

Gueto do Memu 066/ Lamin /72
de 06/07/72

OHY

L A M I N

RELATÓRIO DE ESTÁGIO

MARIA HELENA FALABELLA



Período de Estágio: 09.03.72 - 31.05.72

Local de Estágio: Laboratório do U.S.G.S

U.S.A.

1. Introdução
2. Objetivos do Estágio
3. Trabalhos realizados
4. Conclusões
5. Recomendações

1. INTRODUÇÃO

O presente relatório refere-se ao estágio sôbre técnicas analíticas de materiais geológicos realizado junto ao "United States Geological Survey", no período de 09 de março a 31 de maio de 1972, sob orientação geral do químico Albert P. Marranzino. O referido estágio incluiu visitas e trabalho nos laboratórios do próprio USGS, bem como visitas e entrevistas com técnicos de outras instituições, conforme o calendário abaixo:

DATA	ATIVIDADE - ENTIDADE	ORIENTAÇÃO	LOCAL
9/3	Chegada a Washington	-	Washington DC
10/3	Entrevista de orientação - AID e USGS	-	Washington DC
13/3	Visita aos laboratórios do "Branch of Experimental Geochemistry and Mineralogy- USGS - Building 14"	John Matzko	Washington DC
14/3	Visita aos laboratórios da firma "Biodynamics Research Corporation" (Microanálise por ótica eletrônica)	John Matzko e Anastaios J. Tonsimis	Rockwille - Maryland
15/3	Visita aos laboratórios e ar- quivos do Museu de História Natural - Div. de Mineralo-		

Continua

DATA	ATIVIDADE - ENTIDADE	ORIENTAÇÃO	LOCAL
	gia do "Smithsonian Institute".	Dr. De Sautels	Washington DC
	Entrevista com o curador do Museu.		
16/3	Visita ao laboratório de rádio cristalografia do "Branch of Experimental Geochemistry and Mineralogy - USGS - Department of Interior Bldg"	Mary Mrose	Washington DC
17/3 -	Laboratório de Fluorescência		
28/3	de Raios-X. "Branch of Analytical Laboratories USGS Department of Interior Bldg"	Harry Rose	Washington DC
29/3	Visita aos Laboratórios de Espectrografia de Emissão e de Métodos Rápidos do "Branch of Analytical Laboratories USGS (Gun Factory)".	Sol Berman e L. Shapiro	Washington DC
30/3	Chegada a Denver	-	Denver - Colorado.
31/3 -	Laboratórios da "Field Services Section, Branch of Exploration Research, USGS (Mc Intyre).	Albert Marranzino e David Grimes	Denver - Colorado.
11/4			
12/4 -	Laboratório de Mineralogia		
23/4	Sedimentar "Branch of Experimental Geochemistry and Mineralogy, USGS (Federal Center)".	Paul Blackmon	Denver - Colorado.

Continua

DATA	ATIVIDADE - ENTIDADE	ORIENTAÇÃO	LOCAL
24/3 2/5	Laboratório de Micro-sonda Analisadora - "Rocky Mountain Branch, USGS (Federal Center)	George Desborough	Denver - Colo- rado.
3/5 - 11/5	Laboratório de Fluorescência de Raios-X "Analytical Laboratories Branch, USGS (Federal Center)".	James Wahlbert	Denver - Colo- rado.
8/5	Visita aos laboratórios da firma "Skyline Labs Inc." Entrevista com o "chief-geo- logist".	Edwin Post	Denver - Colo- rado.
12/5	Visita aos laboratórios da firma "Hazen Research Inc."	Larry Hammond	Denver - Colo- rado.
14/5	Chegada a Menlo Park	-	Menlo Park - California
15/5 - 26/5	Laboratório de Fluorescência de Raios-X - "Analytical Laboratories Branch, USGS".	Brent Fabbi	Menlo Park - California
29/5	Chegada a Washington	-	Washington DC
30/5	Entrevistas de encerramento de estágio - USGS e AID	-	Washington DC
31/5	Saída de Washington para o Rio de Janeiro.		

Continua

2. OBJETIVOS DO ESTÁGIO

Atualização de métodos, facilidades analíticas e operacionais adequados a um Laboratório de Produção, orientado para a prospecção geológica e geoquímica, particularmente no que diz respeito as técnicas de Raios-X, através do contato com laboratórios congêneres.

