio:

1. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

2. Padrões de rocha do USGS, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 10 - 1000 ppm

Estanho:

1. Padrões naturais de columbita-tantalita, numa diluição de 1:14, pastilhas fundidas.

Faixa de operação: 0,4 - 6%

2. Padrões naturais de columbita-tantalita, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 1 - 6%

3. Padrões naturais de wolframita, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 0,1 - 2,0%

4. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:5.

Faixa de operação: 200 - 5000 ppm

5. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1 - 5%

6. Padrões de columbita-tantalita, sem diluição (pó).

Faixa de operação: 0,2 - 8% SnO_2

Ferro:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1 - 15%

Ítrio:

1. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

2. Padrões de rocha do USGS, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 10 - 500 ppm

Lantânio:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Manganês:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Nióbio:

1. Padrões de columbita-tantalita, numa diluição de 1:14, pastilhas fundidas.

Faixa de operação: 0,5 - 50%

2. Padrões columbita-tantalita, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 20 - 50%

3. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

4. Padrões naturais (solo laterítico com rutilo columbífero do projeto U aupés), numa diluição de 1:14.

Faixa de operação: 0,5 - 10%

5. Padrões sintéticos em matriz de rocha, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 10 - 100 ppm

6. Padrões de columbita-tantalita, sem diluição (pó).

Faixa de operação: 6 - 60% Nb_2O_5

Níquel:

Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1000 - 5000 ppm

Rubídio:

Padrões de rocha do USGS, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 20 - 1000 ppm

Tântalo:

1. Padrões de columbita-tantalita, numa diluição de 1:14, pastilhas fundidas.

Faixa de operação: 0,3 - 50%

2. Padrões de columbita-tantalita, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 15 - 50%

3. Padrões de columbita-tantalita, sem diluição (pó).

Faixa de operação: 1 - 72 % Ta_2O_5

Titânio:

1. Padrões de columbita-tantalita, numa diluição de 1:14, pastilhas fundidas.

Faixa de operação: 2 - 35%

2. Padrões de columbita-tantalita, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 2 - 10%

3. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 0,05 - 10%

4. Padrões de columbita-tantalita, sem diluição (pó).

Faixa de operação: 1 - 20 % TiO_2

Tungstênio:

1. Padrões naturais (rejeito de scheelita), numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 0,02 - 1%

2. Padrões sintéticos em matriz quartzosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 1 - 20%

Zircônio:

1. Padrões sintéticos em matriz silicosa, numa diluição de 1:10.

Faixa de operação: 100 - 20000 ppm

2. Padrões sintéticos em matriz de rocha, numa diluição de 1:1.

Faixa de operação: 30 - 1000 ppm

ESPECTROGRAFIA ÓTICA DE EMISSÃO

A análise por espectrografia ótica de emissão, técnica altamente sensível, permite a determinação simultânea e rápida de grande número de elementos presentes em materiais geológicos. O método utilizado é o de queima total da amostra.

O Laboratório de Espectrografia de Emissão realiza rotineiramente três tipos principais de análise, a seguir enumerados, envolvendo o uso de filmes espectrográficos. A análise semiquantitativa de cinza de vegetais para utilização em biogeoquímica e estudos ambientais, é também uma opção de análise que se encontra disponível neste laboratório.

1. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA QUALITATIVA

Utiliza a queima total de pequena quantidade de amostra (10 mg) para determinar os elementos presentes na mesma, e fornece uma idéia aproximada de suas faixas de concentração:

Elementos predominantes (superiores a 1%)

Elementos secundários (de 0,1% a 1%)

Elementos traços (inferiores a 0,1%)

2. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA SEMIQUANTITATIVA

Utiliza a queima total de pequena quantidade de amostra (10 mg) com a finalidade de determinar a concentração dos elementos pesquisados.

Os trinta elementos normalmente determinados para prospecção geoquímica, e os respectivos limites de detecção (inferiores e superiores), estão relacionados a seguir. Concentrações anômalas de outros elementos traços serão registradas, quando presentes, independente de solicitação.

Os padrões utilizados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50

100, etc., com interpolações visuais entre estes valores sempre dadas como 1,5-3-7-15-30-70, etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é de (+) um intervalo, num limite de confiança de 68%, ou (+) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

A análise padrão de 30 elementos compreende as seguintes determinações, cujos limites inferiores e superiores de detecção são os indicados abaixo:

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR	ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Fe	0,05%	20%	Cu	5 ppm	20000 ppm
Mg	0,02%	10%	La	20 ppm	1000 ppm
Ca	0,05%	20%	Mo	5 ppm	2000 ppm
Ti	0,002%	1%	Nb	10 ppm	2000 ppm
Mn	10 ppm	5000 ppm	Ni	5 ppm	5000 ppm
Ag	0,5 ppm	5000 ppm	Pb	10 ppm	20000 ppm
As	200 ppm	10000 ppm	Sb	100 ppm	10000 ppm
Au	10 ppm	500 ppm	Sc	5 ppm	100 ppm
B	10 ppm	2000 ppm	Sn	10 ppm	1000 ppm
Ba	20 ppm	5000 ppm	Sr	100 ppm	5000 ppm
Be	1 ppm	1000 ppm	V	10 ppm	10000 ppm
Bi	10 ppm	1000 ppm	W	50 ppm	2000 ppm
Cd	20 ppm	500 ppm	Y	10 ppm	2000 ppm
Co	5 ppm	2000 ppm	Zn	200 ppm	10000 ppm
Cr	10 ppm	5000 ppm	Zr	10 ppm	1000 ppm

Limites inferiores e superiores de detecção dos elementos adicionais aos 30:

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Ge	5 ppm	100 ppm
Ga	5 ppm	100 ppm
In	10 ppm	1000 ppm
Ta	50 ppm	5000 ppm
Ce	500 ppm	20000 ppm
Yb	1 ppm	10000 ppm
Hf	20 ppm	10000 ppm
Li	100 ppm	10000 ppm

3. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA PARA OS ELEMENTOS DO GRUPO DA PLATINA (PLATINA, PALÁDIO, IRÍDIO, RUTÊNIO E RÓDIO)

Utiliza a queima total da pérola de prata proveniente do ensaio por fusão, e onde estão concentrados os elementos do grupo da platina porventura existentes na amostra, com a finalidade de determinar a concentração destes elementos na mesma.

Os padrões utilizados obedecem à série 1-2-5-10-20-50-100 etc., e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70 etc. . A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é (+) um intervalo num limite de confiança de 68%, ou (-) dois intervalos num limite de confiança de 95%.

4. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA SEMIQUANTITATIVA DE CINZA DE VEGETAIS

A análise poderá ser aplicada a folhas e caules, com resultados mais conclusivos se estes forem analisados separadamente, e se for possível a identificação da espécie vegetal.

A quantidade necessária e suficiente de amostra é em torno de 50g, e não deverá ser ultrapassada, pois o excesso retardará o processo de

queima para obtenção da cinza.

A cinza obtida a 600°C é pulverizada em gral de ágata, homogeneizada e submetida à análise espectrográfica.

Os padrões utilizados obedecem à série 1-2-5-10-20-50-100 etc, e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como 1,5-3-7-15-30-70 etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é (+) um intervalo num limite de confiança de 68%, ou (+) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

A análise de cinza de vegetais compreende as seguintes determinações, cujos limites inferiores e superiores de detecção são os que se seguem:

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR	ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Fe	50 ppm	50000 ppm	Nb	10 ppm	500 ppm
Mg	100 ppm	100000 ppm	Ni	5 ppm	1000 ppm
Ti	10 ppm	10000 ppm	Pb	1 ppm	5000 ppm
Mn	10 ppm	10000 ppm	Sb	20 ppm	5000 ppm
Ag	0,1 ppm	500 ppm	Sc	10 ppm	100 ppm
As	200 ppm	5000 ppm	Sn	2 ppm	500 ppm
Au	1 ppm	500 ppm	Sr	100 ppm	5000 ppm
B	10 ppm	1000 ppm	V	10 ppm	1000 ppm
Ba	20 ppm	20000 ppm	W	50 ppm	1000 ppm
Be	0,5 ppm	100 ppm	Y	10 ppm	500 ppm
Bi	0,2 ppm	500 ppm	Zn	20 ppm	20000 ppm
Cd	1 ppm	500 ppm	Zr	10 ppm	1000 ppm
Co	5 ppm	1000 ppm	Ga	2 ppm	100 ppm
Cr	2 ppm	1000 ppm	Ge	2 ppm	100 ppm
Cu	1 ppm	5000 ppm	In	2 ppm	100 ppm
La	20 ppm	500 ppm	Li	200 ppm	10000 ppm
Mo	2 ppm	500 ppm	Na	50 ppm	50000 ppm

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOSINTRODUÇÃO:

Nas análises químicas de elementos traços por via úmida, as amostras geológicas passam necessariamente por três etapas:

- preparação (pulverização);
- digestão, que pode ser uma decomposição total ou uma extração parcial;
- determinação dos elementos de interesse.

Os dois primeiros itens são os que mais influenciam a obtenção dos resultados contrastantes apresentados pelas anomalias geoquímicas. A escolha do método de digestão da amostra depende do objetivo na pesquisa das anomalias. Assim a digestão da amostra pode ser fraca e só liberar os elementos que estão apenas adsorvidos na superfície, ou então, forte o suficiente, para liberar os elementos inclusos na rede cristalina dos minerais. Em qualquer caso, porém, os elementos de interesse só poderão ser determinados se estiverem dissolvidos.

Todos os métodos instrumentais que temos a nossa disposição, utilizam uma propriedade físico-química determinada, capaz de ser detectada e quantificada com precisão, e que é proporcional à concentração do elemento pesquisado.

O instrumento de utilização mais difundida nos laboratórios que se dedicam a análise de traços é o espectrômetro de absorção atômica. Nesta técnica instrumental um composto em solução é submetido a um tratamento específico, que o decompõe em seus átomos constituintes; estes por sua vez, podem ser excitados pela absorção de energia radiante, e a quantidade de energia absorvida é mensurável e proporcional à concentração dos átomos capazes de absorvê-la.

Basicamente um espectrômetro de absorção atômica é composto de quatro partes principais:

- uma fonte luminosa capaz de emitir luz de um comprimento de onda específico inerente ao elemento a ser determinado;

- um dispositivo capaz de gerar uma névoa de vapor atômico;
- um monocromador e fendas capazes de selecionar o comprimento de onda específico para a absorção;
- um sistema detector amplificador e medidor da absorção realizada.

Outras técnicas de análise, tais como, espectrofotometria de absorção molecular (para determinação de fósforo), medição de íon específico (para determinação de flúor), fluorimetria (para determinação de urânio) e colorimetria visual (para determinação de tungstênio), têm sua aplicação restrita a elementos que não respondem adequadamente à espectrometria de absorção atômica.

Visando à obtenção de resultados precisos, as amostras submetidas à análise devem passar por três estágios básicos:

- pesada das amostras em balança de precisão;
- decomposição de acordo com uma metodologia específica e aferição do volume da solução;
- calibração do espectrômetro, utilizando-se para essa finalidade, soluções padronizadas dos elementos a analisar, em solventes idênticos aos das amostras.

CONCEITOS UTILIZADOS EM ANÁLISE DE TRAÇOS

Precisão ou variação relativa - Assumimos que erros aleatórios possam ocorrer e que estejam situados em torno da média das concentrações, de acordo com a distribuição normal de Gauss. A precisão pode ser definida como sendo o percentual de variação relativa, no nível de confiança de dois desvios padrão.

$$P = \frac{2s}{\bar{X}} \times 100$$

onde:

$$s \text{ (desvio padrão)} = \sqrt{\frac{(\bar{X} - x_i)^2}{n-1}}$$

\bar{X} = média dos resultados encontrados.

x_i = resultado individual

n = número de resultados obtidos

A precisão também pode ser definida como a habilidade de poder obter um mesmo resultado repetidamente e depende unicamente dos erros aleatórios. Um valor de precisão só é válido para faixas de concentração determinadas.

Exemplificando: um resultado de 40 ppm de cobre poderia apresentar uma precisão de 8,2%, isto é, 95% dos resultados estariam na faixa de $40 \pm 3,3$ ppm; por outro lado, no limite de detecção do Cu, que é de 1 ppm, a precisão estaria em torno de 70%, isto é, 95% dos resultados estariam na faixa de $1 \pm 0,7$ ppm.

Limite de detecção - é a concentração mínima de um elemento analisado que pode ser detectada confiavelmente.

Sensibilidade - é a concentração mínima de um elemento capaz de absorver 1% da energia radiante. É um parâmetro instrumental.

Discriminação dos resultados - é o modo de reportar os resultados obtidos. Como a leitura instrumental é multiplicada por um fator, a medida que os valores aumentam os intervalos também aumentam.

Exatidão - pode ser definida como a proximidade de um resultado de seu valor real e depende, tanto dos erros sistemáticos, como dos erros aleatórios.

De uma maneira geral para o controle de qualidade das análises geoquímicas, uma variabilidade relativa (precisão) adequada é mais importante que uma boa exatidão.

MÉTODOS ANALÍTICOS

1. Determinação semiquantitativa de cobre, chumbo, zinco, prata, cromo, cobalto, níquel, cádmio, bismuto, ferro e manganês, em solos, sedimentos de corrente, rochas e concentrados de bateia

1.1 - Digestão das amostras com ácido nítrico concentrado a quente.

Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar - acetileno.

1.2 - Limites de detecção

Cobre	1 ppm
Chumbo	4 ppm
Zinco	1 ppm
Prata	0,2 ppm

Cromo	5 ppm
Cobalto	1 ppm
Níquel	1 ppm
Cádmio	0,2 ppm
Bismuto	5 ppm
Manganês	1 ppm
Ferro	0,01%

1.3 - Aplicação - Determinação rápida de vários elementos na mesma solução de análise. Permite a determinação dos elementos que não estão ocluídos na rede cristalina e fornece dados para obtenção de contrastes na pesquisa de anomalias.

2. Determinação semiquantitativa de cobre, chumbo, zinco, cobalto, níquel, cádmio, ferro, manganês, bismuto, arsênio, antimônio e cromo, em solos, sedimentos de corrente, rochas e concentrados de bateia

2.1 - Digestão com água régia a quente - Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno para todos os elementos, excetuando arsênio e cromo que são analisados com chama de óxido nitroso-acetileno.

2.2 - Limites de detecção

Arsênio	20 ppm
Antimônio	20 ppm
Cromo	5 ppm

Para os demais elementos vide item 1.2.

2.3 - Aplicação - Tipo de digestão que fornece dados sobre o teor dos elementos que não estão ocluídos na rede cristalina. Os contrastes oferecidos pelas anomalias, podem apresentar um realce maior ou igual ao do método descrito no item 1.

3. Determinação semiquantitativa de cobre, chumbo, zinco, cobalto e níquel por extração a frio, utilizando reagentes diluídos

3.1 - Tratamento pela agitação a frio das amostras de solo e sedimento de

corrente com ácido clorídrico diluído.

Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

3.2 - Tratamento pela agitação a frio das amostras de solo e sedimento de corrente com ácido nítrico 8 N.

Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

3.3 - Tratamento pela agitação a frio das amostras de solo e sedimento de corrente com solução de EDTA a 0,25%. Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

3.4 - Tratamento das amostras de solo e sedimento de corrente com uma solução de ácido ascórbico e água oxigenada. Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

3.5 - Limites de detecção: vide cobre, chumbo, zinco, cobalto e níquel no item 1.2.

3.6 - Aplicação - Determinação rápida dos metais pesados adsorvidos na fase argila. Estas digestões parciais dão ótimas indicações de anomalias e os resultados podem ser relacionados aos obtidos pelas digestões efetuadas com ácidos concentrados a quente.

4. Determinação semiquantitativa de ouro

4.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente, rocha e concentrado de bateia, com mistura de ácido bromídrico e bromo e extração do ouro com metilisobutilcetona. Determinação do ouro por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

4.2 - Limite de detecção normal 0,02 ppm

Limite de detecção especial - 0,005 ppm

4.3 - Aplicação - Determinação rápida de ouro não ocluído na rede cristalina. Devido aos limites do método, este é adequado à pesquisa de ouro em prospecção geoquímica.

5. Determinação semiquantitativa de arsênio, antimônio e bismuto por absorção atômica - geração de hidretos

5.1 - Digestão das amostras de solo e sedimento de corrente, com água régia e determinação dos elementos de interesse, por espectrometria de absorção atômica, utilizando o acessório de geração de hidretos.

5.2 - Limites de detecção

As	0,5 ppm
Sb	0,5 ppm
Bi	0,5 ppm

5.3 - Aplicação - Método adequado à pesquisa geoquímica.

6. Determinação quantitativa de estrôncio, bário e lítio

6.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha, com ácidos nítrico, fluorídrico e perclórico, ensejando uma abertura dos silicatos presentes. Determinação dos elementos de interesse, por espectrometria de absorção e/ou emissão atômica, utilizando tampão de ionização e chama de óxido nitroso-acetileno (chama de ar - acetileno para a dosagem de Li).

6.2 - Limites de detecção

Sr	1 ppm
Ba	5 ppm
Li	0,5 ppm

6.3 - Aplicação - Determinação de traços destes elementos em materiais geológicos.

7. Determinação quantitativa de traços de cobre, chumbo, zinco, prata, cádmio, cobalto e níquel

7.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente, rocha e concentrado de bateia, com água régia e retomada e aferição de volume com ácido clorídrico 1:1 v.v. Determinação dos elementos de interesse

por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar-acetileno.

7.2 - Limite de detecção

Cu	5 ppm
Pb	20 ppm
Zn	5 ppm
Ag	1 ppm
Cd	1 ppm
Co	5 ppm
Ni	5 ppm

7.3 - Aplicação - Extração quantitativa dos elementos de interesse que não estão na rede dos silicatos, em amostras sulfetadas. O limite superior deste método é 10000 ppm.

8. Determinação semiquantitativa de cromo

8.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente, rocha e concentrado de bateia, com ácido fosfórico a quente. Determinação dos elementos de interesse, por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

8.2 - Limite de detecção .

Cr	10 ppm
----	--------

8.3 - Aplicação - Pesquisa destes elementos em prospecção geoquímica.

9. Determinação quantitativa de cromo

9.1 - Digestão das amostras de sedimento de corrente, solo e rocha com ácido fluorídrico e ácido fosfórico. Determinação do cromo total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

9.2 - Limite de detecção

Cr	50 ppm
----	--------

9.3 - Aplicação - Determinação de traços de cromo em materiais geológicos, especialmente rochas. O limite superior do método é 10000 ppm.

10. Determinação semiquantitativa de molibdênio e vanádio

10.1 - Digestão das amostras de rocha e sedimento de corrente, com ácidos nítrico e clorídrico a quente. Adição de uma solução de alumínio para suprimir interferências. Determinação de molibdênio e vanádio por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

10.2 - Limite de detecção

Mo 2 ppm

V 10 ppm

10.3 - Aplicação - Método rápido utilizado em pesquisa de anomalias em prospecção geoquímica.

11. Determinação semiquantitativa de estanho

11.1 - Sublimação das amostras de sedimento de corrente, solo e concentra do de bateia com iodeto de amônio. Digestão do material sublimado com solução ácida e extração do estanho, sob a forma de um complexo orgânico, com metilisobutilcetona. Determinação do estanho por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

11.2 - Limite de detecção

Sn 1 ppm

11.3 - Aplicação - Este método só libera o estanho proveniente da cassiterita, portanto, é adequado à pesquisa deste minério.

12. - Determinação quantitativa de sódio, potássio e lítio

12.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha com ácidos perclórico e fluorídrico. Adição de tampão de ionização e determinação total dos elementos de interesse por emissão atômica utilizando chama de ar-acetileno.

12.2 - Limites de detecção

Na 1 ppm

K 1 ppm

Li 0,5 ppm

12.3 - Aplicação - Determinação de traços de sódio, potássio e lítio em materiais geológicos, especialmente, rochas. O limite superior do método é 10000 ppm.

13. Determinação semiquantitativa de tungstênio

13.1 - Fusão das amostras de solo, rocha e sedimento de corrente, com mistura fundente alcalina oxidante. Determinação do tungstênio por colorimetria visual utilizando a formação de um complexo azul com zinco ditioi.

13.2 - Limite de detecção

W 4 ppm

13.3 - Aplicação - Traços de tungstênio presentes em qualquer tipo de mineral.

14. Determinação semiquantitativa de flúor

14.1 - Sinterização das amostras de solo, rocha e sedimento de corrente com mistura alcalina oxidante. Determinação do flúor extraído, por meio do medidor de íon específico.

14.2 - Limite de detecção

F 50 ppm

14.3 - Aplicação - Determinação rápida adequada à pesquisa geoquímica de fluorita.

15. Determinação semiquantitativa de flúor por extração em ácido diluído

15.1 - Tratamento por agitação a frio das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha, com ácido clorídrico diluído. Determinação do flúor extraído, com medidor de íon específico.

15.2 - Limite de detecção

F 20 ppm

15.3 - Aplicação - Extração do flúor que se apresenta fracamente ligado.

16. Determinação quantitativa de cobre, chumbo, zinco, cobalto, níquel, cádmio, manganês, alumínio, estrôncio, ferro, cromo, bário e berílio em água

16.1 - Concentração da amostra de água por evaporação, e determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica.

16.2 - Limite de detecção

Cu 1 ppb

Pb	5	ppb
Zn	0,5	ppb
Co	2	ppb
Ni	4	ppb
Cd	0,5	ppb
Fe	2	ppb
Mn	0,5	ppb
Al	10	ppb
Sr	2	ppb
Ba	20	ppb
Cr	5	ppb
Be	1	ppb

16.3 - Aplicação - Determinação dos elementos acima em águas de rios, lagoas, etc.

17. Determinação semiquantitativa de fósforo

17.1 - Fusão das amostras com fundente ácido. Determinação do fósforo por espectrofotometria de absorção molecular após formação de complexo amarelo com o reagente molibdato-vanadato.

17.2 - Limite de detecção

P 50 ppm

17.3 - Aplicação - Determinação de fósforo em prospecção geoquímica.

18. Determinação semiquantitativa de urânio solúvel

18.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha com ácido nítrico diluído a quente. Extração de urânio em acetato de etila e fusão de uma alíquota da fase orgânica com fundente alcalino contendo fluoreto. Medida da fluorescência da pastilha num fluorímetro.

18.2 - Limite de detecção

U solúvel 0,5 ppm

18.3 - Aplicação - Determinação de urânio em prospecção geoquímica.

19. Determinação semiquantitativa de urânio

19.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico. Extração do urânio total da amostra em acetato de etila, e fusão de uma alíquota da fase orgânica, com fundente alcalino contendo fluoreto. Medida da fluorescência da pastilha num fluorímetro.

19.2 - Limite de detecção

U total 1 ppm

19.2 - Aplicação - Determinação de urânio em material geológico.

20. Determinação quantitativa de flúor em água

20.1 - Tratamento da amostra de água com uma solução tampão. Determinação do flúor presente por meio de medidor de íon específico.

20.2 - Limite de detecção

F 50 ppb

20.3 - Aplicação - Determinação de flúor em águas de rios, lagos, etc.

21. Determinação quantitativa de cobre, chumbo, zinco, cobalto, níquel e cádmio

21.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha com os ácidos nítrico, fluorídrico e perclórico, ensejando uma abertura dos silicatos presentes. Determinação dos elementos de interesse por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

21.2 - Limites de detecção

Cu	5 ppm
Pb	20 ppm
Zn	5 ppm
Co	5 ppm
Ni	5 ppm
Cd	1 ppm

21.3 - Aplicação - Digestão quantitativa dos elementos de interesse, presentes em matrizes silicosas. O limite superior desse método é 10000 ppm.

22. Determinação quantitativa de estanho

22.1 - Tratamento das amostras com ácido fluorídrico e ácido nítrico. Sublimação do resíduo com iodeto de amônio.

Digestão do material sublimado com solução ácida, e extração do estanho sob forma de um complexo orgânico com metilisobutilcetona. Determinação do estanho por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso - acetileno.

22.2 - Limite de detecção

Sn 1 ppm

22.3 - Aplicação - Método indicado para determinação de traços de estanho em rochas.

23. Determinação quantitativa de molibdênio e vanádio

23.1 - Digestão das amostras de solo, sedimento de corrente e rocha com água régia e ácido fluorídrico.

Adição de uma solução de alumínio para suprimir interferências. Determinação de molibdênio e vanádio por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso - acetileno.

23.2 - Limite de detecção

Mo 5 ppm

V 20 ppm

23.3 - Aplicação - Método indicado para determinação quantitativa de traços de molibdênio e vanádio presentes em matrizes silicosas.

24. Determinação quantitativa de flúor

24.1 - Fusão alcalina das amostras. Determinação do flúor por meio do me
didor de íon específico.

24.2 - Limite de detecção

F 100 ppm

24.3 - Aplicação - Método indicado para determinação quantitativa de tra
ços de flúor em rocha.

ELEMENTOS	ITENS
Alumínio	16
Antimônio	2, 5
Arsênio	2, 5
Bário	6, 16
Berílio	16
Bismuto	1, 2, 5
Cádmio	1, 2, 7, 16, 21
Chumbo	1, 2, 3, 7, 16, 21
Cobalto	1, 2, 3, 7, 16, 21
Cobre	1, 2, 3, 7, 16, 21
Cromo	2, 8, 9, 16
Estanho	11, 22
Estrôncio	6, 16
Ferro	1, 2, 16
Flúor	14, 15, 20, 24
Fósforo	17
Lítio	1, 6, 12
Manganês	1, 2, 16
Molibdênio	10, 23
Níquel	1, 2, 3, 7, 16, 21
Ouro	4
Potássio	12
Prata	1, 7
Sódio	12
Tungstênio	13
Urânio	18, 19
Vanádio	10, 23
Zinco	1, 2, 3, 7, 16, 21

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

A análise química de elementos maiores tem por finalidade a determinação quantitativa dos elementos maiores em amostras de rochas e minérios.

A determinação de um elemento ou composto é baseada na medida de uma propriedade física ou química cuja grandeza é função da concentração.

1. TRATAMENTO INICIAL

As amostras pulverizadas são pesadas em balanças analíticas e conforme a solicitação sofrem tratamentos diferenciados. Para a maioria dos métodos de determinação dos elementos ou compostos as amostras são solubilizadas, diretamente com ácidos ou fundidas com reagentes adequados, antes da solubilização apropriada.

Para algumas determinações, tais como: umidade, perda ao fogo, enxofre total, cinzas, matéria volátil, poder calorífico, FSI e carbono, as amostras pulverizadas são levadas diretamente ao equipamento sem tratamento prévio.

2. MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO

Nas determinações quantitativas, de acordo com o elemento ou composto a ser dosado, diferentes técnicas de análise podem ser utilizadas.

2.1 - Gravimetria - na análise gravimétrica o elemento ou composto a ser determinado é separado dos outros constituintes da amostra na forma de uma fase pura que pode ser o próprio elemento ou uma substância de composição conhecida e definida. A partir do peso desta substância calcula-se o teor do elemento pesquisado.

2.2 - Volumetria - na análise volumétrica a solução da substância a ser determinada é tratada, ou melhor, titulada com uma solução de um reagente adequado de concentração exatamente conhecida. O consumo da solução titulante é equivalente à concentração do elemento ou composto pesquisado e controlado através de indicadores.

2.3 - Colorimetria visual - o elemento a ser determinado é transformado, por meio de uma reação química, num complexo colorido, cuja intensidade de cor é comparada visualmente com padrões de concentração conhecida.

2.4 - Espectrofotometria de absorção molecular - o elemento a ser analisado é transformado, por meio de uma reação química, num complexo capaz de absorver luz de um comprimento de onda definido. As medidas de absorção de luz são efetuadas num espectrofotômetro previamente calibrado, e são proporcionais à concentração do elemento pesquisado. Os espectrofotômetros, de uma maneira geral, são constituídos por cinco componentes principais: fonte de energia radiante, monocromador com fendas de entrada e saída, compartimento que contém a célula de absorção, detector que responde à energia radiante e dispositivo de leitura.

2.5 - Espectrometria de absorção atômica - é baseada no princípio de que todo elemento químico no seu estado fundamental é capaz de absorver as radiações, que ele emitiria em condições específicas. O instrumento de absorção atômica é composto basicamente de quatro partes principais: uma fonte luminosa, capaz de emitir radiações específicas, um dispositivo para obter os átomos no estado fundamental (chama ou fonte eletrotermal), monocromador para selecionar o comprimento de onda adequado para absorção e um detector. A amostra contendo o elemento a ser pesquisado é introduzida no instrumento que é previamente calibrado com padrões adequados.

2.6 - Determinação de íon específico - utilizada principalmente para análise de flúor. É baseada no princípio de que o potencial desenvolvido é proporcional à atividade dos íons de flúor que estão livres na solução.

2.7 - Determinação em forno de indução - o forno de indução é utilizado na análise de enxofre total. A amostra é queimada numa atmosfera de oxigênio e os gases produzidos são carregados para uma solução de água oxigenada. O ácido sulfúrico obtido é titulado com solução de perclorato de bário.

2.8 - Determinação de carbono - o equipamento para esta determinação consiste em um forno de indução acoplado ao determinador propriamente dito, que é

uma célula de condutividade térmica que detecta a diferença de termocondutibilidade dos gases.

2.9 - Calorimetria - utilizada na determinação do poder calorífico superior de turfas e carvões. A amostra é queimada sob condições controladas e o poder calorífico medido pela diferença de temperatura antes e após a ignição.

3. PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS

As opções para os procedimentos analíticos de um mesmo elemento, quando há superposição de métodos, são feitas de acordo com a faixa de concentração de melhor desempenho, definindo nestes casos a aplicação do método.

3.1 - Alumínio

3.1.1 - Alumínio total - solubilização total da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico, e determinação do alumínio por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso-acetileno. Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de alumínio total em amostras geológicas.

3.1.2 - Alumínio solúvel - tratamento da amostra com ácido sulfúrico diluído e determinação do alumínio assim solubilizado, por volumetria. Limite inferior: 1,0%

Aplicação - Determinação de alumínio bauxítico.

3.2 - Bário

3.2.1 - Fusão alcalina da amostra e determinação do bário total da amostra sob a forma de sulfato por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de bário em minérios.

3.2.2 - Tratamento da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico. Fusão alcalina do resíduo e determinação do bário total da amostra, por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de bário em amostras com teor inferior a 10%.

3.3 - Berílio

3.3.1 - Fusão da amostra com bifluoreto de amônio e pirossulfato de potássio e determinação do berílio total da amostra sob a forma de pirofosfato de berílio, por gravimetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de berílio em amostras com teor superior a 5%.

3.3.2 - Fusão da amostra com bifluoreto de amônio e pirossulfato de potássio. Determinação do berílio total da amostra por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de berílio em amostras com teor inferior a 10%.

3.4 - Bismuto

3.4.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico e perclórico e determinação do bismuto total da amostra por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de bismuto em rochas e silicatos.

3.5 - Cádmio

3.5.1 - Solubilização da amostra com água régia e determinação do cádmio total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cádmio em material geológico.

3.6 - Carbono

3.6.1 - Carbono total - queima total da amostra em forno de indução e dosagem do carbono total no determinador LECO.

Limite inferior - 0,01%

Aplicação - Determinação de carbono total em amostras com teor até 10%.

3.6.2 - Carbono Orgânico - desmineralização da amostra com ácido clorídrico, queima total em forno de indução e dosagem do carbono orgânico no determinador LECO.

Limite inferior - 0,01%

Aplicação - Determinação de carbono orgânico em amostras minerais.

3.7 - Cálcio

3.7.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, nítrico e perclórico, e determinação do cálcio total da amostra, por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cálcio em amostras com teor inferior a 10%.

3.7.2 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, nítrico e perclórico, e determinação do cálcio total da amostra, por volumetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de cálcio em amostras com teor superior a 10%.

3.7.3 - Solubilização da amostra com ácido clorídrico diluído e determinação do cálcio assim solubilizado por volumetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de cálcio para avaliação de calcário.

3.7.4 - Solubilização da amostra com ácido perclórico saturado com ácido bórico e determinação do cálcio assim solubilizado, por volumetria.

Limite inferior - 2%

Aplicação - Determinação de cálcio em fluorita.

3.8 - Chumbo

3.8.1 - Solubilização da amostra com água régia e determinação do chumbo total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de chumbo em amostras com teor inferior a 20%.

3.8.2 - Solubilização da amostra com água régia e determinação do chumbo total da amostra por gravimetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de chumbo em amostras de minério com teor superior a 20%.

3.9 - Cinzas

3.9.1 - Calcinação da amostra em forno e determinação do teor de cinzas por gravimetria.

Limite inferior - 0,1%

Aplicação - Determinação de cinzas em amostras de turfa e carvão.

3.10 - Cloretos

3.10.1 - Fusão da amostra com carbonato de potássio e determinação do cloreto total da amostra, por volumetria.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cloretos em amostras de rocha.

3.10.2 - Fusão da amostra com mistura Eschka e determinação do cloreto total da amostra, por volumetria.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cloretos em carvão.

3.11 - Cobre

3.11.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do cobre total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cobre em amostras com teor inferior a 20%.

3.11.2 - Solubilização da amostra com água régia, seguida de digestão com ácido sulfúrico e determinação do cobre assim solubilizado, por volumetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de cobre em amostras com teor superior a 20%.

3.12 - Enxofre

3.12.1 - Queima da amostra em forno de indução, sendo o enxofre total, sob a forma de ácido sulfúrico, determinado por volumetria.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de enxofre em amostras com teor inferior a 10%.

3.12.2 - Fusão da amostra com carbonato duplo de sódio e potássio e determinação do enxofre total da amostra por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de enxofre em amostras com teor superior a 10%.

3.12.3 - Oxidação da amostra com mistura de bromo e tetracloreto de carbono e determinação do enxofre total da amostra por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de enxofre em amostras sulfetadas.

3.13 - Cromo

3.13.1 - Solubilização da amostra com ácido fosfórico e determinação do cromo total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de óxido nitroso-acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de cromo em amostras com teor inferior a 10%.

3.13.2 - Fusão da amostra com peróxido de sódio e determinação do cromo total da amostra por volumetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de cromo em amostras com teor superior a 10%.

3.14 - Estanho

3.14.1 - Fusão da amostra com peróxido de sódio e determinação do estanho total da amostra por volumetria.

Limite inferior - 0,3%

Aplicação - Determinação de estanho em minérios.

3.15 - Estrôncio

3.15.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do estrôncio total da amostra por espectrometria de

absorção atômica utilizando chama de óxido nítrico - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de estrôncio em material geológico.

3.16 - Ferro

3.16.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, fluorídrico e perclórico e determinação do ferro total da amostra por volumetria.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de ferro em minérios que não contenham quantidade significativa de magnetita e em rochas.

3.16.2 - Solubilização da amostra com ácido clorídrico após fusão ácida e determinação do ferro total da amostra por volumetria.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de ferro em amostra contendo magnetita.

3.16.3 - Tratamento da amostra com ácidos fluorídrico e sulfúrico e determinação do ferro por volumetria.

Limite inferior - 0,1%

Aplicação - Determinação de óxido ferroso em amostras de rochas e minérios.

3.16.4 - Solubilização da amostra com ácido fosfórico em presença de sulfato cérico e determinação do ferro II por volumetria.

Limite inferior - 0,2%

Aplicação - Determinação de óxido ferroso em cromita.

3.17 - Flúor

3.17.1 - Fusão da amostra com hidróxido de sódio e determinação do flúor total da amostra pelo medidor de íon específico.

Limite inferior - 0,1%

Aplicação - Determinação de flúor em amostra com teor inferior a 10%.

3.18 - FSI (Índice de Livre Inchamento)

3.18.1 - Calcinação da amostra sob condições normalizadas e determinação do índice de inchamento, por comparação com padrões.

Aplicação - Determinação do índice de livre inchamento em amostra de carvão.

3.19 - Fósforo

3.19.1 - Solubilização da amostra com ácido clorídrico e determinação do fósforo total da amostra, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de fósforo em amostras fosfatadas.

3.19.2 - Solubilização da amostra com ácido perclórico e determinação do fósforo total da amostra, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de fósforo em amostras contendo óxido ferroso.

3.19.3 - Digestão da amostra em ácido cítrico diluído e determinação do fósforo solúvel, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de fósforo solúvel em ácido cítrico, em rocha fosfatada.

3.19.4 - Digestão da amostra em água e determinação do fósforo solúvel, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de fósforo solúvel em água, em rocha fosfatada.

3.19.5 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do fósforo total da amostra, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 0,02%

Aplicação - Determinação de fósforo em rochas.

3.20 - Lítio

3.20.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, perclórico e nítrico e determinação do lítio total da amostra por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de lítio em rochas e minérios.

3.21 - Magnésio

3.21.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do magnésio total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de magnésio em amostras com teor inferior a 10%.

3.21.2 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do magnésio total da amostra por volumetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de magnésio em amostras com teor superior a 10%.

3.21.3 - Solubilização da amostra com ácido clorídrico diluído e determinação do magnésio solúvel, por volumetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de magnésio para avaliação de calcário.

3.22 - Manganês

3.22.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do manganês total da amostra, por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de manganês em rochas e minérios.

3.23 - Matéria Volátil

3.23.1 - Queima da amostra em forno com temperatura e tempo normalizados e determinação de matéria volátil por diferença de peso.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de matéria volátil em carvão e turfa.

3.24 - Molibdênio

3.24.1 - Solubilização da amostra com água régia e determinação do molibdênio total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando

chama de óxido nitroso - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de molibdênio em scheelita.

3.25 - Nióbio

3.25.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, clorídrico e nítrico e determinação do nióbio total da amostra, por gravimetria, após separação do elemento em coluna trocadora de íons.

Limite inferior - 5%

Aplicação - Determinação de nióbio em minérios.

3.26 - Níquel

3.26.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico e clorídrico e determinação do níquel total da amostra por espectrometria de absorção atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de níquel em rochas e minérios.

3.27 - Perda ao Fogo

3.27.1 - Calcinação da amostra em forno e determinação da perda ao fogo por gravimetria.

Limite inferior - 0,1%

Aplicação - Determinação de perda ao fogo em rochas e minérios.

3.28 - Potássio

3.28.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, perclórico e nítrico e determinação do potássio total da amostra, por espectrometria de emissão atômica utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de potássio em rochas e minérios.

3.29 - Poder Calorífico

3.29.1 - Queima da amostra sob pressão e determinação do poder calorífico superior em calorímetro adiabático.

Limite inferior - 100 cal/g

Aplicação - Determinação de poder calorífico em carvão e turfa.

3.30 - Relação Sílica-Sesquióxido

3.30.1 - Tratamento da amostra com ácido sulfúrico, determinação de ferro e alumínio solúveis por volumetria e da sílica, após digestão com carbonato, por gravimetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Dados para classificação pedológica.

3.31 - Sílica

3.31.1 - Solubilização da amostra com ácido clorídrico após fusão com hidróxido de sódio e determinação da sílica total da amostra, após formação de complexo colorido, por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 5%

Aplicação - Determinação de sílica em amostras de rochas e minérios.

3.31.2 - Tratamento da amostra com ácido clorídrico e determinação da sílica total da amostra por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de sílica em amostras com teor inferior a 5%.

3.31.3 - Tratamento da amostra com ácido sulfúrico, ácido clorídrico e carbonato de sódio, determinando-se a sílica livre por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de sílica livre em argila.

3.32 - Sódio

3.32.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, nítrico e perclórico, determinando-se o sódio total da amostra por espectrometria de emissão atômica, utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de sódio em rochas e minérios.

3.33 - Tântalo

3.33.1 - Solubilização da amostra com ácidos fluorídrico, nítrico e clorídrico e determinação do tântalo total da amostra, por gravimetria, após separação do elemento em coluna trocadora de íons.

Limite inferior - 5%

Aplicação - Determinação de tântalo em minérios.

3.34 - Titânio

3.34.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico e determinação do titânio da amostra, por colorimetria visual.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de titânio em rochas.

3.34.2 - Fusão da amostra com pirossulfato de potássio e solubilização com ácido sulfúrico. Após formação de complexo colorido, determinação do titânio total da amostra por espectrofotometria de absorção molecular.

Limite inferior - 5%

Aplicação - Determinação de titânio em minérios.

3.35 - Tungstênio

3.35.1 - Solubilização da amostra com ácidos clorídrico e nítrico e determinação do tungstênio, por gravimetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de tungstênio em scheelita.

3.35.2 - Fusão da amostra com carbonato duplo de sódio e potássio e determinação do tungstênio total da amostra por gravimetria.

Limite inferior - 1%

Aplicação - Determinação de tungstênio em wolframita.

3.36 - Vanádio

3.36.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, fluorídrico e perclórico e determinação do vanádio total da amostra, por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de óxido nitroso - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de vanádio em material geológico.

3.37 - Zinco

3.37.1 - Solubilização da amostra com ácidos nítrico, perclóri

co e fluorídrico e determinação do zinco total da amostra por espectrometria de absorção atômica, utilizando chama de ar - acetileno.

Limite inferior - 0,05%

Aplicação - Determinação de zinco em minérios.

3.38 - Zircônio

3.38.1 - Fusão da amostra com bórax, solubilização com ácido clorídrico e determinação do zircônio por gravimetria.

Limite inferior - 0,5%

Aplicação - Determinação de zircônio em minérios.

4. DETERMINAÇÕES AGRUPADAS

Sob essa denominação são englobadas as determinações dos componentes dos materiais geológicos que definem a sua aplicabilidade na indústria, bem como o seu valor econômico.

4.1 - Amianto

4.1.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO e perda ao fogo.

4.2 - Apatita

4.2.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , P_2O_5 e perda ao fogo.

4.2.2 - Determinações adicionais: F, Mn, MgO , K_2O , umidade, fósforo solúvel em água, fósforo solúvel em ácido cítrico e fósforo solúvel em acetato de amônio.

4.3 - Areia

4.3.1 - SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , cloretos solúveis e perda ao fogo.

4.4 - Argila

4.4.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO , TiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O e perda ao fogo.

4.5 - Barita

4.5.1 - BaO , SO_3 , Fe_2O_3 e umidade.

4.5.2 - Determinações adicionais: Al_2O_3 , CaO , MgO e Sr.

4.6 - Bauxita4.6.1 - SiO_2 , Fe_2O_3 , TiO_2 , Al_2O_3 , P_2O_5 e perda ao fogo.4.6.2 - Determinações adicionais: CaO , MgO , K_2O e Na_2O .4.7 - Berilo4.7.1 - BeO , CaO e umidade.4.7.2 - Determinações adicionais: P_2O_5 e SiO_2 .4.8 - Calcário4.8.1 - Avaliação: resíduo insolúvel, CaO e MgO .4.8.2 - Industrial: resíduo insolúvel, R_2O_3 , CaO , MgO e perda ao fogo.4.8.3 - Completo: resíduo insolúvel, SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , P_2O_5 e perda ao fogo.4.8.4 - Determinações adicionais: FeO , Na_2O , K_2O , cloretos solúveis e S total.4.9 - Caulim4.9.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O e perda ao fogo.4.10 - Chumbo (minério de)4.10.1 - Pb , S (sulfetos), Fe e Zn.

4.10.2 - Determinações adicionais: Ag, Cu e resíduo insolúvel.

4.11 - Cianita4.11.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO e perda ao fogo.4.12 - Cromo (minério de)4.12.1 - Cr_2O_3 , FeO e Fe total.4.12.2 - Determinações adicionais: SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , CaO , Cu e Ni.4.13 - Diatomita4.13.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , MgO , Fe_2O_3 e perda ao fogo.4.14 - Estanho (minério de) (cassiterita)4.14.1 - SnO_2 .4.14.2 - Determinações adicionais: Fe, SiO_2 , Pb e Cu.4.15 - Feldspato4.15.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O e perda ao fogo.

4.16 - Ferro (minério de) - hematita, magnetita, etc.

4.16.1 - Fe total, SiO_2 , P, S total e umidade.

4.16.2 - Determinações adicionais: TiO_2 , FeO, Al_2O_3 , CaO, MgO,

V_2O_5 , Mn e Cu.

4.17 - Fluorita

4.17.1 - CaF_2 e CaCO_3 .

4.17.2 - Determinações adicionais: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , S total e

Ba.

4.18 - Gipsita (gesso)

4.18.1 - Resíduo insolúvel, H_2O combinada, R_2O_3 , CaO e SO_3 .

4.18.2 - Determinações adicionais: SiO_2 , Fe_2O_3 , Ba e Sr.

4.19 - Grafita, Carvão ou Turfa

4.19.1 - Análise imediata: cinzas, umidade, carbono fixo e matéria volátil.

4.19.2 - Determinações adicionais: S total, poder calorífico e FSI.

4.19.3 - Análise das cinzas: SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , Na_2O , MnO, P_2O_5 e K_2O .

4.20 - Lítio (minério de) - ambligonita, espodumênio.

4.20.1 - Li_2O e umidade.

4.20.2 - Determinações adicionais: Fe_2O_3 , Al_2O_3 , Na_2O , K_2O , P_2O_5 , SiO_2 e F.

4.21 - Manganês (minério de)

4.21.1 - SiO_2 , Mn, umidade, Fe total, P e S total.

4.21.2 - Determinações adicionais: Na_2O , K_2O , Al_2O_3 e BaO.

4.22 - Mica

4.22.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO, MgO, Na_2O , K_2O , perda ao fogo e umidade (flogopita-biotita).

SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Na_2O , K_2O , perda ao fogo e umidade (muscovita)

4.23 - Molibdênio (minério de)

4.23.1 - Mo, S (sulfeto).

4.24 - Nióbio (minério de)4.24.1 - Nb_2O_5 , Ta_2O_5 , TiO_2 e SnO_2 .4.24.2 - Determinações adicionais: Fe_2O_3 , SiO_2 , Mn, Mo e Zr.4.25 - Níquel (minério de)

4.25.1 - Ni.

4.25.2 - Determinações adicionais: SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO, perda ao fogo, Mn e Cu.4.26 - Pirita4.26.1 - Fe, S (sulfeto) e SiO_2 .4.27 - Rocha4.27.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO, TiO_2 , P_2O_5 , CaO, MgO, Na_2O , K_2O , MnO, perda ao fogo e umidade.4.27.2 - Determinações adicionais: F, Li_2O , C e S total.4.28 - Sal4.28.1 - Resíduo insolúvel, R_2O_3 , CaO, MgO, cloretos solúveis, SO_3 , Na e K.4.29 - Talco4.29.1 - SiO_2 , Al_2O_3 , FeO, CaO, MgO e perda ao fogo.4.30 - Tântalo (minério de)4.30.1 - Ta_2O_5 , Nb_2O_5 , TiO_2 e SnO_2 .4.30.2 - Determinações adicionais: Fe_2O_3 , SiO_2 , Mn, Mo e Zr.4.31 - Titânio (minério de)4.31.1 - TiO_2 , Fe_2O_3 , FeO e SiO_2 (ilmenita). TiO_2 , Fe_2O_3 e SiO_2 (rutilo).4.31.2 - Determinações adicionais: umidade, Cr_2O_3 , P_2O_5 , V_2O_5 , MgO, Al_2O_3 , CaO, S total e Mn.4.32 - Tungstênio (minério de)4.32.1 - WO_3 , FeO e MnO (wolframita). WO_3 , umidade, Mo e S (scheelita).4.32.2 - Determinações adicionais: FeO, SnO_2 , SiO_2 , P_2O_5 , CaO, Mn, Cu, Bi, Pb, As e Sb.

4.33 - Zinco (minério de)

4.33.1 - Resíduo insolúvel, Zn, S (sulfeto) e Pb.

4.33.2 - Determinações adicionais: SiO_2 , Ag, Cu e Cd.4.34 - Zircônio (minério de)4.34.1 - ZrO_2 e SiO_2 .

ENSAIOS POR FUSÃO

INTRODUÇÃO

O Ensaio por Fusão, também conhecido por "Fire Assay", consiste na análise dos metais preciosos que são totalmente separados por meio de reagentes químicos e calor, em operações de fusão e copelação. Os metais são determinados isoladamente pelos métodos analíticos mais adequados à natureza da amostra e ao teor do metal precioso na mesma.

Fusão: Fusão da amostra pulverizada com mistura fundente de carbonato de sódio, sílica, bórax, óxido de chumbo e um agente redutor. A alta afinidade dos metais preciosos pelo chumbo fundido e a grande diferença de densidade entre este e a escória, permitem a separação dos metais preciosos.

Copelação: Separação dos metais preciosos do botão de chumbo, por fusão oxidante, num recipiente poroso (copela).

Determinação do Metal Precioso: A determinação do metal precioso separado por fusão e/ou copelação é feita por Gravimetria, Espectrometria de Absorção Atômica ou Espectrografia Ótica de Emissão.