3. TRABALHOS REALIZADOS

3.1. Fluorescência de Raios-X

Nos 3 laboratórios de Fluorescência de Raios-X do Geological Survey, nos quais estagiamos, desenvolvemos dois tipos de atividades:

- a) participação nos trabalhos dos próprios laboratórios, a fim de tomar contato com os técnicos peculiares a cada um deles;
- b) análise de amostras da CPRM, utilizando as técnicas anteriores e comparação dos resultados obtidos nos diferentes laboratórios.

3.1.1. Determinação de Ni em laterita

Foram analisadas amostras de Goiás, Município de Montes Claros utilizando 2 técnicas:

- a) fusão com tetraborato de Li em cadinho de grafite e posterior pulverização para preparação de pastilhas.
- b) fusão com borax e preparação de pastilhas com material fundido ainda líquido.

A primeira fornece resultados excelentes quanto à exatidão e precisão, entretanto é uma técnica muito demorada, permitindo a preparação de no máximo 10 amostras por dia. Sua aplicação seria portanto na preparação de padrões pa

Continua

ra outros métodos ou em casos especiais em que são necessários resultados de alta qualidade.

Já a segunda técnica pode ser considerada de aplicação rotineira, com uma exatidão da ordem de 5% e uma produtividade de 50-80 amostras por dia.

3.1.2. Determinação de Nb e Ta em minérios

Foram analisadas amostras de tantalita, columbita, micro-lita e djalmaita, segundo 3 diferentes tipos de preparação:

- a) adição de La_2O_3 como absorvente pesado, fusão com tetraborato de lítio em cadinho de grafite e posterior pulverização para preparação de pastilhas.
- b) fusão em borax em cadinho de platina e preparação de pastilhas com material fundido ainda líquido.
- c) adição de Ce_2O_3 como absorvente pesado, diluição mecânica com quartzo e celulose (por pulverização).

Os melhores resultados foram obtidos utilizando-se o método de preparação do item a, mas com um baixo rendimento, conforme observação anterior. A preparação direta de pastilhas com material fundido apresentou problemas com as amostras de alto teor, provavelmente devido a um processo de diferenciação durante o resfriamento, resultando em pastilhas não homogêneas, condição essencial na análise por fluorescência de raios-X. Assim sendo, foi tentada, com sucesso, a modificação no método de adição de absorvente pesado, com a finalidade de diminuir o tempo de pre

Continua

paração das pastilhas, substituindo a fusão por uma diluição mecânica. Outra modificação introduzida foi a substituição do óxido de lantânio pelo óxido de cério, uma vez que o primeiro tem o inconveniente de absorver grandes quantidades de água (até 10% de seu peso), o que não se dá com o óxido de cério. Desta forma ficou estabelecido um método de ótimos resultados para o Nb permitindo a determinação de 20 amostras por dia. Para o Ta surgiram alguns problemas que estão equacionados e deverão ser solucionados em nosso laboratório.

Continua

3.2. Microsonda Analisadora

O trabalho com a Microsonda Analisadora (X-Ray Microprobe) abrangeu 3 fases:

- a) estudo de minerais padrão com a finalidade de apreender os princípios de funcionamento do equipamento e sua técnica de operação.
- b) estudo qualitativo de sulfetos em amostras brasileiras, procedentes de Niquelândia, Goiás.

Foi possível detetar a presença de sulfetos de ferro e níquel (pentlandita) em intercrescimento com a pirita, em dimensões extremamente pequenas para ser identificado em seção polida.

- c) estudo quantitativo de sulfetos em amostras brasileiras procedentes de Santa Fé - Goiás e do Sudeste do Piauí. Na amostra AL-0010-c-2 (Projeto Sudeste do Piauí) foram determinados sulfetos de Ni em intercrescimento com a pirita. Foram feitas determinações quantitativas para Ni, Co e S.

Continua

3.3. Difração de Raios-X

3.3.1. As atividades no Laboratório de Mineralogia Sedimentar focalizaram o estudo de minerais de argila por difração de raios-X com especial atenção às estruturas de camadas mistas. Uma série de minerais padrão foi preparada e estudada usando as técnicas de:

- a) preparação de agregados orientados
- b) tratamento térmico
- c) troca de ions (intersalation)

3.3.2. O aspecto quantitativo dos minerais de argila foi tratado através da interpretação da composição mineralógica do folhelho "Pierre", segundo o método de Schultz (1964). Cabe observar que o referido método é específico para aquela formação e que seus resultados como valores absolutos podem ter erros da ordem de 100% ou superiores, sendo o método válido para fins comparativos dentro da referida formação.