PRECISÃO DOS RESULTADOS DE ANÁLISE

A precisão da análise depende basicamente da representatividade da alíquota analisada, e essa por sua vez depende do número de partículas do metal presentes na amostra e do peso da alíquota. Na maioria dos casos um peso de 30 g é considerado representativo.

A precisão ao nível de confiança de dois desvios padrões é definida pela expressão:

$$p = \frac{2 \cdot s}{\bar{X}} \cdot 100$$

onde p = precisão dos resultados da análise

s = desvio padrão dos resultados

\bar{X} = valor médio dos resultados

Por exemplo, para uma amostra de carbonato contendo arsenopirita, analisada 8 vezes, encontrou-se para um resultado médio de 3,4 ppm uma precisão de 11%, o que significa que 95% dos resultados estão na faixa de $3,4 \pm 0,47$ ppm, para o elemento ouro.

MÉTODOS ANALÍTICOS

1 - Ouro

1.1 - Método de ensaio por fusão - absorção atômica: separação total do ouro por fusão e copelação, e determinação do ouro por espectrometria de absorção atômica.

Aplicação: Na análise de materiais geológicos e concentrados minerais.

Limite inferior: 0,03 ppm

Limite superior: 1000 ppm

1.2 - Método de ensaio por fusão - copelação: separação total do ouro por fusão e/ou copelação e determinação por pesagem.

Aplicação: Na análise de materiais geológicos, concentrados minerais e produtos metalúrgicos.

Limite inferior: 0,1%

Limite superior: 99,9%

1.3 - Método de copelação (segundo ABNT): separação total do ouro por copelação e determinação por pesagem, com análise paralela de ouro padrão para estabelecimento de fator de correção.

Aplicação: Na análise de ouro bruto e ouro refinado.

Limite inferior: 250 partes por mil

Limite superior: 999,9 partes por mil

2 - Ouro e Prata

2.1 - Método de ensaio por fusão - absorção atômica - gravimetria: separação total do ouro e da prata por fusão e copelação, e determinação do ouro por espectrometria de absorção atômica e da prata por gravimetria.

Aplicação: Na análise de minérios de prata.

Limite inferior: Au - 0,03 ppm

Ag - 10 ppm

Limite superior: Au - 1000 ppm

3 - Ouro e paládio

3.1 - Método de ensaio por fusão - copelação - gravimetria: separação total do ouro e do paládio por fusão e copelação, e determinação por gravimetria.

Aplicação: Na análise de produtos metalúrgicos, concentrados de ouro e ouro bruto.

Limite inferior: Au - 0,1%

Pd - 0,5%

Limite superior: Au - 99,5%

Pd - 99,5%

4 - Metais do Grupo da Platina (platina, paládio, irídio, ródio e rutênio)

4.1 - Método de ensaio por fusão - espectrografia: separação total dos metais do grupo da platina por fusão e copelação, e determinação dos mesmos por espectrografia de emissão ótica.

Aplicação: Na análise de materiais geológicos e concentrados minerais.

Limite inferior: Pt - 0,005 ppm

Pd - 0,002 ppm

Ir - 0,05 ppm

Rh - 0,002 ppm

Ru - 0,2 ppm

Limite superior: 5 ppm para todos os metais do grupo

Registro dos resultados e precisão: os padrões utilizados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50 - 100, etc., e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como: 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70, etc. A precisão

(reprodutibilidade) de um valor registrado é (\pm) um intervalo, num limite de confiança de 68%, ou (\pm) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

5 - Metais do grupo da Platina e Ouro (platina, paládio, irídio, ródio, rutênio e ouro)

5.1 - Método de ensaio por fusão - espectrografia: separação total do ouro e dos metais do grupo da platina por fusão e copelação e determinação dos mesmos por espectrografia de emissão ótica.

Aplicação: Na análise de materiais geológicos e concentrados minerais.

Limite inferior: Pt - 0,005 ppm

Pd - 0,002 ppm

Ir - 0,05 ppm

Rh - 0,002 ppm

Ru - 0,2 ppm

Au - 0,05 ppm

Limite superior: 5 ppm para todos os metais do grupo

Registro dos resultados e precisão: os padrões utilizados na leitura dos resultados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50 - 100, etc., e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70, etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é (\pm) um intervalo num limite de confiança de 68%, ou (\pm) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

6 - Platina

6.1 - Método de ensaio por fusão - absorção atômica: separação total da platina por fusão e copelação e determinação por espectrometria de absorção atômica.

Aplicação: Na análise de materiais geológicos e concentrados minerais.

Limite inferior: 0,1ppm

Limite superior: 1000 ppm

7 - Ouro, Paládio, Platina e Prata

7.1 - Método de ensaio por fusão - copelação - gravimetria: separação total de ouro, paládio, platina e prata por fusão e copelação; determinação do ouro por pesagem; determinação de paládio, platina e prata por gravimetria.

Aplicação: Na análise de produtos metalúrgicos, concentrados de ouro e ouro bruto.

Limite inferior: Au - 0,1%

Pd - 0,5%

Pt - 0,5%

Ag - 0,5%

Limite superior: Au - 99,5%

Pd - 99,5%

Pt - 99,5%

Ag - 99,5%

CONTROLE DE QUALIDADE

Com o desenvolvimento industrial, ocorrido na segunda metade deste século, surgiu a necessidade de um controle dos materiais produzidos para que sua qualidade satisfizesse, ao máximo possível, às necessidades do usuário do produto. Assim, desenvolveram-se técnicas de controle de qualidade, que são atualmente aplicadas em quase todos os ramos de atividades.

Na área de prestação de serviços de análises químicas, o controle de qualidade é uma condição básica para se atingir à máxima confiabilidade possível dos resultados. Uma das técnicas de controle é através de análises, em paralelo, de amostras de acompanhamento, cuja composição química tenha sido bem estabelecida através de um número elevado de análises. Estas amostras de acompanhamento podem ser:

- a) Padrões Certificados - amostras preparadas em programas interlaboratoriais, e exaustivamente analisadas pelos vários laboratórios participantes do programa.
- b) Padrões para Acompanhamento Interno - amostras preparadas e analisadas em um único laboratório ou em número restrito de laboratórios.

No controle de qualidade efetuado pelo LAMIN destacamos os seguintes itens:

- Reagentes são testados antes de sua utilização.
- As metodologias são testadas utilizando padrões certificados do United States Geological Survey-USGS, National Bureau of Standards-NBS e do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo-IPT.
- As análises de elementos traços por via úmida são acompanhadas de ensaios em branco.
- Os instrumentos são sistematicamente aferidos e calibrados através de soluções em branco, padrões e amostras de monitoramento.
- Nas análises de elementos traços por via úmida é sempre inserida uma duplicata a cada vinte e cinco amostras.

- A determinação de elementos maiores é sempre realizada em duplicata.
- Amostras cujos resultados se afastam da tendência geral do lote são sempre re-analisadas.
- Padrões de acompanhamento e padrões certificados são usados no controle das análises.
- Para evitar erros de transcrição, os resultados analíticos não descritivos, são apresentados em formulários próprios, de acordo com o tipo de análise.

Os padrões certificados são amostras de custo elevado e o seu uso sistemático, principalmente em análises destrutivas, é oneroso, razão pela qual o uso de padrões de acompanhamento interno tornou-se muito difundido entre os principais laboratórios.

Assim, a fim de baixar custos operacionais e aumentar as atividades de controle, o LAMIN está desenvolvendo projetos de preparação de padrões dos dois tipos, tendo, como é lógico, iniciado pela preparação de padrões para o acompanhamento interno. Neste sentido, já foram preparados: um padrão de rocha com teor elevado de SiO_2 , um padrão de rocha com teor médio de SiO_2 e um padrão de sedimento de corrente para a determinação de elementos traços. O primeiro destes padrões foi analisado sistematicamente, e os resultados foram submetidos a estudos estatísticos (Tabela I), já estando em uso, enquanto os outros dois padrões estão na fase de análise.

O padrão de rocha com elevado teor de SiO_2 foi preparado com amostras já analisadas no LAMIN, selecionadas de modo a conseguir um teor de SiO_2 da ordem de 70%. As amostras foram misturadas e a amostra final obtida foi submetida a testes de homogeneidade. Uma vez aprovada, a amostra foi separada em frações, que foram colocadas em frascos e identificadas. Quatro frascos com frações da amostra foram encaminhados ao Laboratório de Química de Elementos Maiores para análise completa, com determinação quantitativa de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , FeO , TiO_2 , MnO , CaO , MgO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 e Perda ao Fogo. Os mesmos frascos foram encaminhados depois ao Laboratório de Espectrografia Ótica de Emissão, para análise espectrográfica semiquantitativa padrão de 30 elementos, para controle de elementos traços.

Na análise quantitativa foram feitas oito determinações de cada componente em cada amostra. Os 32 resultados obtidos foram submetidos aos testes estatísticos de DIXON, de COCHRAN e de FISHER, para verificar sua compatibilidade, sendo depois calculados os intervalos de confiança dos resultados.

A Tabela I apresenta, para cada componente analisado, a média dos resultados (\bar{X}), tomada como valor de consenso, o desvio padrão (s) e, num nível de significância de 95%, o intervalo de confiança (Δ), e os limites inferior ($\bar{X} - \Delta$) e superior ($\bar{X} + \Delta$).

TABELA I

COMPONENTE	\bar{X} (%)	s (%)	Δ (%)	$\bar{X} - \Delta$ (%)	$\bar{X} + \Delta$ (%)
SiO ₂	70,49	0,367	0,13	70,36	70,62
Al ₂ O ₃	15,10	0,191	0,07	15,03	15,17
Fe ₂ O ₃	1,16	0,060	0,02	1,14	1,18
FeO	1,06	0,048	0,02	1,04	1,08
TiO ₂	0,42	0,020	0,01	0,41	0,43
MnO	0,03	(*)	-	-	-
CaO	1,79	0,093	0,03	1,76	1,82
MgO	0,65	(*)	-	-	-
Na ₂ O	3,43	0,063	0,02	3,41	3,45
K ₂ O	4,62	0,069	0,03	4,59	4,65
P ₂ O ₅	0,12	(*)	-	-	-
P.F.	0,63	0,049	0,01	0,62	0,64

(*) Componentes cujos resultados apresentaram variância zero.

Da próxima etapa do programa de amostras de acompanhamento do LAMIN, consta a preparação de um padrão de solo para análise de elementos traços e de dois padrões de sedimento de corrente, um para análise de flúor e outro para análise de arsênio.

VI.2 - TABELA DE SERVIÇOS

SUMÁRIO

	<u>Seção</u>
Preparação de amostras para Análise Química e Instrumental	A
Mineralogia	B
Difração de Raios-X	
Calcografia	
Análise Termodiferencial	
Sedimentologia	C
Bioestratigrafia	D
Petrografia	E
Fluorescência de Raios-X	F
Espectrografia Ótica de Emissão	G
Química de Elementos Traços	H
Química de Elementos Maiores	I
Ensaio por Fusão	J
Duro	L
Carvão, Turfa e Grafita	M
Hidroquímica	N
Estudo "in loco" para Água Mineral	O
Bacteriologia	P

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE QUÍMICA
E INSTRUMENTAL

1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

O Laboratório de Preparação de Amostras realiza rotineiramente os seguintes tipos de preparação:

1.1 - PREPARAÇÃO PARA ANÁLISE GEOQUÍMICA

ROCHAS: As amostras são britadas a 3mm e quarteadas, se necessário; a quantidade adequada para a análise é pulverizada em moinho de discos de porcelana a menos 200 malhas (especificação ABNT nº 200).

SOLOS E SEDIMENTOS DE CORRENTE: As amostras são secadas em estufa, desagregadas e peneiradas a 80 malhas (especificação ABNT nº 80), quarteadas se necessário, e a quantidade adequada para análise pulverizada a menos 100 malhas (especificação ABNT nº 100) ou a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140), no caso de solicitação de análise espectrográfica.

CONCENTRADOS DE BATEIA: Procede-se à concentração de pesados por bromofórmio nas amostras, antes da pulverização e, quando solicitado, é também realizada a separação em frações granulométricas e/ou magnéticas. Para efeito de preços cada fração granulométrica é considerada uma amostra. No caso de solicitação explícita do interessado, a separação de pesados não é realizada e aplica-se diretamente o esquema de pulverização: as amostras pesando até 50g são totalmente pulverizadas em gral de ágata ou mullita, a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140). Amostras com peso superior a 50g são totalmente pulverizadas em moinho de discos de porcelana a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140).

VEGETAL: Cerca de 50g da amostra (folhas e/ou caules) são calcinados a 600°C, e a cinza obtida é totalmente pulverizada em gral de ágata.

1.2 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DE ROCHAS, MINERAIS E MINÉRIOS PARA ANÁLISE QUANTITATIVA

As amostras são britadas a 3mm, quarteadas se necessário, e a quantidade adequada para análise é pulverizada. A granulometria final é de menos 200 malhas (especificação ABNT nº 200), ou de menos 250 malhas (especificação ABNT nº 230) para amostras tipo cromita, mica, ilmenita, rutílo e molibdenita.

1.3 - PREPARAÇÃO PARA ENSAIOS POR FUSÃO

Amostras pesando até 1kg são britadas a 3mm, e totalmente pulverizadas a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140), e quarteadas para obtenção de uma alíquota de 300g.

Amostras com peso superior a 1kg são britadas a 3mm, totalmente pulverizadas a menos 20 malhas (especificação ABNT nº 20), quarteadas, e a metade pulverizada a menos 65 malhas (especificação ABNT nº 70), é quarteada até obter uma alíquota de 300g a qual é pulverizada a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140).

As amostras de aluvião contendo muito material estéril poderão ser submetidas à concentração por bromofórmio, antes da pulverização, se houver solicitação específica.

As amostras pulverizadas são peneiradas e quaisquer partículas metálicas são separadas para análise em paralelo.

1.4 - PREPARAÇÃO ESPECIAL

O interessado deverá entrar em entendimento prévio para combinar a metodologia e o preço.

2. EQUIPAMENTO BÁSICO

Britador de mandíbula

Moinho de discos de cerâmica

Moinho de discos de ferro

Moinho de placa oscilante com recipientes de carbureto de tungstênio e de aço

Estufa de ar circulante

Quarteador Jones

Jogo de peneiras em aço inoxidável

Compressor de ar

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE QUÍMICA
E INSTRUMENTAL

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
001.4004	Preparação de amostra - <u>SOLO E SEDIMENTO</u> (até 500 g de amostra recebida)	04
002.4005	Preparação de amostra - <u>ROCHA</u> (até 500 g de amostra recebida)	05
003.4005	Preparação de amostra - <u>CONCENTRADO</u> (até 50 g de amostra recebida)	05
004.4005	Preparação de amostra - <u>VEGETAL</u> (até 100 g de amostra recebida)	05
005.4005	Preparação de amostra - <u>METAIS NOBRES</u> (até 1 lig de amostra recebida)	05

Quando o peso da amostra exceder aos especificados acima, cada múltiplo ou fração destes será considerado outra amostra para efeito de preço.

MINERALOGIA

O Laboratório de Mineralogia realiza análises difratométricas de raios-X, termodiferenciais (DTA) e calcográficas.

1. DIFRAÇÃO

As análises por difração de raios-X são utilizadas para identificações mineralógicas visando, no caso de análise padrão, à determinação de grupos, famílias ou séries. Análises especiais mais detalhadas podem ainda determinar espécies. Utiliza-se o método de pó, no qual a amostra é moída a aproximadamente menos 200 malhas. O registro pode ser gráfico (análise padrão) ou fotográfico (geralmente para quantidade muito pequena de amostra). Para materiais contendo vários componentes é necessária a aplicação de técnicas de separação, para que se possa obter um resultado detalhado sobre sua composição. Neste caso, cada fração separada é considerada uma amostra para efeito de preço.

2. ÍNDICE DE CRISTALINIDADE DA ILLITA

A presença de argilominerais nas rochas sedimentares e epimetamórficas, permite determinar a evolução diagenético-metamórfica de um sedimento. Segundo Kubler (1964) a illita é um argilomineral que permite relacionar o seu grau de cristalinidade com a variação de temperatura, a qual o sedimento foi submetido. A determinação do índice de cristalinidade da illita é uma medida simples e absoluta da largura a meia altura do pico de 10Å° do difratograma de raios-X.

O índice de cristalinidade da illita para determinar a evolução de um sedimento em direção ao metamorfismo, deve ser acompanhado de outros parâmetros tais como: determinação dos polimorfos da illita, da sua composição (magnesianas e ferríferas consideradas com reservas), aspectos texturais em lâminas petrográficas, análises químicas e observações de campo.

3. TAXA DE GRAFITIZAÇÃO

As partículas de matéria orgânica disseminadas nas rochas sedimentares sofrem uma evolução no seu grau de organização, em função do grau de diagenese ou metamorfismo a que são submetidas, chegando num estágio final à formação de grafita. Esta evolução pode ser acompanhada por estudos difratométricos e pela medida da taxa de grafitização, que é um índice empírico definido, segundo Ragot, como:

$$g = \frac{3,44 - d_{00,2}}{3,44 - 3,354}$$

o qual assume valor 1 para grafita.

Estudos comparativos dos valores assumidos por g, bem como do grau de resolução das raias de difração permitem estimar a paleotemperatura à qual foi submetido o sedimento.

4. ANÁLISE TERMODIFERENCIAL

As análises termodiferenciais se aplicam principalmente à complementação de estudos de argila, bauxita e calcário, as quais são normalmente precedidas de análise por difração de raios-X. Em caso de outros materiais o LAMIN deverá ser previamente consultado.

O material a ser analisado é pulverizado a aproximadamente menos 200 malhas, sendo suficiente uma pequena quantidade de material (aproximadamente 50 mg).

5. CALCOGRAFIA

As análises calcográficas consistem no estudo de minerais opacos em seção polida, utilizando-se microscópio de polarização com luz incidente.

Estas análises compreendem a determinação dos minerais opacos,

bem como a sua descrição, incluindo texturas, alterações, paragenese, etc.

Em casos especiais, os quais implicam em consulta prévia ao LAMIN, poderá ser feita a determinação quantitativa dos minerais opacos através de análise modal.

6. EQUIPAMENTO BÁSICO

Difratômetro Philips mod. PW 1140, (equipado com contador Geiger e câmaras de pó)

Analizador termodiferencial Rigaku mod. Thermoflex

Microscópio de luz refletida Leitz mod. Orthoplan

Microscópio de luz transmitida Leitz mod. Dialux

Lupa binocular Leitz e Wild

Ultra-som Branson 52

Platina integradora de Shand

Centrífuga

Estufa

Forno

MINERALOGIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>DIFRAÇÃO</u>	
015.4021	Identificação mineralógica - reg. gráfico	21
016.4026	Identificação mineralógica - filme	26
017.4026	Semi quantitativa de argilas	26
018.4022	Índice de cristalinidade de illita	27
019.4023	Taxa de grafitização	23
	<u>CALCOGRAFIA - ESTUDO MICROSCÓPICO DE SEÇÃO POLIDA</u>	
025.4024	Confecção de seção polida	24
026.4026	Identificação e descrição	26
027.4031	Análise modal	31
028.4016	Fotomicrografia	16
035.4027	<u>ANÁLISE TERMODIFFERENCIAL (DTA)</u>	27

SEDIMENTOLOGIA

O Laboratório de Sedimentologia efetua análises diversas em sedimentos detríticos não consolidados.

1. ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS PESADOS

A análise mineralógica de minerais pesados é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos, complementados por métodos químicos. São determinados ouro, columbita-tantalita, cassiterita, scheelita, ilmenita, topázio, corindon, monazita, xenotímio, zircão, magnetita, rutilo, cromita, pirita, calcopirita e granada, entre outros minerais pesados. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa.

Este tipo de análise é precedido de uma concentração de pesados e uma separação magnética e eletromagnética.

1.1- ANÁLISE QUALITATIVA:

Consiste na determinação dos diferentes minerais constituintes, indicando os de interesse econômico e fornecendo dados genéticos e subsídios para mapeamento geológico. Os resultados são fornecidos nas seguintes faixas percentuais:

> 50%

5 - 50%

< 5%

1.2- ANÁLISE SEMIQUANTITATIVA:

É indicada para obter maior detalhamento da ocorrência de minerais de interesse econômico. O resultado é dado nas seguintes faixas percentuais.

> 75%
50 - 75%
25 - 50%
5 - 25%
1 - 5%
< 1%

1.3- ANÁLISE QUANTITATIVA:

É indicada para quantificação de minerais de interesse econômico, para determinação de sua dispersão, assim como dos minerais significativos do ponto de vista petrogenético. O resultado é dado, até a 2ª casa decimal, em peso (grama) ou porcentagem.

2. ANÁLISE MINERALÓGICA DE OURO

A análise mineralógica de ouro é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos sendo, de acordo com o caso, utilizados dos métodos químicos. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa, nas faixas mencionadas no item 1.

Este tipo de análise é precedido de uma concentração de pesados.

3. TABELA DE PINTAS DE OURO

A análise é feita por meios óticos, assim como por outros métodos físicos. O resultado fornece uma tabela numérica indicando a quantidade de pintas catadas, seu peso e o peso médio da pinta em diferentes granulometrias. Os pesos são dados até décimo de miligrama.

A análise possibilita, por comparação visual no campo, uma avaliação microregional do ouro.

4. DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE OURO POR AMALGAMAÇÃO

A análise é feita pelo método de amalgamação do ouro e posterior ataque por ácido nítrico, para dissolução do mercúrio e liberação do ouro. O ouro, após lavagem com água e secagem, é pesado, sendo o resultado dado até décimo de miligrama.

Embora o método utilizado seja químico, o controle da análise é feito por meio físico: é processado o microbateamento para verificação ótica da presença de ouro, sendo considerada estéril apenas a amostra que, após dois microbateamentos sucessivos, não apresentar ouro visível.

5. ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS LEVES

A análise mineralógica de minerais leves é efetuada por meios óticos, assim como por outros métodos físicos, complementados por métodos químicos. São determinados quartzo, diferentes feldspatos, diferentes carbonatos, berilo e mica, entre outros minerais leves. A análise pode ser qualitativa, semiquantitativa ou quantitativa, sendo as indicações e respectivas faixas como as mencionadas no item 1.

6. FOTOMICROGRAFIA

A fotomicrografia de minerais pode ser feita em microscópio estereoscópico ou microscópio de polarização.

7. GRANULOMETRIA

A granulometria para sedimentos de diâmetro superior a 62μ é efetuada por peneiramento para seixos, grânulos, areia muito grosseira, grosseira, média, fina e muito fina, em sedimentos friáveis.

A granulometria para sedimentos de diâmetro inferior a 62μ é efetuada por velocidade de deposição em água, usando-se o método de pipeta, baseado na lei de Stokes, para silte muito grosseiro, grosseiro, fino e muito fino, e argila muito grosseira, grosseira, fina e muito fina. O resultado é dado em porcentagem e porcentagem cumulativa, até a 2ª casa decimal.

8. ARREDONDAMENTO E ESFERICIDADE

O arredondamento e a esfericidade de grãos são determinados por meios óticos. O resultado é dado em porcentagem até a 2ª casa decimal. Os valores do arredondamento médio e da esfericidade média também são fornecidos.

9. TEXTURA SUPERFICIAL

A textura superficial de grãos é determinada por meios óticos. O resultado é dado em porcentagem até a 2ª casa decimal.

10. DETERMINAÇÃO DE PESO ESPECÍFICO

A determinação de peso específico é feita por deslocamento de volume.

11. EQUIPAMENTO BÁSICO

Microscópio binocular Leitz

Microscópio binocular Zeiss

Microscópio de polarização de luz transmitida Leitz mod. Dialux

Microscópio de polarização de luz transmitida Leitz mod. Ortholux

Microscópio de polarização de luz refletida Leitz mod. Orthoplan

Contador de pontos Swift and Son

Separador isodinâmico Frantz

Separador magnético Carpco

Ultra-Som Blackstone

Ultra-Som Buehler

Mineralight Fisher Scientific

Peneirador Ro-Tap

Balança analítica

Centrífuga

Estufa

SEDIMENTOLOGIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
038.4013	Concentração de pesados (até 100 g de amostra recebida)	13
039.4013	Separação eletromagnética (até 20 g de amostra recebida)	13
	<u>ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS PESADOS</u>	
040.4022	Qualitativa	22
041.4025	Semi quantitativa	25
042.4027	Quantitativa	27
	<u>ANÁLISE MINERALÓGICA DE OURO</u>	
045.4022	Qualitativa	22
046.4025	Semi quantitativa	25
047.4032	Quantitativa	32
	<u>TABELA DE PINTAS DE OURO</u>	
050.40	Por fração granulométrica	
055.4013	<u>DETERMINAÇÃO QUANTITATIVA DE OURO POR AMALGAMAÇÃO</u> (até 20g de amostra recebida)	13
	<u>ANÁLISE MINERALÓGICA DE MINERAIS LEVES</u>	
060.4017	Qualitativa	17
061.4022	Semi quantitativa	22
062.4025	Quantitativa	25

SEDIMENTOLOGIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
065.4016	<u>FOTOMICROGRAFIA</u>	16
068.4017	<u>GRANULOMETRIA</u> (até 1000 g de amostra recebida)	17
075.4016	<u>ARREDONDAMENTO E ESFERICIDADE</u>	16
078.4014	<u>TEXTURA SUPERFICIAL</u>	14
080.4010	<u>DETERMINAÇÃO DE PESO ESPECÍFICO</u>	10

Quando o peso da amostra exceder aos especificados acima, cada múltiplo ou fração destes será considerado outra amostra para efeito de preço.

BIOESTRATIGRAFIA

O Laboratório de Bioestratigrafia realiza as seguintes análises: macropaleontológica, micropaleontológica, palinológica e organopalinológica, com a finalidade de identificar os vários tipos de fósseis, quer animais ou vegetais, e sua aplicação na estratigrafia, mapeamento geológico, ambiente, estudo dos carvões, etc. Realiza ainda fotomicrografias.

1. ANÁLISE MACROPALEONTOLÓGICA

Identificação de macrofósseis (animais e vegetais), frequência, habitat e idade geocronológica.

2. ANÁLISE MICROPALEONTOLÓGICA

Identificação de microfósseis (foraminíferos, ostrácodes, diatomáceas, espongiários-espículas, nanofósseis, conodontes, escolecodontes, etc.), frequência, modo de ocorrência e idade geocronológica.

Este tipo de análise requer preparação especial por meio de reagentes químicos, com a finalidade de isolar os microfósseis do sedimento que os contém e posterior montagem em lâminas especiais. De acordo com o grupo fóssil que se deseja investigar há determinado método de preparação e de confecção de lâminas. A principal utilização deste tipo de análise é no estudo de calcários, fosfatos, folhelhos e areias.

Após montados em lâminas, os microfósseis são estudados sob microscópio de pequeno aumento (até 50X) e de grande aumento (até 200X).

3. ANÁLISE PALINOLÓGICA

Identificação genérica e específica de esporos, pólenes e algas, frequência, filiação ao grupo vegetal (no caso de pólenes e esporos), ambiente de deposição e idade geocronológica.

Este tipo de análise requer cuidadosa e demorada preparação. A amostra deve ser submetida a ataques químicos por meio de vários reagentes (HF , HCl , HNO_3 , H_2O_2 , KClO_3 , etc.), a fim de isolar a matéria orgânica do sedimento.

A seguir o resíduo é submetido a centrifugações sucessivas, a fim de separar os palinomorfos, que serão montados em lâminas transparentes e estudados sob microscópio de grande aumento (até 1000X).

Várias técnicas são usadas em função do estado de preservação dos exemplares fósseis e do tipo de rocha que os contém.

Este tipo de análise é um dos mais usados uma vez que engloba quase todos os tipos de sedimentos (calcários, folhelhos, arenitos, etc.), reunindo uma grande variação de grupos fósseis de dimensões muito reduzidas, não reconhecíveis a olho nú, e bastante resistentes ao intemperismo.

Tem grande aplicação no estudo do carvão e dos folhelhos negros carbonosos.

4. FOTOMICROGRAFIA

Fotografias ao microscópio de pólenes, esporos, algas, diatomáceas, foraminíferos, ostrácodes, etc.

5. HISTOGRAMA OU CURVA DE FREQUÊNCIA

Análise de densidade populacional de uma assembléia fossilífera, com elaboração de curva ou histograma, do conjunto ou de cada grupo fóssil isolado.

Para esta análise a contagem da frequência é feita usando-se como padrão o cm^2 da lâmina delgada (lâmina petrográfica) ou grama (peso) de sedimento.

6. ANÁLISE ORGANOPALINOLÓGICA

Estudo de qualidade e estado de maturação da matéria orgânica. Por meio da determinação do IAT (índice de alteração térmica) que indica a temperatura máxima a que a matéria orgânica foi submetida, obtêm-se dados sobre a sua diagênese.

Este tipo de análise é de grande importância para o estudo dos carvões e do petróleo, indicando o tipo de carvão, com base no estado de maturação da substância orgânica do mesmo.

7. EQUIPAMENTO BÁSICO

Microscópio de pequeno aumento de luz refletida Zeiss mod. 200M
(até 50X)

Microscópio de grande aumento de luz transmitida Zeiss mod. Uni
versal (até 1000X)

Aparelhagem de fotomicrografia de luz transmitida e refletida
Zeiss

Contador de pontos eletrônico mod. Lab

Ultrá-som Branson 220

Balança analítica

Centrífuga

Estufa

BIOESTRATIGRAFIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>ANÁLISE MACROPALEONTOLÓGICA</u>	
100.4026	Macropaleontológica completa	26
101.4020	Macropaleontológica qualitativa	20
102.4012	Macropaleontológica quantitativa	12
103.4012	Macropaleontológica ambiental	12
104.4017	Macropaleontológica geocronológica	17
	<u>ANÁLISE MICROPALAEONTOLÓGICA</u>	
110.4012	Preparação micropaleontológica	12
111.4027	Micropaleontológica completa	27
112.4020	Micropaleontológica qualitativa	20
113.4012	Micropaleontológica quantitativa	12
114.4012	Micropaleontológica ambiental	12
115.4020	Micropaleontológica geocronológica	20
	<u>ANÁLISE PALINOLÓGICA</u>	
121.4016	Preparação palinológica	16
122.4028	Palinológica completa	28
123.4021	Palinológica qualitativa	21
124.4012	Palinológica quantitativa	12

BIOSTRATIGRAFIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
125.4012	Palinológica filiação	12
126.4012	Palinológica ambiental	12
127.4020	Palinológica geocronológica	20
132.4016	<u>FOTOMICROGRAFIA</u>	16
	<u>HISTOGRAMA OU CURVA DE FREQUÊNCIA</u>	
140.4025	Por associação fossilífera	25
141.4026	Por grupo fossilífero	26
	<u>ANÁLISE ORGANOPALINOLÓGICA</u>	
150.4012	Preparação organopalinológica	12
151.4014	Organopalinológica completa	14
152.4009	Organopalinológica-palinofácies	09
153.4009	Organopalinológica-paleotermometria	09

PETROGRAFIA

O Laboratório de Petrografia realiza rotineiramente os seguintes tipos de análises:

1. ANÁLISE PETROGRÁFICA

Neste tipo de análise são efetuados estudos macroscópicos que incluem a descrição das texturas, cor, granulação, etc. e também, a composição mineralógica. Nos estudos microscópicos descrevem-se a composição mineralógica e modal estimada, sempre que possível, e a sua relação paragenética, baseado no que, se classifica a rocha de acordo com convenções internacionais de classificação; quando possível, são feitas considerações petrogenéticas sobre a mesma.

2. ANÁLISE MODAL

São efetuadas contagens de pontos em lâmina utilizando-se aparelhagem especial para a obtenção das respectivas porcentagens dos constituintes minerais da rocha. Este tipo de análise se aplica principalmente a rochas de granulação uniforme e que não sofreram processos de deformação e redução do tamanho de grão.

Análises modais em rochas metamórficas podem ser utilizadas, porém em caráter muito restrito e com propósito específico. Neste caso devem ser analisadas várias amostras do mesmo afloramento.

3. FOTOMICROGRAFIA

É efetuada com aparelhagem fotográfica especial acoplada ao microscópio de polarização.

4. ANÁLISES E ESTUDOS PARA GEOLOGIA APLICADA

São estudos petrográficos em lâmina delgada, incluindo, por vezes, contagens de minerais, em associações com análises de raios-X. São efetua

dos ainda, estudos de aproveitamento de rochas de acordo com as normas da ASTM para pavimentação, concreto, etc.

5. ESTUDOS PETROGENÉTICOS

Envolve trabalhos de consultoria petrológica pressupondo uma grande inter-relação das equipes de campo com o laboratório, havendo portanto, necessidade de troca de informações e dados de campo, utilizando-se além de mapas de localização, perfis, informações detalhadas, incluindo orientação e posicionamento relativo das amostras, no contexto geológico.

6. EQUIPAMENTO BÁSICO

1. Microscópio Leitz Mod. Orthoplan Pol
2. Microscópio Leitz Mod. Ortholuz Pol
3. Microscópios Leitz Mod. Ortholuz II Pol Bk
4. Microscópios Leitz Mod. Dialux
5. Máquina fotográfica Leica M5
6. Platinas integradoras de Shand
7. Contadores de ponto Swift and Son

PETROGRAFIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
170.4018	<u>CONFECCÃO DE LÂMINA PETROGRÁFICA</u>	18
171.4007	<u>CORTE TRANSVERSAL EM TESTEMUNHO DE SONDAEM</u>	07
172.4015	<u>CORTE LONGITUDINAL EM TESTEMUNHO DE SONDAEM</u> (até 50 cm)	15
173.4012	<u>CORTE E POLIMENTO EM ROCHAS</u> <u>ESTUDO MICROSCÓPICO EM SEÇÃO DELGADA</u>	12
180.4024	Análise petrográfica	24
182.4030	Análise modal	30
183.4016	<u>FOTOMICROGRAFIA</u>	16

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

O Laboratório de Fluorescência de Raios-X realiza análises espectrográficas por fluorescência de raios-X, em materiais geológicos. Estas análises aplicam-se à determinação dos constituintes químicos, sejam eles maiores, menores ou traços, abrangendo desde o elemento de número atômico 13 (Al) até 92 (U). Os elementos de número atômico 13 a 21 são considerados leves, só podendo ser detectados a vácuo e exigindo cuidados especiais (pastilha/fusão) na preparação da amostra, enquanto os de número atômico superior a 21 são denominados pesados e podem dispensar a utilização de vácuo. Entretanto, para os elementos que se situam próximo ao 21, tais como Ti, V e mesmo Cr, a sensibilidade melhora consideravelmente se analisados sob vácuo.

Esse método permite análises qualitativas e quantitativas. As análises qualitativas podem ser solicitadas para todos os elementos pesados e/ou leves. Poderá ainda ser solicitada a verificação, que é a constatação da presença ou não, de elementos específicos, definidos pelo requisitante (até 3 elementos). Nas análises que só incluem elementos pesados a preparação da amostra consiste apenas na moagem a menos 150 malhas (especificação ABNT nº 140); já para os elementos leves é necessária a obtenção de uma pastilha, através de prensagem. A análise quantitativa determina a totalidade do elemento em estudo, independentemente da sua forma mineralógica. A preparação para este tipo de análise implica em diluição e prensagem (elementos pesados) ou fusão (elementos leves). Em casos especiais, a determinação de elementos pesados também exige fusão para resultados mais acurados.

Os limites inferiores de detecção dos diferentes elementos dependem da natureza da amostra, uma vez que o comportamento de cada elemento em relação à radiação-X varia com a matriz na qual ele se encontra. Entretanto, pode-se dizer que de modo geral os elementos leves são determinados em % e não se aplica a técnica de raios-X quando os mesmos são constituintes traços; já para os elementos pesados, níveis de dezena ou dezenas de

ppm podem ser atingidos.

EQUIPAMENTO BÁSICO

Espectrômetro Philips mod. PW 1540, (equipado com contadores proporcional e de cintilação, e com discriminação de energia)

Moinho Spex mod. Shatterbox

Prensa hidráulica semi-automática Herzog mod. HTP

Aparelho automático de fusão Claisse Fluxer VI

Balança analítica

Forno

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

O preço de preparação da amostra será cobrado separadamente (ver p. A-4).

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>FLUORESCÊNCIA QUALITATIVA</u>	
200.4021	Elementos leves	21
201.4019	Elementos pesados	19
202.4008	Verificação por elemento leve (1º elemento)	08
203.4006	Verificação por elemento pesado (1º elemento)	06
204.4003	Elemento adicional	03
	<u>FLUORESCÊNCIA - FAIXA DE PPM</u>	
210.4011	Elemento pesado (1º elemento)	11
211.4003	Elemento adicional	03
	<u>FLUORESCÊNCIA - FAIXA DE %</u>	
220.4014	Elemento pesado sem fusão (1º elemento)	14
221.4006	Elemento adicional	06
222.4019	Elemento leve com fusão (1º elemento)	19
223.4008	Elemento adicional	08

ESPECTROGRAFIA ÓTICA DE EMISSÃO

A análise por espectrografia ótica de emissão, técnica altamente sensível, permite a determinação simultânea e rápida de grande número de elementos presentes em materiais geológicos. O método utilizado é o de queima total da amostra.

O Laboratório de Espectrografia de Emissão realiza rotineiramente três tipos principais de análise, a seguir enumerados, envolvendo o uso de filmes espectrográficos. A análise semiquantitativa de cinza de vegetais para utilização em biogeoquímica e estudos ambientais, é também uma opção de análise que se encontra disponível neste laboratório.

1. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA QUALITATIVA

Utiliza a queima total de pequena quantidade de amostra (10 mg) para determinar os elementos presentes na mesma, e fornece uma idéia aproximada de suas faixas de concentração:

Elementos predominantes (superiores a 1%)

Elementos secundários (de 0,1% a 1%)

Elementos traços (inferiores a 0,1%)

2. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA SEMIQUANTITATIVA

Utiliza a queima total de pequena quantidade de amostra (10 mg) com a finalidade de determinar a concentração dos elementos pesquisados.

Os trinta elementos normalmente determinados para prospecção geoquímica, e os respectivos limites de detecção (inferiores e superiores), estão relacionados a seguir. Concentrações anômalas de outros elementos traços serão registradas, quando presentes, independente de solicitação.

Os padrões utilizados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50

100, etc., com interpolações visuais entre estes valores sempre dadas como 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70, etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é de (\pm) um intervalo, num limite de confiança de 68%, ou (\pm) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

3. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA PARA OS ELEMENTOS DO GRUPO DA PLATINA (PLATINA, PALÁDIO, IRÍDIO, RUTÊNIO E RÓDIO)

Utiliza a queima total da pérola de prata proveniente do ensaio por fusão, e onde estão concentrados os elementos do grupo da platina por ventura existentes na amostra, com a finalidade de determinar a concentração desses elementos na mesma.

Os padrões utilizados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50 - 100 etc., e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70 etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é (\pm) um intervalo num limite de confiança de 68%, ou (\pm) dois intervalos num limite de confiança de 95%.

4. ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA SEMIQUANTITATIVA DE CINZA DE VEGETAIS

A análise poderá ser aplicada a folhas e caules, com resultados mais conclusivos se estes forem analisados separadamente, e se for possível a identificação da espécie vegetal.

A quantidade necessária e suficiente de amostra é em torno de 50 g, e não deverá ser ultrapassada, pois o excesso retardará o processo de queima para obtenção de cinza.

A cinza obtida a 600°C é pulverizada em gral de ágata, homogeneizada e submetida à análise espectrográfica.

Os padrões utilizados obedecem à série 1 - 2 - 5 - 10 - 20 - 50 - 100, etc., e interpolações visuais entre estes valores são sempre dadas como 1,5 - 3 - 7 - 15 - 30 - 70 etc. A precisão (reprodutibilidade) de um valor registrado é (\pm) um intervalo num limite de confiança de 68%, ou

(±) dois intervalos, num limite de confiança de 95%.

5. EQUIPAMENTO BÁSICO

Espectrógrafo Jarrell-Ash-Wadsworth 1,5m

Espectrógrafo Jarrell-Ash-Ebert 3,4m

Espectrógrafo A.R.L. - 0,75m

Microfotômetro Jarrell-Ash

Comparador Jarrell-Ash

Fotoprocessador Jarrell-Ash

Balança Analítica

Balança de torção

ESPECTROGRAFIA ÓTICA DE EMISSÃO

O preço da preparação da amostra será cobrado separadamente (ver p. A-4).

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
240.4017	<u>QUALITATIVA</u>	17
241.4017	<u>SEMIQUANTITATIVA PADRÃO - 30 elementos</u>	17
242.4005	<u>ELEMENTO ADICIONAL AOS 30</u>	05
243.4011	<u>ELEMENTO ISOLADO</u>	11
244.4019	<u>SEMIQUANTITATIVA DE VEGETAL - 34 elementos</u>	19

A análise padrão de 30 elementos compreende as seguintes determinações, cujos limites inferiores e superiores de detecção são os indicados abaixo:

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR	ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Fe	0,05%	20%	Cu	5 ppm	20000 ppm
Mg	0,02%	10%	La	20 ppm	1000 ppm
Ca	0,05%	20%	Mo	5 ppm	2000 ppm
Ti	0,002%	1%	Nb	10 ppm	2000 ppm
Mn	10 ppm	5000 ppm	Ni	5 ppm	5000 ppm
Ag	0,5 ppm	5000 ppm	Pb	10 ppm	20000 ppm
As	200 ppm	10000 ppm	Sb	100 ppm	10000 ppm

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR	ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Au	10 ppm	500 ppm	Sc	5 ppm	100 ppm
B	10 ppm	2000 ppm	Sn	10 ppm	1000 ppm
Ba	20 ppm	5000 ppm	Sr	100 ppm	5000 ppm
Be	1 ppm	1000 ppm	V	10 ppm	10000 ppm
Bi	10 ppm	1000 ppm	W	50 ppm	2000 ppm
Cd	20 ppm	500 ppm	Y	10 ppm	2000 ppm
Co	5 ppm	2000 ppm	Zn	200 ppm	10000 ppm
Cr	10 ppm	5000 ppm	Zr	10 ppm	1000 ppm

Limites inferiores e superiores de detecção dos elementos adicionais aos 30.

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Ge	5 ppm	100 ppm
Ga	10 ppm	100 ppm
In	10 ppm	1000 ppm
Ta	50 ppm	5000 ppm
Ce	500 ppm	20000 ppm
Yb	1 ppm	10000 ppm
Hf	20 ppm	10000 ppm
Li	100 ppm	5000 ppm

A análise de cinza de vegetais compreende as seguintes determinações, cujos limites inferiores e superiores de detecção são os que se seguem:

ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR	ELEMENTO	LIMITE INFERIOR	LIMITE SUPERIOR
Fe	50 ppm	50000 ppm	Nb	10 ppm	500 ppm
Mg	100 ppm	100000 ppm	Ni	5 ppm	1000 ppm
Ti	10 ppm	10000 ppm	Pb	1 ppm	5000 ppm
Mn	10 ppm	10000 ppm	Sb	20 ppm	5000 ppm
Ag	0,1 ppm	500 ppm	Sc	10 ppm	100 ppm
As	200 ppm	5000 ppm	Sn	2 ppm	500 ppm
Au	1 ppm	500 ppm	Sr	100 ppm	5000 ppm
B	10 ppm	1000 ppm	V	10 ppm	1000 ppm
Ba	20 ppm	20000 ppm	W	50 ppm	1000 ppm
Be	0,5 ppm	100 ppm	Y	10 ppm	500 ppm
Bi	0,2 ppm	500 ppm	Zn	20 ppm	20000 ppm
Cd	1 ppm	500 ppm	Zr	10 ppm	1000 ppm
Co	5 ppm	1000 ppm	Ga	2 ppm	100 ppm
Cr	2 ppm	1000 ppm	Ge	2 ppm	100 ppm
Cu	1 ppm	5000 ppm	In	2 ppm	100 ppm
La	20 ppm	500 ppm	Li	200 ppm	10000 ppm
Mo	2 ppm	500 ppm	Na	50 ppm	50000 ppm

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

O Laboratório de Química de Elementos Traços realiza análises por via úmida, em materiais geológicos, utilizando métodos padronizados que apresentam boa reprodutibilidade, alta sensibilidade, e adequados ao manuseio de grande número de amostras, sendo portanto bem aplicáveis à prospecção geoquímica. Nestas análises são empregados diversos tipos de aberturas utilizando ácidos fortes ou fracos em concentrações variadas, extrações com reagentes específicos e fusões ácidas ou alcalinas. Em casos especiais, são também executadas aberturas totais para análise quantitativa.

As determinações são efetuadas por métodos instrumentais, principalmente espectrometria de absorção atômica, sendo obedecidas as condições ideais, tais como composição de chama, correção de fundo, concentração de elementos em solventes orgânicos, tampões específicos, geração de hidretos, visando a obter melhor sensibilidade aliada à isenção de interferência. Além disso, são empregadas técnicas de análise por espectrometria de absorção molecular, eletrodos de íon específico e fluorimetria, entre outras.

1. EQUIPAMENTO BÁSICO

Espectrômetro de absorção atômica Perkin-Elmer mod. 5000 com corretor de deutério e tungstênio

Espectrômetro de absorção atômica Perkin-Elmer mod. 306 com corretor de deutério

Espectrômetro de absorção molecular Bausch-Lomb, Spectronic 20

Eletrodo de íon específico Orion, mod. 407 A/L

Acessório para geração de vapor Varian mod. 65

Fluorímetro Jarrell-Ash mod. 26-000

Medidor de pH

Sistema purificador de água

Balança analítica

Centrífuga

Estufa

Forno

RELAÇÃO DE ELEMENTOS

ELEMENTO	CÓDIGO (apenas os 3 primeiros algarismos)
Alumínio	387
Antimônio	361 - 390
Arsênio	361 - 390
Bário	379 - 387
Berílio	387
Bismuto	360 - 361 - 390
Cádmio	360 - 361 - 380 - 381-386
Chumbo	360 - 361 - 364 - 365 - 366 - 367 - 380 - 381 - 386
Cobalto	360 - 361 - 364 - 365 - 366 - 367 - 380 - 381 - 386
Cobre	360 - 361 - 364 - 365 - 366 - 367 - 380 - 381 - 386
Cromo	360 - 361 - 362 - 382 - 387
Estanho	377 - 378
Estrôncio	379 - 387

ELEMENTO	CÓDIGO (apenas os 3 primeiros algarismos)
Ferro	360 - 361 - 364 - 386
Flúor	418 - 420
Fósforo	410
Lítio	379 - 400
Manganês	360 - 361 - 386
Molibdênio	363 - 383
Níquel	360 - 361 - 364 - 365 - 366 - 367 - 380 - 381 - 386
Ouro	375 - 376
Potássio	400
Prata	360 - 381
Sódio	400
Tungstênio	410
Urânio	415 - 416
Vanádio	363 - 383
Zinco	360 - 361 - 364 - 365 - 366 - 367 - 380 - 381 - 386

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

O preço de preparação da amostra será cobrado separadamente
(ver p. A-4).

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL																								
	<u>ANÁLISE POR ABSORÇÃO ATÔMICA</u>																									
	<u>ABERTURA: ácido nítrico a quente</u>																									
360.4005	1º elemento	05																								
360.4001	Elemento adicional	01																								
	<table border="0"> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Cu</td> <td>1 ppm</td> </tr> <tr> <td>Pb</td> <td>4 ppm</td> </tr> <tr> <td>Zn</td> <td>1 ppm</td> </tr> <tr> <td>Ag</td> <td>0,2 ppm</td> </tr> <tr> <td>Co</td> <td>1 ppm</td> </tr> <tr> <td>Ni</td> <td>1 ppm</td> </tr> <tr> <td>Cd</td> <td>0,2 ppm</td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>0,01 %</td> </tr> <tr> <td>Mn</td> <td>1 ppm</td> </tr> <tr> <td>Bi</td> <td>5 ppm</td> </tr> <tr> <td>Cr</td> <td>5 ppm</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Cu	1 ppm	Pb	4 ppm	Zn	1 ppm	Ag	0,2 ppm	Co	1 ppm	Ni	1 ppm	Cd	0,2 ppm	Fe	0,01 %	Mn	1 ppm	Bi	5 ppm	Cr	5 ppm	
Elemento	Limite de detecção																									
Cu	1 ppm																									
Pb	4 ppm																									
Zn	1 ppm																									
Ag	0,2 ppm																									
Co	1 ppm																									
Ni	1 ppm																									
Cd	0,2 ppm																									
Fe	0,01 %																									
Mn	1 ppm																									
Bi	5 ppm																									
Cr	5 ppm																									

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL																										
	<u>ABERTURA:</u> água régia																											
361.4006	1º elemento	06																										
361.4001	Elemento adicional	01																										
	<table border="0"> <thead> <tr> <th data-bbox="804 1017 974 1052">Elemento</th> <th data-bbox="1264 1017 1661 1052">Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="868 1128 910 1164">Cu</td> <td data-bbox="1421 1128 1527 1164">1 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1228 910 1264">Pb</td> <td data-bbox="1421 1228 1527 1264">4 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1328 910 1364">Zn</td> <td data-bbox="1421 1328 1527 1364">1 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1428 910 1464">Co</td> <td data-bbox="1421 1428 1527 1464">1 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1528 910 1564">Ni</td> <td data-bbox="1421 1528 1527 1564">1 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1628 910 1664">Cd</td> <td data-bbox="1421 1628 1570 1664">0,2 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1728 910 1764">Fe</td> <td data-bbox="1421 1728 1549 1764">0,01 %</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1828 910 1863">Mn</td> <td data-bbox="1421 1828 1527 1863">1 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 1928 910 1963">Cr</td> <td data-bbox="1421 1928 1527 1963">5 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 2028 910 2063">Bi</td> <td data-bbox="1421 2028 1527 2063">5 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 2128 910 2163">As</td> <td data-bbox="1421 2128 1527 2163">20 ppm</td> </tr> <tr> <td data-bbox="868 2228 910 2263">SB</td> <td data-bbox="1421 2228 1527 2263">20 ppm</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Cu	1 ppm	Pb	4 ppm	Zn	1 ppm	Co	1 ppm	Ni	1 ppm	Cd	0,2 ppm	Fe	0,01 %	Mn	1 ppm	Cr	5 ppm	Bi	5 ppm	As	20 ppm	SB	20 ppm	
Elemento	Limite de detecção																											
Cu	1 ppm																											
Pb	4 ppm																											
Zn	1 ppm																											
Co	1 ppm																											
Ni	1 ppm																											
Cd	0,2 ppm																											
Fe	0,01 %																											
Mn	1 ppm																											
Cr	5 ppm																											
Bi	5 ppm																											
As	20 ppm																											
SB	20 ppm																											

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
362.4008	<u>ABERTURA:</u> ácido fosfórico Elemento Cr Limite de detecção 5 ppm	08
363.4011	<u>ABERTURA:</u> ácido nítrico - ácido clorídrico (água régia invertida) 1º elemento	11
363.4002	Elemento adicional Elemento Mo V Limite de detecção 2 ppm 10 ppm	02
364.4005	<u>ABERTURA:</u> reagente diluído a frio-EDTA 0,25 % 1º elemento	05
364.4001	Elemento adicional Elemento Cu Pb Zn Co Limite de detecção 1 ppm 4 ppm 1 ppm 1 ppm	01

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
365.4005	<p data-bbox="846 758 1513 796">Ni 1 ppm</p> <p data-bbox="846 855 1513 893">Fe 4 ppm</p> <p data-bbox="612 981 1534 1020"><u>ABERTURA:</u> reagente diluído a frio - HCl 6M</p> <p data-bbox="612 1108 853 1146">1º elemento</p>	05
365.4001	Elemento adicional	01
	<p data-bbox="795 1331 1647 1370">Elemento Limite de detecção</p> <p data-bbox="859 1428 1519 1467">Cu 1 ppm</p> <p data-bbox="859 1525 1519 1564">Pb 4 ppm</p> <p data-bbox="859 1622 1519 1661">Zn 1 ppm</p> <p data-bbox="859 1719 1519 1758">Co 1 ppm</p> <p data-bbox="859 1816 1519 1855">Ni 1 ppm</p>	
366.4005	<p data-bbox="625 1949 1570 2016"><u>ABERTURA:</u> reagente diluído a frio - HNO₃ 8M</p> <p data-bbox="625 2060 866 2099">1º elemento</p>	05
366.4001	Elemento adicional	01
	<p data-bbox="804 2302 1661 2340">Elemento Limite de detecção</p> <p data-bbox="868 2384 1534 2422">Cu 1 ppm</p> <p data-bbox="868 2481 1534 2519">Pb 4 ppm</p> <p data-bbox="868 2578 1534 2616">Zn 1 ppm</p>	

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRACOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL																						
367.4005	<p>Co 1 ppm</p> <p>Ni 1 ppm</p> <p><u>ABERTURA:</u> reagente diluído a frio - ácido ascórbico - água oxigenada</p> <p>1º elemento</p>	05																						
367.4001	<p>Elemento adicional</p> <table border="0" style="width: 100%;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Elemento</th> <th style="text-align: center;">Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Cu</td> <td style="text-align: center;">1 ppm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Pb</td> <td style="text-align: center;">4 ppm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Zn</td> <td style="text-align: center;">1 ppm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Co</td> <td style="text-align: center;">1 ppm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Ni</td> <td style="text-align: center;">1 ppm</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>ABERTURA:</u> ácido bromídrico e bromo</p> <table border="0" style="width: 100%;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Elemento</th> <th style="text-align: center;">Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Au</td> <td style="text-align: center;">0,02 ppm</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Au</td> <td style="text-align: center;">0,005 ppm</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>ABERTURA:</u> água régia</p> <table border="0" style="width: 100%;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Elemento</th> <th style="text-align: center;">Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Au</td> <td style="text-align: center;">0,02 ppm</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Cu	1 ppm	Pb	4 ppm	Zn	1 ppm	Co	1 ppm	Ni	1 ppm	Elemento	Limite de detecção	Au	0,02 ppm	Au	0,005 ppm	Elemento	Limite de detecção	Au	0,02 ppm	01
Elemento	Limite de detecção																							
Cu	1 ppm																							
Pb	4 ppm																							
Zn	1 ppm																							
Co	1 ppm																							
Ni	1 ppm																							
Elemento	Limite de detecção																							
Au	0,02 ppm																							
Au	0,005 ppm																							
Elemento	Limite de detecção																							
Au	0,02 ppm																							
375.4013	<p>Au 0,02 ppm</p>	13																						
375.4015	<p>Au 0,005 ppm</p>	15																						
376.4014	<p>Au 0,02 ppm</p>	14																						

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>ABERTURA:</u> por sublimação	
	Elemento Limite de detecção	
377.4014	Sn 1 ppm	14
	<u>ABERTURA:</u> total com ácidos fortes - sublimação	
	Elemento Limite de detecção	
378.4019	Sn 1 ppm	19
	<u>ABERTURA:</u> total com ácidos fortes - leitura em presen ça de álcali	
379.4011	1º elemento	11
379.4004	Elemento adicional	04
	Elemento Limite de detecção Limite superior	
	Ba 5 ppm 10000 ppm	
	Sr 1 ppm 10000 ppm	
	Li 0,5 ppm 10000 ppm	
	<u>ABERTURA:</u> total com ácidos fortes:	
380.4009	1º elemento	09
380.4001	Elemento adicional	01

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO			NÍVEL
	Elemento	Limite de detecção	Limite superior	
	Cu	5 ppm	10000 ppm	
	Pb	20 ppm	10000 ppm	
	Zn	5 ppm	10000 ppm	
	Co	5 ppm	10000 ppm	
	Ni	5 ppm	10000 ppm	
	Cd	1 ppm	10000 ppm	
	<u>ABERTURA</u> : total com ácidos fortes (HNO_3 e HCl)			
381.4014	1º elemento			14
381.4001	Elemento adicional			01
	Elemento	Limite de detecção	Limite superior	
	Cu	5 ppm	10000 ppm	
	Pb	20 ppm	10000 ppm	
	Zn	5 ppm	10000 ppm	
	Ag	1 ppm	10000 ppm	
	Co	5 ppm	10000 ppm	
	Ni	5 ppm	10000 ppm	
	Cd	1 ppm	10000 ppm	
	<u>ABERTURA</u> : total com ácidos fortes (HF e H_3PO_4)			
382.4014	1º elemento			14
382.4001	Elemento adicional			01
	Elemento	Limite de detecção		
	Cr	50 ppm		
	V	0,01 %		

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL																		
	<u>ABERTURA</u> : total com ácidos fortes (água régia e HF)																			
383.4013	1º elemento	13																		
383.4004	Elemento adicional	04																		
	<table> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> <th>Limite superior</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mo</td> <td>5 ppm</td> <td>10000 ppm</td> </tr> <tr> <td>V</td> <td>20 ppm</td> <td>10000 ppm</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Limite superior	Mo	5 ppm	10000 ppm	V	20 ppm	10000 ppm										
Elemento	Limite de detecção	Limite superior																		
Mo	5 ppm	10000 ppm																		
V	20 ppm	10000 ppm																		
	<u>EM ÁGUA</u>																			
386.4011	1º elemento	11																		
386.4001	Elemento adicional	01																		
	<table> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Cu</td> <td>1 ppb</td> </tr> <tr> <td>Pb</td> <td>5 ppb</td> </tr> <tr> <td>Zn</td> <td>0,5 ppb</td> </tr> <tr> <td>Co</td> <td>2 ppb</td> </tr> <tr> <td>Cd</td> <td>0,5 ppb</td> </tr> <tr> <td>Ni</td> <td>4 ppb</td> </tr> <tr> <td>Fe</td> <td>2 ppb</td> </tr> <tr> <td>Mn</td> <td>0,5 ppb</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Cu	1 ppb	Pb	5 ppb	Zn	0,5 ppb	Co	2 ppb	Cd	0,5 ppb	Ni	4 ppb	Fe	2 ppb	Mn	0,5 ppb	
Elemento	Limite de detecção																			
Cu	1 ppb																			
Pb	5 ppb																			
Zn	0,5 ppb																			
Co	2 ppb																			
Cd	0,5 ppb																			
Ni	4 ppb																			
Fe	2 ppb																			
Mn	0,5 ppb																			
	<u>EM ÁGUA</u>																			
387.4014	1º elemento	14																		
387.4003	Elemento adicional	03																		
	<table> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Al</td> <td>10 ppb</td> </tr> <tr> <td>Sr</td> <td>2 ppb</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Al	10 ppb	Sr	2 ppb													
Elemento	Limite de detecção																			
Al	10 ppb																			
Sr	2 ppb																			

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL								
	<p>Ba 20 ppb</p> <p>Cr 5 ppb</p> <p>Be 1 ppb</p> <p><u>ANÁLISE POR ABSORÇÃO ATÔMICA - GERAÇÃO DE HIDRETOS</u></p> <p><u>ABERTURA:</u> água régia</p>									
390.4011	1º elemento	11								
390.4009	Elemento adicional	09								
	<table> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>As</td> <td>0,5 ppm</td> </tr> <tr> <td>Sb</td> <td>0,5 ppm</td> </tr> <tr> <td>Bi</td> <td>0,5 ppm</td> </tr> </tbody> </table> <p><u>ANÁLISE POR EMISSÃO</u></p> <p><u>ABERTURA:</u> ácidos fortes</p>	Elemento	Limite de detecção	As	0,5 ppm	Sb	0,5 ppm	Bi	0,5 ppm	
Elemento	Limite de detecção									
As	0,5 ppm									
Sb	0,5 ppm									
Bi	0,5 ppm									
400.4012	1º elemento	12								
400.4002	Elemento adicional	02								
	<table> <thead> <tr> <th>Elemento</th> <th>Limite de detecção</th> <th>Limite superior</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Na</td> <td>1 ppm</td> <td>10000 ppm</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite de detecção	Limite superior	Na	1 ppm	10000 ppm			
Elemento	Limite de detecção	Limite superior								
Na	1 ppm	10000 ppm								

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

O Laboratório de Química de Elementos Maiores realiza análises visando à determinação quantitativa dos constituintes maiores dos materiais geológicos.

Os esquemas de análise adotados consistem na solubilização total das amostras por: ataque com ácido ou misturas ácidas, fusão alcalina (hidróxido de sódio, carbonato de sódio e potássio), fusão alcalina oxidante (peróxidos), fusão ácida (pirossulfato de potássio, bórax), etc. Para a determinação dos constituintes, após a separação dos interferentes, se necessário, empregam-se técnicas específicas, tais como: gravimetria, volumetria, colorimetria, espectrometria de absorção atômica, espectrometria de absorção molecular, potenciometria, forno de indução, etc..

EQUIPAMENTO BÁSICO

Espectrômetro de absorção atômica Perkin-Elmer mod. 5000 com corretor de deutério e tungstênio

Espectrômetro de absorção atômica Varian mod. 1100

Espectrômetro de absorção molecular Beckman mod. 25

Determinador de enxofre LECO

Determinador de carbono LECO

Eletrodo de íon específico Orion mod. 407 A/L

Balança analítica

Estufa

Forno

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

O preço de preparação da análise será cobrado separadamente
(ver p. A-4).

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
500.4019	<u>ALUMÍNIO BAUXÍTICO</u>	Al_2O_3 19
502.4019	<u>ALUMÍNIO TOTAL</u>	Al_2O_3 19
504.4028	<u>ALUMÍNIO</u> (minério de)	28
	Sílica	SiO_2
	Óxido de alumínio	Al_2O_3
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe_2O_3
	Óxido de titânio	TiO_2
	Óxido de fósforo V	P_2O_5
	Perda ao fogo	
	<u>AMBLIGONITA</u> - vide <u>LÍTIO</u> (minério de)	
508.4029	<u>AMIANTO</u> (<u>ASBESTO</u>)	29
	Sílica	SiO_2
	Óxido de alumínio	Al_2O_3
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe_2O_3
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO
	Perda ao fogo	
	<u>APATITA</u> - vide <u>FÓSFORO</u> (minério de)	

QUÍNTA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
512.4030	<u>ARGILA</u>	30
	Sílica	SiO_2
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe_2O_3
	Óxido de alumínio	Al_2O_3
	Óxido de titânio	TiO_2
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO
	Cloretos solúveis	Cl^-
	Perda ao fogo	
515.4032	<u>ARGILA</u>	32
	Sílica	SiO_2
	Óxido de alumínio	Al_2O_3
	Óxido de ferro III	Fe_2O_3
	Óxido de ferro II	FeO
	Óxido de titânio	TiO_2
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO
	Óxido de sódio	Na_2O
	Óxido de potássio	K_2O
	Perda ao fogo	
519.4020	<u>BÁRIO</u>	20
		BaO

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
520.4027	<u>BÁRIO</u> (minério de) Óxido de bário BaO Anidrido sulfúrico SO ₃ Óxido de ferro (ferro total) Fe ₂ O ₃ Umidade <u>BARITA</u> - vide <u>BÁRIO</u> (minério de) <u>BAUXITA</u> - vide <u>ALUMÍNIO</u> (minério de)	27
523.4029	<u>BERÍLIO</u> BeO	29
524.4029	<u>BERÍLIO</u> (minério de) Óxido de berílio BeO Umidade <u>BERILO</u> - vide <u>BERÍLIO</u> (minério de) <u>BIOTITA</u> - vide <u>MICA</u> (<u>FLOGOPITA-BIOTITA</u>)	29
530.4019	<u>BISMUTO</u> Bi	19
	<u>BLENDA</u> - vide <u>ZINCO</u> (minério de)	
534.4019	<u>CÁDMIO</u> Cd	19
536.4019	<u>CÁLCIO</u> CaO	19

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
538.4019	<u>CALCÁRIO</u> - avaliação	19
	Resíduo insolúvel	RI
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO
539.4030	<u>CALCÁRIO</u> - completo	30
	Resíduo insolúvel	RI
	Sílica	SiO ₂
	Óxido de alumínio	Al ₂ O ₃
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe ₂ O ₃
	Óxido de titânio	TiO ₂
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO
	Óxido de fósforo V	P ₂ O ₅
	Perda ao fogo	
540.4025	<u>CALCÁRIO</u> - industrial	25
	Resíduo insolúvel	RI
	Óxidos do 3º grupo	R ₂ O ₃
	Óxido de cálcio	CaO
	Óxido de magnésio	MgO

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO		NÍVEL
	Perda ao fogo		
544.4019	<u>CARBONO ORGÂNICO</u>	C	19
546.4016	<u>CARBONO TOTAL</u>	C	16
	<u>CASSITERITA</u> - vide <u>ESTANHO</u> (minério de)		
548.4031	<u>CAULIM</u>		31
	Sílica	SiO ₂	
	Óxido de alumínio	Al ₂ O ₃	
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe ₂ O ₃	
	Óxido de titânio	TiO ₂	
	Óxido de cálcio	CaO	
	Óxido de magnésio	MgO	
	Óxido de sódio	Na ₂ O	
	Óxido de potássio	K ₂ O	
	Perda ao fogo		
551.4019	<u>CHUMBO</u>	Pb	19
552.4028	<u>CHUMBO</u> (minério de)		28
	Chumbo	Pb	
	Enxofre-sulfeto	S	

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO		NÍVEL	
555.4028	<u>CIANITA</u>	Ferro total	Fe	28
		Zinco	Zn	
		Sílica	SiO ₂	
		Óxido de alumínio	Al ₂ O ₃	
		Óxido de ferro (ferro total)	Fe ₂ O ₃	
		Óxido de cálcio	CaO	
		Óxido de magnésio	MgO	
		Perda ao fogo		
558.4019	<u>CLORETO</u> solúvel	Cl ⁻	19	
559.4019	<u>CLORETO</u> total	Cl ⁻	19	
564.4019	<u>COBALTO</u>	Co	19	
566.4019	<u>COBRE</u>	Cu	19	
570.4019	<u>COLUMBITA</u> - vide <u>TÂNTALO</u> (minério de)		19	
	<u>CORINDON</u>			
	Óxido de alumínio	Al ₂ O ₃		
575.4020	<u>CROMITA</u> - vide <u>CROMO</u> (minério de)		20	
	<u>CROMO</u>	Cr ₂ O ₃		

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
576.4027	<u>CROMO</u> (minério de) Óxido de cromo Cr_2O_3 Óxido de ferro III Fe_2O_3 Óxido de ferro II FeO	27
580.4028	<u>DIATOMITA</u> Sílica SiO_2 Óxido de alumínio Al_2O_3 Óxido de ferro (ferro total) Fe_2O_3 Óxido de cálcio CaO Óxido de magnésio MgO Perda ao fogo <u>DOLOMITA</u> - vide <u>CALCÁRIO</u>	28
586.4020	<u>ENXOFRE-SULFETO</u> S	20
587.4017	<u>ENXOFRE TOTAL</u> S	17
	<u>ESFALERITA</u> - vide <u>ZINCO</u> (minério de)	
	<u>ESPODUMÊNIO</u> - vide <u>LÍTIO</u> (minério de)	
591.4020	<u>ESTANHO</u> SnO_2	20

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO		NÍVEL
592.4020	<u>ESTANHO</u> (minério de)		20
	Óxido de estanho	SnO_2	
595.4019	<u>ESTRÔNCIO</u>	Sr	19
	<u>EVAPORITO</u> - Vide <u>SAL</u>		
598.4031	<u>FELDSPATO</u>		31
	Sílica	SiO_2	
	Óxido de alumínio	Al_2O_3	
	Óxido de ferro (ferro total)	Fe_2O_3	
	Óxido de titânio	TiO_2	
	Óxido de cálcio	CaO	
	Óxido de magnésio	MgO	
	Óxido de sódio	Na_2O	
	Óxido de potássio	K_2O	
	Perda ao fogo		
600.4019	<u>FERRO - ÓXIDO DE FERRO II</u>	FeO	19
602.4024	<u>FERRO - ÓXIDO DE FERRO II</u> -em cromita	FeO	24
604.4019	<u>FERRO TOTAL</u>	Fe	19
606.4027	<u>FERRO</u> (minério de)		27

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	Sílica SiO_2	
	Ferro total Fe	
	Fósforo P	
	Enxofre total S	
	Umidade	
	<u>FLOGOPITA - vide MICA (FLOGOPITA-BIOTITA)</u>	
610.4019	<u>FLÚOR</u> F	19
612.4022	<u>FLUORITA</u>	22
	Fluoreto de cálcio CaF_2	
	Carbonato de cálcio CaCO_3	
614.4018	<u>FÓSFORO</u> - solúvel em acetato de amônio P_2O_5	18
615.4018	<u>FÓSFORO</u> - solúvel em ácido cítrico P_2O_5	18
616.4017	<u>FÓSFORO</u> - solúvel em água P_2O_5	17
618.4018	<u>FÓSFORO TOTAL</u> P_2O_5	18
620.4028	<u>FÓSFORO</u> (minério de)	28
	Sílica SiO_2	
	Óxido de alumínio Al_2O_3	

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<p>Óxido de ferro (ferro total) Fe_2O_3</p> <p>Óxido de cálcio CaO</p> <p>Óxido de fósforo V P_2O_5</p> <p>Perda ao fogo</p> <p><u>GALENA</u> - vide <u>CHUMBO</u> (minério de)</p> <p><u>GESSO</u> - vide <u>GIPSITA</u></p> <p><u>GIPSITA</u> (<u>GESSO</u>)</p> <p>Resíduo insolúvel RI</p> <p>Água a 230°C (combinada)</p> <p>Óxidos do 3º grupo R_2O_3</p> <p>Óxido de cálcio CaO</p> <p>Anidrido sulfúrico SO_3</p> <p><u>HEMATITA</u> - vide <u>FERRO</u> (minério de)</p> <p><u>ILMENITA</u> - vide <u>TITÂNIO</u> (minério de)</p>	27
629.4019	<u>LÍTIO</u>	19
630.4021	<p><u>LÍTIO</u> (minério de)</p> <p>Óxido de lítio Li_2O</p> <p>Umidade</p>	21

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
634.4019	<u>MAGNÉSIO</u> <u>MAGNETITA</u> - vide <u>FERRO</u> (minério de)	19
639.4019	<u>MANGANÊS</u>	19
640.4027	<u>MANGANÊS</u> (minério de) Sílica Manganês Ferro total Fósforo Enxofre total Umidade	27
646.4031	<u>MICA (FLOGOPITA-BIOTITA)</u> Sílica Óxido de alumínio Óxido de ferro (ferro total) Óxido de cálcio Óxido de magnésio Óxido de sódio Óxido de potássio	31

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
648.4029	<p>Perda ao fogo</p> <p>Umidade</p> <p><u>MICA (MUSCOVITA)</u></p> <p>Sílica SiO_2</p> <p>Óxido de alumínio Al_2O_3</p> <p>Óxido de ferro (ferro total) Fe_2O_3</p> <p>Óxido de sódio Na_2O</p> <p>Óxido de potássio K_2O</p> <p>Perda ao fogo</p> <p>Umidade</p>	29
651.4021	<u>MOLIBDÊNIO</u>	Mo
652.4027	<u>MOLIBDÊNIO</u> (minério de)	
	Molibdênio	Mo
	Enxofre-sulfeto	S
	<u>MOLIBDENITA</u> - vide <u>MOLIBDÊNIO</u> (minério de)	
	<u>MUSCOVITA</u> - vide <u>MICA (MUSCOVITA)</u>	
656.4035	<u>NIÓBIO</u>	Nb_2O_5
	<u>NIÓBIO</u> (minério de) - vide <u>TÂNTALO</u> (minério de)	

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO		NÍVEL
661.4019	<u>NÍQUEL</u>	Ni	19
662.4019	<u>NÍQUEL</u> (minério de)		19
	Níquel	Ni	
664.4015	<u>ÓXIDOS DO 3º GRUPO</u>	R_2O_3	15
666.4013	<u>PERDA AO FOGO</u>		13
670.4026	<u>PIRITA</u>		26
	Ferro	Fe	
	Enxofre-sulfeto	S	
	Sílica	SiO_2	
	<u>PIROLUSITA</u> - vide <u>MANGANÊS</u> (minério de)		
674.4019	<u>POTÁSSIO</u>	K	19
680.4021	<u>RELAÇÃO SÍLICA/SESQUIÓXIDOS</u> - método DNER		21
684.4015	<u>RESÍDUO INSOLÚVEL</u>	RI	15
686.4034	<u>ROCHA</u>		34
	Sílica	SiO_2	
	Óxido de alumínio	Al_2O_3	
	Óxido de ferro III	Fe_2O_3	
	Óxido de ferro II	FeO	

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<p>Óxido de titânio TiO_2</p> <p>Óxido de fósforo V P_2O_5</p> <p>Óxido de cálcio CaO</p> <p>Óxido de magnésio MgO</p> <p>Óxido de sódio Na_2O</p> <p>Óxido de potássio K_2O</p> <p>Óxido de manganês MnO</p> <p>Perda ao fogo</p> <p>Umidade</p> <p><u>RUTILO</u> - vide <u>TITÂNIO</u> (minério de)</p>	
690.4026	<p><u>SAL</u></p> <p>Resíduo insolúvel RI</p> <p>Óxidos do 3º grupo R_2O_3</p> <p>Óxido de cálcio CaO</p> <p>Óxido de magnésio MgO</p> <p>Cloretos solúveis Cl^-</p> <p>Anidrido sulfúrico SO_3</p> <p>Sódio Na</p> <p>Potássio K</p>	26

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>SCHEELITA</u> - vide <u>TUNGSTÊNIO</u> (minério de)	
692.4021	<u>SÍLICA LIVRE</u> SiO_2	21
	<u>SÍLICA/SESQUIÓXIDOS</u> (relação) vide <u>RELAÇÃO SÍLICA/SESQUIÓXIDOS</u>	
694.4019	<u>SÍLICA TOTAL</u> SiO_2	19
696.4019	<u>SÓDIO</u> Na	19
699.4029	<u>TALCO</u>	29
	Sílica SiO_2	
	Óxido de alumínio Al_2O_3	
	Óxido de ferro II FeO	
	Óxido de magnésio MgO	
	Perda ao fogo	
	Óxido de cálcio CaO	
	<u>TANTALITA</u> - vide <u>TÂNTALO</u> (minério de)	
701.4035	<u>TÂNTALO</u> Ta_2O_5	35
702.4035	<u>TÂNTALO</u> (minério de)	35
	Óxido de tântalo Ta_2O_5	
	Óxido de nióbio Nb_2O_5	

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO		NÍVEL	
		Óxido de titânio	TiO ₂	
		Óxido de estanho	SnO ₂	
707.4020	<u>TITÂNIO</u>		TiO ₂	20
708.4028	<u>TITÂNIO</u> (minério de) - <u>ILMENITA</u>			28
		Óxido de titânio	TiO ₂	
		Óxido de ferro II	FeO	
		Óxido de ferro III	Fe ₂ O ₃	
		Sílica	SiO ₂	
709.4028	<u>TITÂNIO</u> (minério de) - <u>RUTILO</u>			28
		Óxido de titânio	TiO ₂	
		Óxido de ferro (ferro total)	Fe ₂ O ₃	
		Sílica	SiO ₂	
715.4023	<u>TUNGSTÊNIO</u>		WO ₃	23
716.4028	<u>TUNGSTÊNIO</u> (minério de) - <u>SCHEELITA</u>			28
		Óxido de tungstênio	WO ₃	
		Molibdênio	Mo	
		Enxofre total	S	
		Umidade		

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
717.4031	<u>TUNGSTÊNIO</u> (minério de) - <u>WOLFRAMITA</u> Óxido de tungstênio WO_3 Óxido de ferro II FeO Óxido de manganês MnO	31
720.4013	<u>UMIDADE</u>	13
723.4021	<u>VANÁDIO</u> V_2O_5 <u>WOLFRAMITA</u> - vide <u>TUNGSTÊNIO</u> (minério de)	21
725.4019	<u>ZINCO</u> Zn	19
726.4028	<u>ZINCO</u> (minério de) Resíduo insolúvel RI Zinco Zn Enxofre - sulfeto S Chumbo Pb	28
733.4025	<u>ZIRCÔNIO</u> ZrO_2	25
734.4027	<u>ZIRCÔNIO</u> (minério de) Óxido de zircônio ZrO_2 Sílica SiO_2 <u>ZIRCONITA</u> - vide <u>ZIRCÔNIO</u> (minério de)	27

ENSAIOS POR FUSÃO

O Laboratório de Ensaio por fusão realiza análise de metais preciosos pelo método de ensaio por fusão, também conhecido por "Fire Assay".

O método de análise consiste na separação dos metais preciosos, por meio de fusão e copelação e determinação do teor dos mesmos por espectrometria de absorção atômica, espectrografia de emissão, apartação, gravimetria, etc..

O ensaio por fusão aplica-se a uma gama muito ampla de materiais: materiais geológicos, minérios, material beneficiado, produtos metalúrgicos e ouro refinado.

Os esquemas de análise utilizados são os mais adequados para os níveis de concentração de metais preciosos dos diversos materiais a analisar. Por isso, são os mais recomendáveis na análise dos metais do grupo da platina com finalidade de prospecção geoquímica, na análise combinada de ouro e prata em minérios, na determinação do teor fundamental de ouro e na análise de produtos metalúrgicos, "bullion", ouro bruto e ouro refinado.

Quantidade de amostra necessária para os diversos tipos de análise:

NATUREZA	ANÁLISE SOLICITADA	
	OURO E PRATA	METAIS DO GRUPO DA PLATINA
Material geológico (rochas, solos e sedimentos de corrente)	300 g	150 g
Material geológico (concentrados minerais e minérios)	150 g	75 g
Produtos metalúrgicos	50 g	50 g
"Bullion", ouro bruto, ouro refinado	10 g	10 g

EQUIPAMENTO BÁSICO

Forno elétrico Denver Fire Clay Company

Espectrômetro de absorção atômica Perkin Elmer mod. 306

Espectrógrafo Jarrell-Ash-Wadsworth 1,5m, equipado com dispositivo para queima em atmosfera de argônio e oxigênio

Fotoprocessador Jarrell-Ash

Comparador Jarrell-Ash

Balança analítica

ENSAIOS POR FUSÃO

O preço da preparação da amostra será cobrado separadamente (ver p. A-4).

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO			NÍVEL
750.4024	<u>GRUPO DA PLATINA:</u> em materiais geológicos e concen- trados minerais			24
	Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método
	Pt	0,005 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Pd	0,002 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Ir	0,05 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Rh	0,002 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Ru	0,2 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
751.4024	<u>GRUPO DA PLATINA E OURO:</u> em materiais geológicos e concentrados minerais			24
	Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método
	Pt	0,005 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Pd	0,002 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Ir	0,05 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Rh	0,002 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Ru	0,2 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia
	Au	0,05 ppm	5 ppm	E.Fusão-Espectrografia

ENSAIOS POR FUSÃO

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
752.4024	<u>PLATINA</u> : em materiais geológicos e concentrados minerais Elemento Limite inferior Método Pt 0,1 ppm E.Fusão-Absorção Atômica	24
753.4021	<u>OURO</u> : em materiais geológicos e concentrados minerais Elemento Limite inferior Método Au 0,03 ppm E.Fusão-Absorção Atômica	21
754.4023	<u>OURO</u> : em materiais geológicos, concentrados minerais e produtos metalúrgicos Elemento Limite inferior Limite superior Método Au 0,1% 99,9% E.Fusão-Copelação	23
755.4024	<u>OURO</u> : em "bullion", ouro bruto, ouro refinado Elemento Limite inferior Limite superior Método Au 250 partes/mil 999,9 partes/mil Copelação (segundo ABNT)	27
756.4023	<u>OURO E PRATA</u> : em minérios de prata Elemento Limite inferior Método Au 0,03 ppm E.Fusão-Absorção Atômica Ag 10 ppm E.Fusão-Gravimetria	23

ENSAIOS POR FUSÃO

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL																				
757.4024	<p><u>OURO E PALÁDIO</u>: em produtos metalúrgicos, concentrados de ouro e ouro bruto</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="629 846 810 884">Elemento</th> <th data-bbox="874 846 1055 934">Limite inferior</th> <th data-bbox="1119 846 1300 934">Limite superior</th> <th data-bbox="1555 846 1693 884">Método</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="693 1002 746 1040">Au</td> <td data-bbox="906 1002 1023 1040">0,1%</td> <td data-bbox="1161 1002 1278 1040">99,5%</td> <td data-bbox="1374 1002 1757 1040">E.Fusão-Copelação</td> </tr> <tr> <td data-bbox="693 1105 746 1143">Pd</td> <td data-bbox="906 1105 1023 1143">0,5%</td> <td data-bbox="1161 1105 1278 1143">99,5%</td> <td data-bbox="1374 1105 1800 1143">E.Fusão-Gravimetria</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método	Au	0,1%	99,5%	E.Fusão-Copelação	Pd	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria	24								
Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método																			
Au	0,1%	99,5%	E.Fusão-Copelação																			
Pd	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria																			
758.4025	<p><u>OURO, PALÁDIO, PLATINA E PRATA</u>: em produtos metalúrgicos, "bullion", concentrados de ouro, ouro bruto</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th data-bbox="629 1405 810 1443">Elemento</th> <th data-bbox="874 1405 1055 1493">Limite inferior</th> <th data-bbox="1119 1405 1300 1493">Limite superior</th> <th data-bbox="1523 1405 1661 1443">Método</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="693 1561 746 1599">Au</td> <td data-bbox="906 1561 1023 1599">0,1%</td> <td data-bbox="1161 1561 1278 1599">99,5%</td> <td data-bbox="1353 1561 1736 1599">E.Fusão-Copelação</td> </tr> <tr> <td data-bbox="693 1664 746 1702">Pd</td> <td data-bbox="906 1664 1023 1702">0,5%</td> <td data-bbox="1161 1664 1278 1702">99,5%</td> <td data-bbox="1353 1664 1779 1702">E.Fusão-Gravimetria</td> </tr> <tr> <td data-bbox="693 1766 746 1805">Pt</td> <td data-bbox="906 1766 1023 1805">0,5%</td> <td data-bbox="1161 1766 1278 1805">99,5%</td> <td data-bbox="1353 1766 1779 1805">E.Fusão-Abs.Atômica</td> </tr> <tr> <td data-bbox="693 1869 746 1908">Ag</td> <td data-bbox="906 1869 1023 1908">0,5%</td> <td data-bbox="1161 1869 1278 1908">99,5%</td> <td data-bbox="1353 1869 1779 1908">E.Fusão-Gravimetria</td> </tr> </tbody> </table>	Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método	Au	0,1%	99,5%	E.Fusão-Copelação	Pd	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria	Pt	0,5%	99,5%	E.Fusão-Abs.Atômica	Ag	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria	25
Elemento	Limite inferior	Limite superior	Método																			
Au	0,1%	99,5%	E.Fusão-Copelação																			
Pd	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria																			
Pt	0,5%	99,5%	E.Fusão-Abs.Atômica																			
Ag	0,5%	99,5%	E.Fusão-Gravimetria																			

OURO

O ouro pode ser determinado por diferentes metodologias, descritas em diferentes capítulos desta tabela e relacionadas abaixo:

	Ver pag.
1. Análise mineralógica de ouro	C-5
2. Análise química de ouro - espectrografia ótica de emissão (semiquantitativa padrão)	G-4
3. Análise química de ouro - absorção atômica com abertura de água régia	H-8
4. Análise química de ouro - absorção atômica com abertura de ácido bromídrico e bromo	H-8
5. Análise química de ouro - ensaio por fusão e espectrografia ótica de emissão	J-3
6. Análise química de ouro - ensaio por fusão e absorção atômica ouro ouro e prata	J-4
7. Análise química de ouro - ensaio por fusão e copelação ouro ouro e paládio	J-5
8. Análise química de ouro - copelação e método segundo norma da ABNT	J-4
9. Amalgamação	C-5

CARVÃO, TURFA E GRAFITA1. PREPARAÇÃO1.1 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRA DE CARVÃO

A amostra é totalmente britada a 3mm e quarteada até obtenção de uma alíquota de cerca de 300g a qual é pulverizada a menos 60 malhas (especificação ABNT nº 60).

1.2 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRA DE CARVÃO POR CORTE DENSIMÉTRICO

A amostra é pesada e britada a 3mm, em seguida a amostra é quarteada e dividida em 3 alíquotas. Uma das alíquotas - amostra de cabeça (amostra representativa do material original), é pulverizada a menos 60 malhas (especificação ABNT nº 60). A segunda alíquota é reservada para determinação de peso específico. Na terceira alíquota são separados os finos em peneira de 200 malhas (especificação ABNT nº 200), e o restante é submetido ao ensaio densimétrico (afunda-flutua). Cada corte densimétrico é totalmente pulverizado a menos 60 malhas (especificação ABNT nº 60).

1.3 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRA DE TURFA

A amostra é secada em estufa de ar circulante à temperatura de 40°C, para determinar a umidade original. A temperatura de secagem pode ser modificada de acordo com solicitação específica. A amostra seca é britada a 3mm e totalmente pulverizada a menos 60 malhas (especificação ABNT nº 60).

1.4 - PREPARAÇÃO DE AMOSTRA DE GRAFITA

A amostra é totalmente pulverizada a menos 20 malhas (especificação ABNT nº 20), quarteada até obtenção de uma alíquota de cerca de 100g a qual é pulverizada a menos 100 malhas (especificação ABNT nº 100).

2. ANÁLISE

2.1 - ANÁLISE IMEDIATA

Esta análise inclui a determinação de umidade, cinzas, matéria volátil e carbono fixo, utilizando técnicas essencialmente gravimétricas. Estas determinações podem ser realizadas isoladamente, exceto o carbono fixo que depende das anteriores.

2.2 - ENSAIO DENSIMÉTRICO (AFUNDA-FLUTUA)

A análise é feita por métodos físicos, utilizando soluções orgânicas compostas de bromofórmio e percloroetileno, ou de percloroetileno e nafta, de diferentes densidades, podendo ser obtidos diferentes cortes de densidade (entre 1,30 e 20,10) e respectivos flutuado e afundado, conforme solicitação.

2.3 - FSI

FSI é o índice de livre inchamento, sendo determinado segundo normas da ABNT.

2.4 - DENSIDADE "BULK" E "IN NATURA"

São determinadas por métodos gravimétricos.

2.5 - ENXOFRE TOTAL

Análise efetuada utilizando forno de indução e volumetria.

2.6 - PESO ESPECÍFICO

A determinação do peso específico é efetuada por deslocamento de volume.

2.7 - PODER CALORÍFICO

O poder calorífico é determinado utilizando calorímetro adiabático.

3. EQUIPAMENTO BÁSICO

Britador de mandíbula de raios para carvão

Moinho de discos de ferro

Quarteador Jones

Jogo de peneiras em aço inoxidável

Compressor de ar

Determinador de enxofre LECO

Calorímetro adiabático PARR

Balança analítica

Estufa

Estufa de ar circulante

Forno

CARVÃO, TURFA E GRAFITA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>PREPARAÇÃO</u>	
860.4005	Carvão e grafita	05
861.4012	Carvão por corte densimétrico	12
862.4005	Turfa	05
864.4021	<u>ANÁLISE IMEDIATA</u>	21
	Umidade	
	Cinzas	
	Matéria volátil	
	Carbono fixo	
866.4015	<u>CINZAS</u>	15
869.4010	<u>DENSIDADE "bulk"</u>	10
870.4010	<u>DENSIDADE "in natura"</u>	10
871.4023	<u>ENSAIO DENSIMÉTRICO</u> (afunda-flutua)-por corte	23
874.4017	<u>ENXOFRE TOTAL</u>	17
875.4010	<u>FSI</u> (índice de livre inchamento)	10
880.4020	<u>MATÉRIA VOLÁTIL</u>	20
881.4010	<u>PESO ESPECÍFICO</u>	10
883.4026	<u>PODER CALORÍFICO</u>	26
885.4002	<u>UMIDADE ORIGINAL</u>	02
886.4013	<u>UMIDADE HIGROSCÓPICA</u>	13

OBS.: Outros tipos de análise que podem ser solicitados para cinzas de carvão ou carvão "in natura", estão relacionados nos capítulos específicos.

HIDROQUÍMICA

O Laboratório de Hidroquímica realiza análises quantitativas, se miquantitativas e qualitativas em amostras de água, sendo utilizados: tes tes microquímicos, potenciometria, condutimetria, colorimetria, espectrometria de absorção atômica e molecular, gravimetria e titrimetria.

1. ANÁLISE COMPLETA

Classifica a amostra como mineral de acordo com o código nacional de águas.

Volume necessário: 10 litros.

2. ENSAIO DE POTABILIDADE

Informa sobre indício de contaminação orgânica na amostra sob o ponto de vista químico.

Volume necessário: 5 litros.

3. ENSAIOS DE POTABILIDADE E MINERALIZAÇÃO

Informam sobre indício de contaminação orgânica na amostra sob o ponto de vista químico e se a mesma poderá vir a ser classificada como mineral.

Volume necessário: 5 litros.

4. ANÁLISE ESPECIFICADA

A informação depende da solicitação (para uso em condicionador de ar, caldeiras, fabricação de alimentos, bebidas, tecidos, papel, plástico, irrigação, lavanderia, cortume, etc.).

Volume necessário: variável, de acordo com o solicitado.

5. EQUIPAMENTO BÁSICO

Espectrômetro de absorção molecular mod. DB-G Beckman

Espectrômetro de absorção molecular Bausch-Lomb - Spectronic 20

Medidor de íon específico

Medidor de pH

Ponte de condutividade

Balança analítica

Centrífuga

Estufa

HIDROQUÍMICA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
920.4034	ANÁLISE QUÍMICA COMPLETA	34
921.4029	POTABILIDADE	29
923.4030	POTABILIDADE E MINERALIZAÇÃO	30
	DETERMINAÇÕES ISOLADAS	
924.4003	Cor real	03
925.4003	Cor aparente	03
926.4003	Turbidez	03
927.4003	pH a 25°C	03
928.4003	Condutividade a 25°C e resíduo de evaporação a 180°C provável (calculado)	03
929.4018	Sólidos insolúveis, secados a 110°C	18
930.4020	Sólidos solúveis, secados a 110°C	20
931.4020	Sólidos totais, secados a 110°C	20
932.4020	Resíduo fixo, ao rubro sombrio	20
933.4004	Acidez total à fenolftaleína	04
934.4004	Acidez mineral ao metil-orange	04
935.4004	Alcalinidade à fenolftaleína	04
936.4004	Alcalinidade ao metil-orange	04
937.4004	Alcalinidade total	04
938.4004	Alcalinidade cáustica	04

HIDROQUÍMICA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
939.4004	Dureza total	04
940.4004	Dureza carbônica	04
941.4004	Dureza não carbônica	04
942.4006	Alumínio	06
943.4006	Arsênio	06
944.4005	Boro	05
945.4006	Brometo (quantitativo)	06
946.4004	Brometo (semiquantitativo)	04
947.4004	Cálcio	04
948.4006	Chumbo	06
949.4004	Cloretos	04
950.4006	Cobalto	06
951.4006	Cobre	06
952.4005	CO ₂ corrosivo	05
953.4006	Ferro solúvel	06
954.4006	Ferro insolúvel	06
955.4006	Ferro total	06
956.4004	Ferro insolúvel (sólido depositado)	04
957.4004	Fluoretos	04
958.4004	Fosfatos	04

HIDROQUÍMICA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
959.4006	Índice de Langelier	06
960.4006	Iodeto (quantitativo)	06
961.4004	Iodeto (semiquantitativo)	04
962.4004	Lítio	04
963.4004	Magnésio	04
964.4006	Manganês	06
965.4004	Nitritos	04
966.4006	Nitratos	06
967.4024	Nitrogênio albuminóide	24
968.4024	Nitrogênio amoniacal	24
969.4024	Amônia	24
970.4007	Oxigênio consumido em meio ácido	07
971.4007	Oxigênio consumido em meio alcalino	07
972.4036	Oxigênio dissolvido (*)	36
973.4004	Potássio	04
974.4004	Sílica	04
975.4004	Sódio	04
976.4004	Sulfatos	04
977.4004	Sulfitos	04

(*) Esta determinação deverá ser feita "in loco".

HIDROQUÍMICA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
978.4006	Titânio	06
979.4006	Zinco	06
980.4004	Sulfetos	04

ESTUDO "IN LOCO" PARA ÁGUA MINERAL

O estudo "in loco" em fontes hidrominerais é realizado por solicitação de particulares ou por solicitação do DNPM para a complementação do Relatório de Pesquisa, na fase da legalização de pedidos de pesquisa para águas minerais.

Nas fontes hidrominerais são executadas as seguintes medidas e análises físico-químicas: pH, condutividade, vazão, temperatura, radioatividade, bicarbonato (em HCO_3^-), carbonato (em CO_3^{--}), gás carbônico (em CO_2), nitrito e sulfeto. É também efetuada a documentação fotográfica do local e coletada amostra de água para posterior realização de análise química completa e análise bacteriológica.

Quando o estudo "in loco" é realizado por solicitação do DNPM, o relatório desse estudo e os resultados das análises química e bacteriológica, são apreciados pelo DNPM (Brasília) que classifica o tipo de água, completando assim, o relatório de pesquisa para concessão do Decreto da Lavra.

EQUIPAMENTO BÁSICO

Cintilômetro RE-279 da Bondar Clegg Company Ltda

Medidor de pH ESB2 da METRONIC

Condutivímetro Lectra MHO - Meter da LAB-LINE instruments INC

Equipamento fotográfico Olympus Trip-35

Cronômetro HEUER

BACTERIOLOGIA

O Laboratório de Bacteriologia realiza ensaio para potabilidade pelas técnicas de membranas filtrantes e tubos múltiplos, de acordo com os padrões vigentes. Em casos especiais poderão ser aplicados testes bacteriológicos específicos, conforme o grau de comprometimento da amostra.

Os padrões bacteriológicos de potabilidade são realizados visando a proteção do consumidor quanto a doenças de veiculação hídrica.

O Laboratório de Bacteriologia poderá efetuar:

- análises bacteriológicas de águas de fontes minerais;
- ensaios para determinação da qualidade de águas minerais, refrigerantes, sucos, etc.;
- verificação da potabilidade da água de acordo com os padrões bacteriológicos vigentes;
- determinação da qualidade bacteriana da água para: preservação de constituintes da fauna e flora, irrigação, recreação, piscinas, balneários, poços, lagos, rios, vertentes, harmonia paisagística, etc.;
- verificação do atendimento aos padrões legais em casos que envolvam a proteção individual contra resíduos industriais poluentes;
- determinação de grau bacteriológico de caixas e reservatórios de água em edifícios residenciais, casas, clubes, escolas, creches, etc..

OBS.: Os testes de verificação podem ser realizados "in loco" (edifícios, hospitais, hotéis, indústrias, fazendas, clubes recreativos, escolas, creches, residências em geral, etc.).

As análises são realizadas para a determinação de:

Coliformes

Contagem padrão de colônias em placas

Streptococos fecais

Pseudomonas aeruginosa

Clostridium perfringens

1. COLIFORMES

1.1- Coliformes Totais

Análise utilizada para a verificação de potabilidade de águas tratadas e minerais.

1.2- Coliformes Fecais

Análise utilizada geralmente para investigar causas de contaminação de cursos d'água, fontes de água potável, sistemas de tratamento de água residuais, águas recreativas, águas marinhas, e de modo geral para controle de qualidade da água.

Os ensaios para coliformes são aplicáveis às estimativas do grau de poluição das águas não tratadas, das águas submetidas a processos de depuração, aos estudos de poluição dos cursos d'água, e sempre que a interpretação de dados sobre coliformes totais tenha significação duvidosa, além de investigações especiais.

2. CONTAGEM PADRÃO DE COLÔNIAS EM PLACAS

É recomendada para quantificar a população geral de bactérias em águas potáveis, fontes de água, controle das etapas de tratamento nu

ma estação de depuração, e determinação das condições sanitárias do equipamento da estação ou do sistema de distribuição ou de piscina.

Alterações na composição bacteriana devem ser controladas para reduzir o risco potencial em relação à saúde pública devido a bactérias patogênicas secundárias.

É um teste de grande importância para avaliação da eficiência do processo de desinfecção.

3. ESTREPTOCOCOS FECAIS

Fornecem dados adicionais sobre a qualidade bacteriológica da água. O exame é efetuado em paralelo aos coliformes fecais, sendo valioso para interpretar a origem da contaminação, se por resíduos domésticos ou provenientes de animais ou por águas de enxurradas.

Análise normalmente efetuada em amostras em que a origem e o significado do grupo coliforme tenham sido postos em dúvida.

4. PSEUDOMONAS AERUGINOSA

Sua presença fornece dados adicionais quanto ao grau de poluição de uma água.

A determinação de pseudomonas aeruginosa, principalmente em piscinas e água de recreação, proporciona um indício importante do potencial de bactérias que causam infecção da pele, olhos, ouvidos e nariz.

Esse tipo de bactéria, entre outros, ocorre quando há contaminação da água por conteúdo intestinal dos animais de sangue quente.

5. CLOSTRIDIUM PERFRINGENS

São bastonetes Gram-positivos, anaeróbios.

O Clostridium perfringens causa uma infecção denominada grangre na gasosa bem como, infecções em fraturas expostas e em abscessos, além de

diarréias.

Manifesta-se em águas poluídas, alimentos mal cozidos e mantidos sem refrigeração adequada, em solos e nos intestinos do homem e animais.

6. OUTRAS PESQUISAS

Além desses grupos podem ser efetuadas outras pesquisas que se fizerem necessárias ao desenvolvimento de controles bacteriológicos, tais como:

6.1- Enterobactérias

Shigella

Edwardsiella

Salmonella

Arizona

Citrobacter

Klebsiella

Pectobacterium

Enterobacter

Serratia

Hafnia

Proteus

Providencia

6.2- Staphylococcus

6.3- Bolores e Leveduras

7. TÉCNICAS USADAS

Tubos Múltiplos

Membranas Filtrantes

8. MEIOS DE CULTURA

AGAR NUTRIENT

m FC BROTH BASE

m ENDO BROTH MF

VERDE BRILHANTE

CALDO LACTOSADO

CALDO ACETAMIDA

CALDO ASPARAGINA

AZIDA DEXTROSE

ETIL VIOLETA AZIDA

AGAR M - PA

AGAR MILK

AGAR KF STREPTOCOCCUS

ES MEDIUM

SS AGAR

DRCM

SPS

9. EQUIPAMENTO BÁSICO

Incubadora bacteriológica Millipore

Esterilizador ultra violeta Millipore

Filtro Millipore

Forno Pasteur

Autoclave de Chamberland vertical

Potenciômetro

Microscópio de pequeno aumento de luz refletida Kyowa (até 60 X)

Microscópio de grande aumento de luz transmitida Zeiss (até 1000 X)

Banho-maria bacteriológico

Balança analítica

Estufa

BACTERIOLOGIA

CÓDIGO	TIPO DE SERVIÇO	NÍVEL
	<u>ANÁLISE BACTERIOLÓGICA</u>	
985.4018	Coliformes	18
986.4009	Contagem de colônias (placas)	09
987.4019	Estreptococos fecais	19
988.4018	Pseudomonas aeruginosa	18
989.4021	Clostridium perfringens	21
990.4016	Enterobactérias - por bactéria	16
991.4018	Staphylococcus	18
992.4018	Bolores e leveduras	18

VI.3 - REQUISIÇÃO DE ANÁLISE

3.1 - EMISSÃO DAS REQUISIÇÕES E ENCAMINHAMENTO DAS AMOSTRAS

As requisições serão emitidas pelas SUREGs ou outros órgãos da CPRM, em três vias, original e duas cópias, mediante preenchimento do formulário mod.

Requisição de Análise - RA (Anexo A), sendo o original enviado ao LAMIN, juntamente com as fichas de campo e cartões mestre, por malote. No caso de análise bioestratigráfica, calcográfica e mineralógica de minerais pesados, deverá acompanhar a RA, no início da fase laboratorial do projeto, o mapa fotogeológico da área com o planejamento de amostragem, sendo que, no caso das análises bioestratigráficas, deverá acompanhar, ainda, o perfil estratigráfico da área. Uma cópia da RA e a relação das amostras deverão ser enviadas com as amostras, enquanto a outra cópia permanecerá com o solicitante.

A cada requisição corresponde um lote de amostras, sendo que o lote abrange obrigatoriamente amostras de mesma natureza, por exemplo: rochas ou solos ou sedimentos de corrente, etc., ao mesmo tempo que só permite o(s) mesmo(s) tipo(s) de serviço. Cada lote conterà no máximo cem amostras e receberá um número sequencial, independente do ano de remessa, iniciando em 0001 até 9999, seguido de /sigla do órgão solicitante; por exemplo, o primeiro lote da Superintendência de Recife é 0001/RE, o da Residência de Fortaleza 0001/FO, o da Superintendência de Geologia 0001/SURGEO e o da Superintendência de Patrimônio Mineral 0001/SUPAMI.

Além do número de campo, as amostras receberão um número de laboratório. O número de campo obedecerá ao que se encontra estabelecido na norma técnica NT-02/DNPM. O número de laboratório é individual e singular, dentro de um sistema alfanumérico de 6 (seis) caracteres, dos quais os três primeiros são alfabéticos e os três seguintes numéricos, indicando o primeiro caráter alfabético a procedência da amostra, de acordo com a seguinte discriminação:

- | | |
|----------------------|-------------------|
| - Escritório Rio | AAA001 até AZZ999 |
| | BAA001 até BZZ999 |
| - Residência P.Velho | KAA001 até KZZ999 |

- SUREG Manaus	EAA001 até EZZ999
- SUREG Belém	DAA001 até DZZ999
- SUREG Recife	FAA001 até FZZ999
- Residência Fortaleza	QAA001 até QZZ999
- SUREG Salvador	HAA001 até HZZ999
- SUREG São Paulo	IAA001 até IZZ999
- SUREG Porto Alegre	JAA001 até JZZ999
- SUREG Belo Horizonte	CAA001 até CZZ999
- SUREG Goiânia	GAA001 até GZZ999
- CETEM	ZAA001 até ZZZ999

O número de laboratório é atribuído pelo solicitante, exceto no caso das amostras oriundas do Escritório Rio, quando é, então, atribuído pelo LAMIN. O número de laboratório pode ainda ser acrescido, se for o caso, de dois caracteres alfabéticos, de uso exclusivo do Laboratório, perfazendo um total de oito caracteres, sendo o sétimo indicativo de duplicata(s) de laboratório e o oitavo de fração granulométrica. Neste caso, no espaço reservado a observações, no boletim de análises, será dada a correspondência entre o caráter alfa e a fração granulométrica.

Para cada embalagem contendo um grupo de amostras, deverá ser adotado o seguinte procedimento:

- colocação na parte externa da embalagem do(s) número(s) da(s) Requisição(ões) de Análise e do(s) lote(s) correspondente(s);
- identificação de cada amostra contendo o número de lote, de campo e de laboratório;
- colocação na parte interna da embalagem de uma cópia da RA e a relação das amostras, acondicionadas em saco plástico.

3.2 - PREENCHIMENTO DA REQUISIÇÃO DE ANÁLISE

No mod. (Anexo A) o espaço que se segue à expressão "Requisição de Análise" deverá ser preenchido na seguinte ordem: número correspondente à requisição encaminhada/sigla do solicitante/ano corrente da requisição. Por

exemplo, o primeiro lote de amostras enviado pela SUREG Porto Alegre no ano de 1987 terá a designação: Requisição de Análise 001/SUREG-PA/87. A numeração das requisições será reiniciada pelo solicitante no princípio de cada ano. Todos os outros espaços do cabeçalho serão preenchidos pelo solicitante, exceto o referente a "recebido em" que é de competência do LAMIN.

Caberá, ainda, ao solicitante indicar o(s) tipo(s) de análise desejado(s), marcando com um "X" a(s) quadrícula(s) correspondente(s), no caso dos campos de 1 a 10, 14 e 15. No caso do campo 11, especificar no espaço em branco o(s) elemento(s) desejado(s), indicando ao lado do(s) mesmo(s) ppm ou %, conforme o teor esperado. Ainda no campo 11, na área correspondente a "qualitativa", se a análise desejada for a completa, marcar com um "X" a quadrícula devida. No caso de verificação de elemento(s) (no máximo três) indicá-lo(s) nos parênteses devidos. A verificação de quatro ou mais elementos é considerada uma análise qualitativa completa. No caso do campo 12, para solicitar análise química de elemento(s) traço(s) assinalar com um círculo o(s) elemento(s) a ser(em) dosado(s), indicando ao lado do(s) mesmo(s) a abertura desejada. Se o(s) elemento(s) a ser(em) dosado(s) não constar(em) da relação do campo 12, indicá-lo(s) no espaço correspondente a "outros". No caso do campo 13, para solicitar análise de elemento(s) maior(es) especificar no espaço em branco a(s) determinação(ões) desejada(s) e/ou tipo de análise. O campo 16 é destinado a observações, incluindo instruções especiais, ou qualquer informação adicional.

3.3 - RECEBIMENTO DAS AMOSTRAS

3.3.1 - O Controle de Amostras do LAMIN, após receber as amostras relativas a uma determinada Requisição de Análise, fará a conferência das mesmas, atribuirá codificação numérica ao lote, se for o caso, e enviará comunicação de recebimento ao solicitante através de RMA (Resultados de Análise e Movimentação de Amostras, mod. 581 - anexo b).

3.3.2 - Em caso de qualquer discordância o LAMIN entrará em contato com o solicitante para esclarecimentos, sem prejuízo do andamento das amostras incontroversas do lote.

3.4 - EMISSÃO E ENCAMINHAMENTO DOS RESULTADOS

- 3.4.1 - Visando à simplificação burocrática, aliada à maior margem de segurança na eliminação de possíveis erros de transcrição e, fundamentalmente, a permitir a computação dos resultados analíticos, o LAMIN fornecerá esses resultados em modelos próprios (anexos C, D, E, F, G, H, I, J) de acordo com o tipo de análise.
- 3.4.2 - Solicitações de análises menos frequentes, não incluídas no sistema de computação de dados analíticos vigente na CPRM, terão seus resultados fornecidos em outros modelos compatíveis com cada caso.
- 3.4.3 - Os resultados analíticos parciais ou totais serão encaminhados ao solicitante através de RMA (Resultados de Análise e Movimentação de Amostra, mod. 5B1 - anexo b).

3.5 - ARQUIVAMENTO DAS AMOSTRAS

O LAMIN manterá permanentemente em arquivo, quando possível, até 100g do material pulverizado, para eventuais re-análises, não devolvendo, portanto, aos órgãos solicitantes as amostras pulverizadas. Quanto às amostras brutas cabe aos órgãos regionais manter uma contra-amostra na sua litoteca, de modo a não ser necessária a devolução.

ANEXOS

- A - Requisição de Análises - RA
- B - Resultado de Análise e Movimentação de Amostras - RMA
- C - Modelo de Boletim de Análise por Difração de Raios-X
- D - Modelo de Boletim de Análise por Fluorescência de Raios-X-Qualitativa
- E - Modelo de Boletim de Análise por Fluorescência de Raios-X-Quantitativa
- F - Modelo de Boletim de Análise Mineralógica de Concentrado de Bateia
- G - Modelo de Boletim de Análise Química de Elementos Traços
- H - Modelo de Boletim de Análise Química de Elementos Maiores
- I - Modelo de Boletim de Análise - Ensaio por Fusão
- J - Modelo de Boletim de Análise Espectrográfica Semiquantitativa

ANEXO A



REQUISIÇÃO DE ANÁLISE


PROJETO _____
 NÚMERO DE AMOSTRAS _____
 NATUREZA DAS AMOSTRAS _____

cc/scc

ENVIADO EM ____/____/____
 RECEBIDO EM ____/____/____
 LOTE Nº ____/____

1- PREPARAÇÃO DE AMOSTRA		9- SEDIMENTOLOGIA				12- QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS		13- QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES	
PADRÃO <input type="checkbox"/> ESPECIAL <input type="checkbox"/> 2- LAMINAÇÃO SEÇÃO DELGADA <input type="checkbox"/> SEÇÃO POLIDA <input type="checkbox"/> 3- PETROGRAFIA AN. PETROGRÁFICA <input type="checkbox"/> AN. MODAL <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> 4- CALCOGRAFIA IDENT. E DESCRIÇÃO <input type="checkbox"/> AN. MODAL <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> 5- DIFRAÇÃO DE RAIOS-X IDENT. MINERALÓGICA <input type="checkbox"/> SEMIQUANT. ARGILAS <input type="checkbox"/> TAXA GRAFITIZAÇÃO <input type="checkbox"/> GRAU CRISTAL. ILLITA <input type="checkbox"/> 6- TERMODIFERENCIAL <input type="checkbox"/> 7- ENSAIOS POR FUSÃO GRUPO DA Pt <input type="checkbox"/> GRUPO DA Pt + Au <input type="checkbox"/> Pt <input type="checkbox"/> Au <input type="checkbox"/> Au + Ag <input type="checkbox"/> 8- AMALGAMAÇÃO <input type="checkbox"/>		ANÁLISE MINERALÓGICA MINERAIS PESADOS <input type="checkbox"/> MINERAIS LEVES <input type="checkbox"/> OURO <input type="checkbox"/> TABELA DE PINTAS <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> GRANULOMETRIA <input type="checkbox"/> ARREDONDAMENTO E ESFERICIDADE <input type="checkbox"/> TEXTURA SUPERFICIAL <input type="checkbox"/> 10- BIOESTRATIGRAFIA ANÁLISE MACROPALÉONTOLOGICA <input type="checkbox"/> MICROPALÉONTOLOGICA <input type="checkbox"/> PALINOLÓGICA <input type="checkbox"/> ORGANOPALINOLÓGICA <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> HISTOGRAMA <input type="checkbox"/> CURVA DE FREQUÊNCIA <input type="checkbox"/> 11- FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X ESPECIFICAR O(S) ELEMENTO(S) DESEJADO(S) E INDICAR PPM OU % CONFORME O TEOR ESPERADO. QUALITATIVA: COMPLETA <input type="checkbox"/> VERIFICAÇÃO () () ()				ELEM. Ag As Au Ba Bi Cd Co Cr Cu F Fe K Li Mn Mo No Ni P Pb Sb Sn Sr U V W Zn OUTROS		ABERTURA 14- pH <input type="checkbox"/> 15- ESPECTROGRAFIA DE EMISSÃO 30 ELEMENTOS PADRÃO <input type="checkbox"/> ADICIONAIS: Ce <input type="checkbox"/> Go <input type="checkbox"/> Ge <input type="checkbox"/> Hf <input type="checkbox"/> In <input type="checkbox"/> Li <input type="checkbox"/> To <input type="checkbox"/> Yb <input type="checkbox"/> 16- OBSERVAÇÕES	
QUALIT. <input type="checkbox"/> SEMI. <input type="checkbox"/> QUANT. <input type="checkbox"/> TABELA DE PINTAS <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> GRANULOMETRIA <input type="checkbox"/> ARREDONDAMENTO E ESFERICIDADE <input type="checkbox"/> TEXTURA SUPERFICIAL <input type="checkbox"/> ANÁLISE MACROPALÉONTOLOGICA <input type="checkbox"/> MICROPALÉONTOLOGICA <input type="checkbox"/> PALINOLÓGICA <input type="checkbox"/> ORGANOPALINOLÓGICA <input type="checkbox"/> FOTOMICROGRAFIA <input type="checkbox"/> HISTOGRAMA <input type="checkbox"/> CURVA DE FREQUÊNCIA <input type="checkbox"/> ASSOC. FOSSILÍFERA <input type="checkbox"/> GRUPO FOSSILÍFERO <input type="checkbox"/> ESPECIFICAR O(S) ELEMENTO(S) DESEJADO(S) E INDICAR PPM OU % CONFORME O TEOR ESPERADO. QUALITATIVA: COMPLETA <input type="checkbox"/> VERIFICAÇÃO () () ()		ABERTURA		14- pH <input type="checkbox"/> 15- ESPECTROGRAFIA DE EMISSÃO 30 ELEMENTOS PADRÃO <input type="checkbox"/> ADICIONAIS: Ce <input type="checkbox"/> Go <input type="checkbox"/> Ge <input type="checkbox"/> Hf <input type="checkbox"/> In <input type="checkbox"/> Li <input type="checkbox"/> To <input type="checkbox"/> Yb <input type="checkbox"/> 16- OBSERVAÇÕES					

ANEXO B

	RESULTADOS DE ANÁLISE E MOVIMENTAÇÃO DE AMOSTRAS-RMA		1-NÚMERO
			2- DATA
01-ENCAMINHAMENTO			
3-DESTINO	4-PROJETO		5-C.CUSTO
02-ASSUNTO			
6-REFERÊNCIA		7-TIPO DE OPERAÇÃO	8-ESPÉCIE
		<input type="checkbox"/> RECEBIMENTO <input type="checkbox"/> DEVOLUÇÃO	<input type="checkbox"/> AMOSTRAS <input type="checkbox"/> LÂMINAS
9-RESULTADOS ANALÍTICOS	10-LOTE Nº	11-ANEXO	12-CC..
<input type="checkbox"/> PARCIAIS <input type="checkbox"/> TOTAIS			
03-OBSERVAÇÃO		04-ASSINATURA	

MOD. 581

NE 7530.0212.5656



RESULTADOS DE ANÁLISE — RAIOS X

PERF	Data	PERF / CONF.	Data
------	------	--------------	------

Requisição :

Lote nº :

79-80

Projeto :

Data do registro :

Cartão nº 22

S E Q	Nº de Campo	Método										
		Determinação										
		Analista										
		Código	1-2		10-11		19-20		28-29		37-38	
		Nº de Lab 71 - 78	3	4 - 9	12	13 - 18	21	22 - 27	30	31 - 36	39	40 - 45
1												
2												
3												
4												
5												
6												
7												
8												
9												
10												
11												
12												
13												
14												
15												
16												
17												
18												
19												
20												

OBS:

- L = menor que o valor registrado
- G = maior que o valor registrado
- N = não detectado
- H = interferência
- B = não solicitado
- P = amostra perdido
- I = amostra insuficiente



RESULTADOS DE ANÁLISE DE CONCENTRADO

- QUALITATIVA (%)
- SEMIQUANTITATIVA (%)
- QUANTITATIVA (g/m³)

PERF.	Date	PERF/CONF	Date
-------	------	-----------	------

Requisição: _____ Lote nº _____
 Projeto: _____

79-80

Cortão nº 42

S E Q	Nº de Campo	Mineral Código Nº de Lab 71-78	pesos (gramas)												S E Q		
			TOTAL		QUARTEADO		CONCENTRADO										
			1-2	58	10-11	59	19-20	60	28-29	37-38	46-47	55-56					
		3	4-9	12	13-18	21	22-27	30	31-36	39	40-45	48	49-54	57	58-63		
1																	1
2																	2
3																	3
4																	4
5																	5
6																	6
7																	7
8																	8
9																	9
10																	10
11																	11
12																	12
13																	13
14																	14
15																	15
16																	16
17																	17
18																	18
19																	19
20																	20

QUALITATIVA

Qualificador	Significado
X	> 50 %
Y	5 - 50 %
Z	< 5 %

P = amostra perdida
 I = amostra insuficiente

DATA: ____ / ____ / ____

ANALISTA: _____

SEMIQUANTITATIVA NORMAL

Qualificador	6ª a 7ª dígitos	Significado
S	85	75 - 100 %
S	60	50 - 75 %
S	40	25 - 50 %
S	15	5 - 25 %
S	03	1 - 5 %
S	01	< 1 %

S		
E		
Q		



CPRM

RESULTADOS DE ANÁLISE — MÉTODOS RÁPIDOS

PERF.	Data	PERF./CONF	Data
-------	------	------------	------

Requisição: _____ Lote nº _____ 79 - 80

Projeto: _____ Cartão nº 28

S E Q	Nº de Campo	Data															
		Método															
		Elemento															
		Analista															
		Código		1-2		10-11		19-20		28-29		37-38		46-47		55-56	
		Nº de Lab 71 - 78		3	4-9	12	13-18	21	22-27	30	31-36	39	40-45	48	49-54	57	58-63
1																	
2																	
3																	
4																	
5																	
6																	
7																	
8																	
9																	
10																	
11																	
12																	
13																	
14																	
15																	
16																	
17																	
18																	
19																	
20																	
21																	
22																	
23																	
24																	
25																	

OBS:

L = menor que o valor registrado B = não solicitado
 G = maior que o valor registrado P = amostra perdida
 N = não detectado I = amostra insuficiente
 H = interferência



RESULTADOS DE ANÁLISES — MÉTODOS QUANTITATIVOS

PERF.	Data	PERF./CONF.	Data
-------	------	-------------	------

Requisição:
 Projeto:

Lote nº: 79-80
 Data do registro:
 Cartão nº 15

S	E	Q	Elemento ou Composto		1-2		10-11		19-20		28-29		37-38		46-47		55-56	
			Código															
			Nº de Lab 71 - 78		3	4-9	12	13-18	21	22-27	30	31-36	39	40-45	48	49-54	57	58-63
1																		
2																		
3																		
4																		
5																		
6																		
7																		
8																		
9																		
10																		
11																		
12																		
13																		
14																		
15																		
16																		
17																		
18																		
19																		
20																		
21																		
22																		
23																		
24																		
25																		

OBS:

L = menor que o valor registrado
 N = não detetado
 H = interferência
 B = não solicitado
 P = amostra perdida
 I = amostra insuficiente

ANEXO I



CPRM

Diretoria de Operações - LAMIN

RESULTADOS DE ANÁLISES - ENSAIO POR FUSÃO

PERF	Data	PERF/CONF	Data
------	------	-----------	------

Requisição:

Projeto:

Lote:

Analista:


S	DATA	ENSAIO POR FUSÃO-AA					ENSAIO POR FUSÃO-ESPECTROGRAFIA					Nº DE LABORATÓRIO		CARTÃO	Nº DE CAMPO	SEQ						
		PESO da AMOSTRA(g)		Au (ppm)		Ag (ppm)	Pt (ppm)		Pd (ppm)		Rh (ppm)		Ru (ppm)				Ir (ppm)					
Q	1	2 - 7	8	9 - 14	15	16 - 21	22	23 - 28	29	30 - 35	36	37 - 42	43	44 - 49	50	51 - 56	71 - 76	77	78	79 - 80		
1																				38		1
2																				38		2
3																				38		3
4																				38		4
5																				38		5
6																				38		6
7																				38		7
8																				38		8
9																				38		9
10																				38		10
11																				38		11
12																				38		12
13																				38		13
14																				38		14
15																				38		15
16																				38		16
17																				38		17
18																				38		18
19																				38		19
20																				38		20
21																				38		21
22																				38		22
23																				38		23
24																				38		24

OBS:

L = menor que o valor registrado N = não detectado
 G = maior que o valor registrado I = amostra insuficiente

MOO. 328

NE 7830.02II.802I



CPRM

Departamento de Operações — LAMIN

ANÁLISE ESPECTROGRÁFICA SEMIQUANTITATIVA

PERF.	Data	PERF/CONF.	Data
-------	------	------------	------

REQUISIÇÃO:

PROJETO:

LOTE Nº:

FILME Nº:

S	(0,05)		(0,02)		(0,05)		(0,002)		(10)		(0,5)		(200)		(10)		(10)		(20)		Nº DE LABORATÓRIO		CARTÃO	Nº DE CAMPO		S		
	1	2-7	8	9-14	15	16-21	22	23-28	29	30-35	36	37-42	43	44-49	50	51-56	57	58-63	64	65-70	71-76	77	78	79-80	1		2	
0																												
1																												
2																												
3																												
4																												
5																												
6																												
7																												
8																												
9																												
10																												
11																												
12																												
13																												
14																												
15																												
16																												
17																												
18																												
19																												
20																												
21																												
22																												
23																												
24																												

NOTA: Fe, Mg, Ca e Ti estão expressos em %, todos os outros elementos estão expressos em ppm. Os resultados obedecem a série 1, 0,7, 0,5, 0,3, 0,2, 0,15, 0,1 etc.
 Os limites inferiores de detecção estão entre parênteses.
 MDD. 303-19 FI.

NE 7530.0211.7998

ANEXO J

PERF	Foto	PERF./CONF	Data
------	------	------------	------

DATA:/...../..... ANALISTA:

LOTE Nº:
FILME Nº:

S E	(10) Ga		(5) Ge		(10) In		(1) Yb		(20) HF		(100) Li		()		()		()		()		Nº DE LABORATÓRIO			CARTÃO	Nº DE CAMPO		S E	
	1	2-7	8	9-14	15	16-21	22	23-28	29	30-35	36	37-42	43	44-49	50	51-56	57	58-63	64	65-70	71-76	77	78	79-80				
1																											1	
2																												2
3																												3
4																												4
5																												5
6																												6
7																												7
8																												8
9																												9
10																												10
11																												11
12																												12
13																												13
14																												14
15																												15
16																												16
17																												17
18																												18
19																												19
20																												20
21																												21
22																												22
23																												23
24																												24

ANEXO 3

S E		(50)		(500)		()		()		()		()		()		()		()		Nº DE LABORATÓRIO		CARTÃO	Nº DE CAMPO		S E	
		Ta	Ce																							
Q	1	2-7	8	9-14	15	16-21	22	23-28	29	30-35	36	37-42	43	44-49	50	51-56	57	58-63	64	65-70	71-76	77	78	79-80	0	
1																									1	
2																										2
3																							13			3
4																							13			4
5																							13			5
6																							13			6
7																							13			7
8																							13			8
9																							13			9
10																							13			10
11																							13			11
12																							13			12
13																							13			13
14																							13			14
15																							13			15
16																							13			16
17																							13			17
18																							13			18
19																							13			19
20																							13			20
21																							13			21
22																							13			22
23																							13			23
24																							13			24

MOD. 304

NE. 7530.0211.0005

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

VII - INTEGRAÇÃO MULTIDISCIPLINAR

O LAMIN sendo um órgão de apoio desenvolve suas atividades direcionadas para os usuários, ou seja, para as diferentes áreas temáticas do PLGB. Assim, o caráter multidisciplinar do levantamento geológico requer o interrelacionamento do Laboratório com as várias especialidades da Geologia, visando um trabalho integrado e de alta qualificação técnico-científica. As interfaces do LAMIN com os diversos temas estão resumidas a seguir.

1. LAMIN - PETROLOGIA

1.1 - Análises químicas, espectrográficas de emissão e de fluorescência de raios-X de rochas

São determinados rotineiramente elementos maiores, perda ao fogo, umidade e elementos traços para a elaboração de diagramas, visando a definição de ambiência tectônica.

Dentro do espírito de pesquisa e desenvolvimento, novas determinações são estudadas, conforme solicitações da área de petrologia, com a finalidade de ampliar os índices utilizados e melhor definir zonas de subducção e verificação de potencialidades metalogenéticas.

1.2 - Análises difratométricas

Rotineiramente os minerais que apresentam dúvidas em lâminas delgadas são identificados por difração de raios-X. Outros estudos mais específicos são também desenvolvidos, conforme solicitações da área de petrologia.

1.3 - Análises mineralógicas

Estudos específicos de hábito, morfologia, cor, etc. são desenvolvidos em amostras selecionadas de concentrados de bateia.

1.4 - Análises calcográficas

Estudos em luz refletida são efetuados para identificação e caracterização de minerais opacos.

1.5 - Interpretação, avaliação e divulgação

O LAMIN toma conhecimento do produto final ao participar da fase de interpretação e avaliação, na qual eventuais informações adicionais po

dem ser apresentadas. O Laboratório se faz presente também no relatório final, descrevendo a metodologia analítica e o controle de qualidade de empregados.

2. LAMIN - GEOQUÍMICA

Neste caso trata-se muito mais de um trabalho conjunto do que de interface, abrangendo as seguintes fases de trabalho:

- 2.1 - planejamento - para definição dos tipos de análise e dos laboratórios a serem utilizados, com a quantificação e cronograma das análises;
- 2.2 - laboratorial - o LAMIN é responsável pela execução das análises, sendo que no caso das análises mineralógicas de concentrados de bateia o Laboratório recebe o mapa fotogeológico da área com o planejamento da amostragem, no início da fase laboratorial do projeto;
- 2.3 - interpretação e avaliação - participação do LAMIN para eventuais informações adicionais e conhecimento do produto final;
- 2.4 - divulgação - co-autoria no relatório final, apresentando a metodologia analítica e o controle de qualidade empregados; e
- 2.5 - montagem de base de dados.

3. LAMIN - ESTRATIGRAFIA

- 3.1 - As análises bioestratigráficas, definindo idades e ambientes, são de fundamental importância no apoio à Estratigrafia.
- 3.2 - Análises de minerais pesados, incluindo aspectos morfoscópicos, podem ser efetuadas, visando à caracterização de unidades estratigráficas.
- 3.3 - Eventualmente a caracterização física dos grãos dos sedimentos é realizada como apoio à determinação de ambiente de sedimentação.
- 3.4 - Na resolução de problemas específicos, envolvendo a determinação do grau de diagênese e metamorfismo, é determinado o grau de cristalinidade da illita e são desenvolvidos estudos difratométricos da matéria orgânica (taxa de grafitização).

3.5 - Análises químicas e espectrográficas de emissão são eventualmente efetuadas para verificação da potencialidade de determinados ambientes de posicionais.

4. LAMIN - METALOGENIA

Embora a filosofia de elaboração dos mapas metalogenéticos seja de utilizar os dados disponíveis, eventualmente algumas análises complementares podem ser efetuadas, tais como:

4.1 - análises calcográficas e mineralógicas de ocorrências não estudadas;

4.2 - análises sedimentológicas para definição de ambientes;

4.3 - análises químicas e espectrográficas de emissão.

5. LAMIN - GEOFÍSICA

5.1 - Determinação de teores de U e Th (ppm) e K (%), para tentar estabelecer a correlação entre CPS (de mapas gamaespectrométricos) e teores desses elementos em determinados tipos de rochas.

5.2 - Análise mineralógica de amostras com significativo teor de U e Th.

5.3 - Determinação da densidade de rocha, como subsídio à gravimetria.

5.4 - Estudos da medição da susceptibilidade magnética de rocha em laboratório.

5.5 - Determinação eventual do teor e natureza dos minerais ferromagnéticos em amostras de rocha.

6. LAMIN - SENSORIAMENTO REMOTO

O Sensoriamento Remoto fornece apoio ao Laboratório, de maneira indireta, através do mapa fotogeológico da área, no qual é feita a programação de amostragem do Projeto, servindo de subsídio às análises bioestratigráficas, mineralógicas de concentrado de bateia e calcográficas.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

VIII - AUDITORIA E INSPEÇÃO

Para garantir que o programa de Controle de Qualidade seja objetivamente cumprido, foi estabelecido um plano de Auditoria e Inspeção executado por pessoal não diretamente responsável pelas análises minerais, de tal forma que os ajustes necessários sejam imediatamente identificados e as ações correspondentes eficazmente implementadas. Um sistema desses aumenta a confiança do usuário e do executor, estabelecendo bases sólidas para um relacionamento mutuamente proveitoso.

O Sistema compreende:

- Consultorias em vários níveis

- . Normalização da metodologia analítica
- . Confeção de padrões para uso interno, como acompanhamento das análises
- . Confeção de padrões nacionais em programa conjunto com laboratórios congêneres
- . Interpretação estatística de resultados analíticos

- Workshops

Periodicamente são realizados workshops temáticos, com a participação dos coordenadores temáticos nacionais e regionais, bem como de representan - tes do DNPM e da comunidade geológica, nos quais é apresentado o estágio de de desenvolvimento das atividades laboratoriais e procedimentos são reafirmados ou ajustados e novas metas traçadas.

- Seminários

Eventos de maior amplitude são também realizados regionalmente, com a participação de uma banca de debatedores para a qual são convidados especialis - tas de renome. Esses eventos são abertos a toda a comunidade geológica, que tam - bém participa dos debates.

COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS - CPRM
LABORATÓRIO CENTRAL DE ANÁLISES MINERAIS - LAMIN

IX - BIBLIOGRAFIA

SUMÁRIO

	SEÇÃO
PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS	A
MINERALOGIA	B
SEDIMENTOLOGIA	C
BIOESTRATIGRAFIA	D
FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X	E
ESPECTROGRAFIA ÓTICA DE EMISSÃO	F
QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS	G
QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORES	H
ENSAIOS POR FUSÃO	I
CONTROLE DE QUALIDADE	J
SEGURANÇA DE LABORATÓRIO	L

PREPARAÇÃO

- FLETCHER, W.K. - 1981 - Analytical Methods in Geochemical Prospecting.
Amsterdam, Elsevier. (Handbook of Exploration Geochemistry, 1).
- SMALES, A.A. & WAGER, L.R. - 1960 - Methods in Geochemistry.
New York, Interscience.

MINERALOGIABÁSICA

- DEER, W.A.; HOWIE, R.A.; ZUSSMAN, J. - 1975 - An Introduction to the Rock Forming Minerals.
Thetford, Lowe & Brydone. V. 1-4.
- FISCHESSE, R. - 1955 - Données des Principales Espèces Minérales.
Paris, J. & R. Sennac.
- GOMES, C.B. - 1984 - Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia.
São Paulo, Edgar Blücher/PRÓ-MINÉRIO.
- PALACHE, C.; BERMAN, H.; FRONDEL, C. - 1966 - The System of Mineralogy of James Dwight Dana and Edward Salisbury Dana.
7. ed. New York, J. Wiley. 3v.
- PICOT, P. & JOHAN, Z. - 1982 - Atlas of Ore Minerals.
Amsterdam, Elsevier.

ESPECIALIZADA

- BRINDLEY, G.W. & BROWN, G.B. - 1980 - Crystal Structures of Clay Minerals and their X-ray Identification. London, Mineralogical Society.
- CARROLL, D. - 1970 - Clay Minerals: a Guide to their X-ray Identification.
Boulder, The Geological Society of America.
- EDWARDS, A.B. - Textures of the Ore Minerals and their Significance.
Australia, Brown, Prior, Anderson PTY/The Australian Institute of Mining and Metallurgy.
- KAELBE, E.F. - 1967 - Handbook of X-rays. New York, McGraw-Hill.
- KLUG, H.P. & LEROY, E.A. - 1954 - X-ray Diffraction Procedures.
New York, J. Wiley.

- MCKENZIE, R.C. - 1957 - The Differential Thermal Investigation of Clays.
London, Mineralogical Society.
- RAMDOHR, P. - 1969 - The Ore Minerals and their Intergrowths.
Germany, Pergamon.
- SCHOUTEN, C. - 1962 - Determination Tables for Ore Microscopy.
Amsterdam, Elsevier.
- SHORT, M.N. - 1968 - Microscopic Determination of Ore Minerals. USGS.
(Bulletin, 914).
- VOINOVITCH, I.A. - 1971 - L'Analyse Minéralogique des Sols Argileux.
Paris, Eyrolles.

SEDIMENTOLOGIABÁSICA

- BETEKHTIN, A. - [s.d.] - A Course of Mineralogy. Moscow, Peace Publishers.
- DANA, E.S. - 1966 - A Textbook of Mineralogy. 4. ed. New York, J. Wiley.
- DEER, W.A.; HOWIE, R.A.; ZUSSMAN, J. - 1966 - An Introduction to the Rock - Forming Minerals. Thetford, Lowe & Brydone.
- DEVISMES, P. - 1978 - Atlas Photographique des Minéraux d'Alluvions. BRGM (Mémoire, 95).
- GUIGNES, J. & DEVISMES, P. - 1969 - La Prospection Minière à la Batée dans le Massif Armoricain. BRGM. (Mémoire, 71).
- HUTCHISON, C.S. - 1974 - Laboratory Handbook of Petrographic Techniques. New York, J. Wiley.
- KRUMBEIN, W.C. & PETTIDJOHN, F.J. - 1938 - Manual of Sedimentary Petrography. New York, Appleton.
- KRUMBEIN, W.C. & SLOSS, L.L. - 1958 - Stratigraphy and Sedimentation. San Francisco, W.H. Freeman.
- MILNER, H.B. - 1962 - Sedimentary Petrography. London, George Allen & Unwin. 2v.
- MÜLLER, G. - 1967 - Methods in Sedimentary Petrology. New York, Hafner.
- PALACHE, C.; BERMAN, H.; FRONDEL, C. - 1966 - The System of Mineralogy of James Dwight Dana and Edward Salisbury Dana. 7. ed. New York, J. Wiley. 3v.
- PARFENOFF, A.; POMEROL, C.; TOURENO, J. - 1970 - Les Minéraux en Grains. Paris, Masson.
- PETTIDJOHN, F.J. - 1957 - Sedimentary Rocks. New York, Harper's & Row.
- PETTIDJOHN, F.J.; POTTER, P.E.; SIEVER, R. - 1972 - Sand and Sandstone. New York, Springer - Verlag.

- SUGUIO, K. - 1973 - Introdução à Sedimentologia. São Paulo, Universidade de São Paulo.
- TICKELL, F.G. - 1965 - The Techniques of Sedimentary Mineralogy. Amsterdam, Elsevier.
- WINCHELL, A.N. - 1951 - Elements of Optical Mineralogy. New York, J. Wiley. 3v.

ESPECIALIZADA

- BARDET, M.G. - 1973, 1974, 1977 - Géologie du Diamant. BRGM. 3v. (Mémoire, 83).
- ERNST, W.G. - 1968 - Amphiboles. Chicago, Springer-Verlag.
- KUKAL, Z. - 1971 - Geology of Recent Sediments. Prague, Academic.
- RANKAMA, K. & SAHAMA, T.G. - 1950 - Geochemistry. Chicago, University of Chicago.
- TURNER, F.J. & VERHOOGEN, J. - 1951 - Igneous and Metamorphic Rocks. New York, McGraw-Hill.

BIOESTRATIGRAFIABÁSICA

- BRASIL. DNPM - 1984 - Léxico Estratigráfico do Brasil. Brasília, CPRM..
- BRITO, I.M. - 1979 - Bacias Sedimentares e Formações Pós-Paleozóicas do Brasil. Rio de Janeiro, Interciência.
- MENDES, J.C. - 1977 - Paleontologia Geral. São Paulo, Universidade de São Paulo.
- MENDES, J.C. - 1984 - Elementos de Estratigrafia. São Paulo, Universidade de São Paulo.
- MOORE, R.C. - 1960 - Treatise on Invertebrate Paleontology. Lawrence, University of Kansas. v.1-15.
- MORET, L. - 1943 - Manuel de Paléontologie Végétale. Paris, Masson. v.1-2.
- OLIVEIRA, A.I. & LEONARDOS, O.H. - 1978 - Geologia do Brasil. Mossoró , ASTECAM (Mossoroense, 72).
- PETRI, S. & FÚLFARO, J. - 1983 - Geologia do Brasil. São Paulo, Universidade de São Paulo.

ESPECIALIZADA

- ERDTMAN, G. - 1969 - Handbook of Palynology. Copenhagen, Munksgaard.
- ERDTMAN, G. - 1972 - Pollen and Spores, Morphology/Plant Taxonomy. New York, Hafner. 4v.
- FAEGRI, K.; IVERSEN, J.; WATERBOLK, H.T. - 1964 - Textbook of Pollen Analysis. New York, Hafner.
- HEUSSER, C.J. - 1971 - Pollen and Spores of Chile. Arizona, University of Arizona.
- JONES, D.L. - 1956 - Introduction to Microfossils. New York, Hafner.

- KREMP, G.O.W. - 1962 - Catalog of Fossil Spores and Pollen.
Pennsylvania, University Park. v.1-17.
- MOORE, R.; LALICKER, C.G.; FISCHER, A.G. - 1952 - Invertebrate Fossils.
New York, McGraw-Hill.
- RUEDEMANN, R. - 1947 - Graptolithes of North America. New York, Waverly.
- TAUGOURDEAU, P. & BOUCHÉ, P. - 1967 - Microfossiles Organiques du
Paleozoique.Chitinozoaires. Paris, Centre National de la Recherche
Scientifique. v.1-2.
- TSCHUDY, R.H. - 1979 - Aspects of Palynology. New York, J. Wiley.

- PERIÓDICOS

Fossils and Strata

Grana Palynologica

Lethaia

Micropaleontology

Palaeontographia

Palaeontology

Pollens et Spores

Precambrian Research

Review of Palaeobotany and Palynology

Revue de Micropaléontologie

Sveriges Geologiska Undersökning

FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X

BÁSICA

- ADLER, I. - 1966 - X-ray Emission Spectrography in Geology.
Amsterdam, Elsevier.
- GOMES, C.B. - 1984 - Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia. São Paulo, Edgar Blücher/PRÓ-MINÉRIO.

ESPECIALIZADA

- BERTIN, E.P. - 1970 - Principles and Practice of X-ray Spectrometric Analysis. New York, Plenum.
- JENKINS, R. - 1974 - An Introduction to X-ray Spectrometry. London, Heyden.
- JENKINS, R. & DE VRIES, J.L. - 1972 - Practical X-ray Spectrometry. Great Britain, Philips Technical Library.
- KAELBE, E.F. - 1967 - Handbook of X-rays. New York, McGraw-Hill.
- ROBINSON, J.W. - 1974 - Handbook of Spectroscopy. Ohio, CRC. v.1.
- WHITE, E.W. & JOHNSON JR., G.G. - 1970 - X-ray and Absorption Wavelengths and Two-Theta Tables. Philadelphia, ASTM (Data Series DS 37A).

ESPECTROGRAFIA ÓTICA DE EMISSÃOBÁSICA

- GOMES, C.E. - 1984 - Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia. São Paulo, Edgar Blücher/PRÓ-MINÉRIO.
- POTTS, P.J. - 1987 - A Handbook of Silicate Rock Analysis. Great Britain, Blackie.

ESPECIALIZADA

- AHRENS, L.H. & TAYLOR, S.R. - 1961 - Spectrochemical Analysis. 2.ed. London, Addison-Wesley.
- ASTM - 1971 - Methods for Emission Spectrochemical Analysis. 6.ed. Easton, American Society for Testing and Materials.
- COOLEY, E.F.; CURRY, K.J.; CARLSON, R.R. - 1976 - Analysis for the Platinum Group Metals and Gold by Fire-Assay Emission Spectrography. Appl. Spectrosc. 30 (1): 52-56.
- GRIMES, D.J. & MARRANZINO, A.P. - 1968 - Direct-Current Arc and Alternating-Current Spark Emission Spectrographic Field Methods for the Semiquantitative Analysis of Geologic Materials. USGS. (Circular, 591).
- GROVE, E.L. - 1971 - Analytical Emission Spectroscopy. New York, Marcel Dekker (Analytical Spectroscopy, v.1, pt.1).
- HARRISON, G.R. - 1969 - Wavelength Tables. 2.ed. Cambridge, The M.I.T. Press.
- MOSIER, E.L. - 1972 - A Method for Semiquantitative Spectrographic Analysis of Plant Ash for Use in Biogeochemical and Environmental Studies. Appl. Spectrosc. 26 (6): 636-640.

- MOTOOKA, J.M. & GRIMES, D.J. - 1976 - Analytical Precision of One-Sixth Order Semiquantitative Spectrographic Analysis. USGS. (Circular, 738).
- SAWYER, R.A. - 1963 - Experimental Spectroscopy. New York, Dover.

QUÍMICA DE ELEMENTOS TRAÇOS

BÁSICA

- GOMES, C.B. - 1984 - Técnicas Analíticas Instrumentais Aplicadas à Geologia. São Paulo, Edgar Blücher/PRÓ-MINÉPIO.
- FLETCHER, W.K. - 1981 - Analytical Methods in Geochemical Prospecting. Amsterdam, Elsevier. (Handbook of Exploration Geochemistry, 1).
- POTTS, P.J. - 1987 - A Handbook of Silicate Rock Analysis. Glasgow, Blackie.
- VARMA, ASKA - 1985 - Handbook of Atomic Absorption Analysis. New York, CRC. v.1-2.

ESPECIALIZADA

- DOLEZAL, J.; POVONDRA, P.; SULCEK, Z. - 1968 - Decomposition Techniques in Inorganic Analysis. London, Iliffe.
- O'LEARY, R.M. & MEIER, A.L. - 1984 - Analytical Methods Used in Geochemical Exploration. USGS (Circular, 948).
- PINTA, M. et ALII - 1971 - Spectrometrie d'Absorption Atomique. Applications à l'Analyse Chimique. Paris, Masson. v.1-2.
- PRICE, W.J. - 1972 - Analytical Atomic Absorption Spectrometry. London, Heyden.
- PERKIN-ELMER - 1976 - Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry. Norwalk, The Perkin-Elmer Corporation.
- WARD, F.N. et ALII - 1963 - Analytical Methods Used in Geochemical Exploration in the U. S. Geological Survey. USGS (Bulletin, 1152).
- WARD, F.N.; NAKAGAVA, N.M.; HARMS, F.F.; VANSICKLE, J.H. - 1969 - Atomic Absorption Methods of Analysis Useful in Geochemical Exploration. USGS. (Bulletin, 1289).

QUÍMICA DE ELEMENTOS MAIORESBÁSICA

- FORD, W.E. - 1966 - Dana's Textbook of Mineralogy. 4.ed. New York, J.Wiley.
- FURMAN, N.H. - 1963 - Standard Methods of Chemical Analysis. 6.ed. Toronto, Van Nostrand. v.1.
- LANGE, N.A. - 1967 - Handbook of Chemistry. New York, McGraw-Hill.
- POTTS, P.J. - 1987 - A Handbook of Silicate Rock Analysis. Glasgow, Blackie.

ESPECIALIZADA

- ASSUMPÇÃO, R.M.V. & MORITA, T. - 1968 - Manual de Soluções, Reagentes e Solventes. São Paulo, Edgar Blücher/PRÓ-MINÉRIO.
- DOLEZAL, J.; POVONDRA, P.; SULCEK, Z. - 1968 - Decomposition Techniques in Inorganic Analysis. London, Iliffe.
- KOLTHOFF, I.M. & SANDELL, E.B. - 1943 - Textbook of Quantitative Inorganic Analysis. New York, Macmillan.
- PINTA, M. et ALII - 1971 - Spectrometrie d'Absorption Atomique. Applications à l'Analyse Chimique. Paris, Masson. v.1-2.
- VOGEL, A.I. - 1948 - Quantitative Inorganic Analysis - Theory and Practice. London, Longmans Green.
- WELCHER, F.J. - 1963 - Standard Methods of Chemical Analysis. 6.ed. Toronto, Van Nostrand Reinhold. v.2a-2b.

ENSAIOS POR FUSÃOBÁSICA

- BETEKHTIN , A.-[s.d.] - A Course of Mineralogy. Moscow. Peace Publishers.
- BOYLE, R.W. - 1979 - Geochemistry of Gold and its Deposits. Canada, Geological Survey.(Bulletin, 280).
- DOROKHINE, I.; BOGATCHEVA, E.; DROUGININE, A.; SOBOLEVSKY, V.; GORBOUNOV,E.- [s.d.] - Gisements de Minéraux Utiles et leur Prospection. Moscou, Ed. École Supérieure.
- KUZIN, M. & EGOROV, N. - 1979 - Field Manual of Minerals. 2.ed. Moscow, Mir Publishers.
- LEPREVOST, A. - 1975 - Química Analítica dos Minerais. Rio de Janeiro, Livro Técnico e Científico.
- POTTS, P.J. - 1987 - A Handbook of Silicate Rock Analysis. Great Britain, Blackie.

ESPECIALIZADA

- BEAMISH, F.E. & VAN LOON, V.C. - 1977 - Analysis of Noble Metals. New York, Academic.
- BUGBEE, E.E. - 1940 - A Textbook of Fire Assaying. New York, J. Wiley.
- CARLSON, R.R. - 1971 - Outline of Fire-Assay Methods. USGS. xerox.
- CLIFTON, H.E.; HUNTER, R.E.; SWANSON, F.J.; PHILLIPS, R.L. - 1969 - Sample Size and Meaningful Gold Analysis. USGS. (Professional Paper, 652-C).
- COOLEY, E.F.; CURRY, K.J.; CARLSON, R.R. - 1976 - Analysis for the Platinum Group Metals and Gold by Fire-Assay Emission Spectrography. Appl. Spectrosc. 30 (1): 52-56.
- GAJDA, G.J. - 1982 - Gold Refining. 2.ed. Santa Monica, Ca.

- HAFFTY, J.; RILEY, L.B.; GOSS, W.D. - 1977 - A Manual on Fire
Determination of the Noble Metals in Geological Materials. U.
(Bulletin, 1445).
- HUFFMAN, JR., C.; MENSIK, J.D.; RILEY, L.B. - 1967 - Determination of
Geological Materials by Solvent Extraction and Atomic Absorption Sp
metry. USGS. (Circular, 544).
- SHEPARD, O.C. & DIETRICH, W.F. - 1940 - Fire Assaying. New York, McGraw-Hi.

- WAENY, J.C.C. - 1980 - Repetitividade e Reprodutividade I. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Série ACM, nº 18. São Paulo.
- WAENY, J.C.C. - 1980 - Recomendações para Determinação de Intervalos de Confiança. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Série ACM, nº 22. São Paulo.
- WAENY, J.C.C. - 1980 - Programas Interlaboratoriais - Introdução à Metodologia e Análise dos Resultados. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Série Técnicas & Métodos, nº 7. São Paulo.
- WAENY, J.C.C. - 1983 - Amostragem em Certificação, Garantia de Qualidade e Confiabilidade Metrológica. Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Comunicação Técnica, nº 11. São Paulo.

SEGURANÇA

- BREThERICK, L. - 1979 - Handbook of Reactive Chemical Hazards. London, Butterworths.
- STEERE, N.V. - 1970 - CRC Handbook of Laboratory Safety. Boca Raton, CRC.