3.4. Ensaio por fusão ("Fire Assay")

Acompanhamos as diferentes fases do ensaio de fusão para metais nobres: Au, Ag e grupo da Pt.

Continua

3.5. Contrôle de amostras e Processamento de dados

3.5.1. O controle de amostras é peça essencial na engrenagem de um Laboratório de Produção, o qual envolve, além de grande número de amostras, diversidade de setores e métodos analíticos. Assim sendo acompanhamos detalhadamente o sistema de controle utilizado no Laboratório da "Field Services Section (Mc Intyre) - Branch of Exploration Research - USGS" em Denver, abrangendo desde a solicitação da análise até a estocagem e preparação dos dados a serem processados em computador.

3.5.2. Acompanhamos ainda o sistema de Processamento pelo sistema RASS - STATPAC.

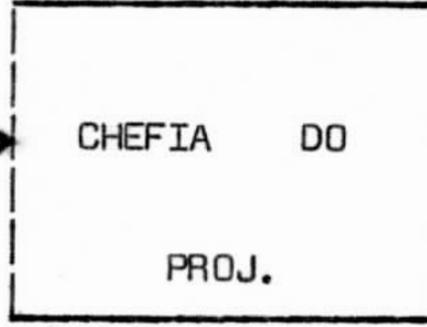
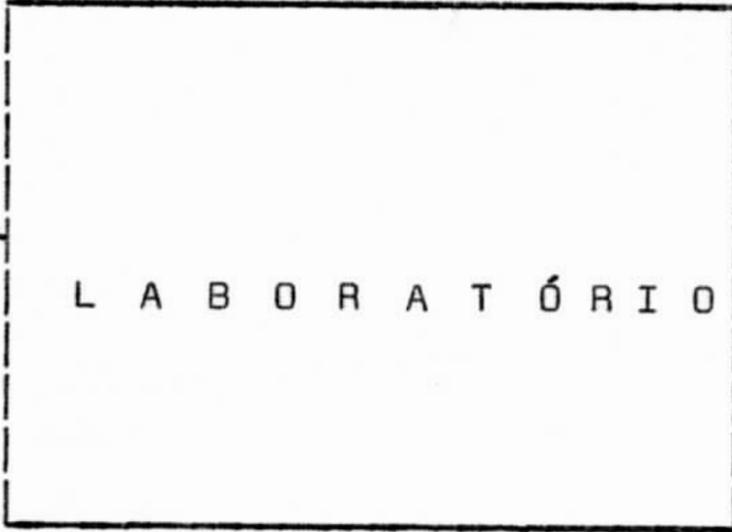
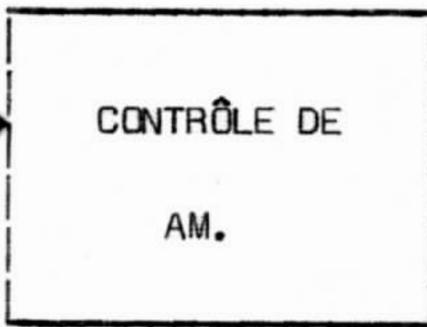
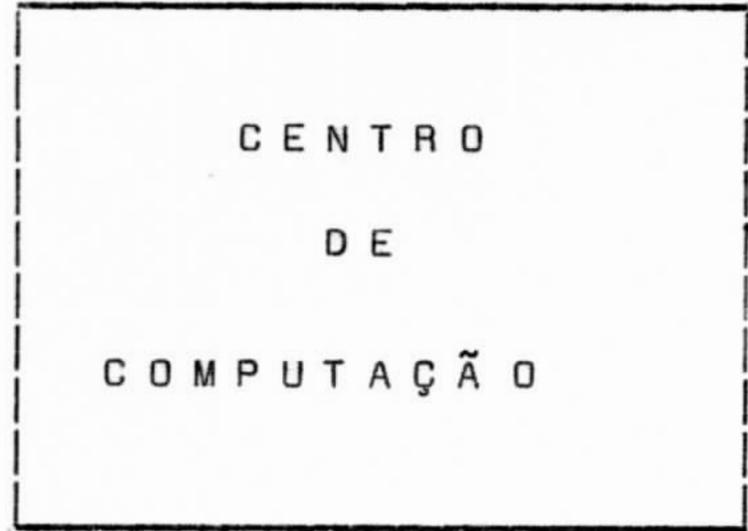
O processamento se dá no centro de computação que recebe os dados preparados pelo setor de controle do Laboratório, exigindo portanto um contato direto entre as duas unidades, as quais relacionam-se com os projetos orientando os mesmos quanto a sistemática a ser empregada. De modo geral podemos esquematizar este relacionamento pelo diagrama abaixo:

Continua

Especialista em
Computador

Geólogo

Matemático (esta-
tístico)



4. CONCLUSÕES

Do ponto de vista dos objetivos a serem atingidos consideramos nosso estágio plenamente satisfatório, para o que muito contri
buiu a acolhida que tivemos pelos técnicos do USGS.

Das técnicas por nós observadas algumas serão de grande utili
dade no trabalho corrente de nosso laboratório e seu emprêgo i
mediato depende apenas da complementação de nosso equipamento
no que diz respeito a preparação de amostras. O material ne-
cessário foi relacionado e submetido a apreciação da chefia do
LAMIN.

Continua

5. RECOMENDAÇÕES

Em função dos trabalhos realizados, das observações feitas e das condições atuais do Laboratório da CPRM, sugerimos:

5.1. Utilização do Método de Fluorescência de Raios-X em:

5.1.1. Análise de controle de exportação dos minérios de nióbio e tântalo.

Essas análises vêm sendo realizadas por método químico-via úmida extremamente demorado e oneroso. Entretanto, a técnica desenvolvida no item 3.1.2 permitirá a análise de 15 a 20 amostras por dia (ou seja 60 a 80 determinações, uma vez que em cada amostra são analisados 4 elementos) com a mesma exatidão das análises químicas.

5.1.2. Análise de rochas

Utilizando-se a técnica de diluição por fusão, rochas silicatadas variando largamente em composição podem ser analisadas com boa exatidão para SiO_2 , Al_2O_3 , Fe total como Fe_2O_3 , CaO , K_2O , TiO_2 e MnO , muito mais rapidamente do que pelos métodos convencionais.

5.2 - Padrões quimicamente analisados

As análises instrumentais e em particular por fluorescência

Continua

de raios-X, baseiam-se sempre no emprêgo de padrões de calibração os quais podem ser: artificiais-preparados sinteticamente ou naturais-analisados quimicamente. Estes últimos sempre que disponíveis são preferíveis aos primeiros. Assim sendo torna-se importante o apoio dos laboratórios de química na análise por fluorescência de raios-X, especialmente quando se trata de elementos leves ou de materiais complexos (rochas, minérios).

5.3. Convênio com o Instituto de Geociências da UFRJ

Embora a Micro-sonda Analisadora (Microprobe) seja um instrumento de grande importância em estudos mineralógicos ligados a depósitos minerais, sendo que determinados problemas só podem ser solucionados através de sua utilização, não julgamos oportuna, no momento, a aquisição de tal equipamento. Isto tendo em visto, por um lado, seu alto custo e a complexidade de sua manutenção, por outro lado a existência de u'a micro-sonda no Instituto de Geociências a qual poderia ser utilizada pela CPRM através de convênio.

5.4. Atualização de Pessoal

A fim de manter um bom nível de produtividade é necessário manter os técnicos atualizados em seus respectivos campos de trabalho através da participação em congressos tanto de âmbito nacional como internacional.

Por outro lado uma ampliação de conhecimentos em campos correla-

Continua

tos é também desejável. Assim é prática corrente no Geological Survey cursos e seminários de Geologia, Geoquímica e Química para químicos, geólogos e técnicos de nível médio.

6. AGRADECIMENTOS

Apresentamos nossos agradecimentos à CPRM pela oportunidade de estabelecer contato com Laboratórios de gabarito internacional e a todo o pessoal do USGS que nos assistiu durante nossa permanência nos Estados Unidos e cujas atenções nos proporcionaram um estágio eficiente e uma estada agradável. Em especial gostaríamos de mencionar o químico Albert P. Marranzino que nos orientou desde a elaboração até a execução do nosso programa.

Rio de Janeiro, 03 de julho de 1972.


Maria Helena Falabella



Memo S/N/ASSOP/72

Data: 04.09.72

Do: Assessor José Aloisio Paione

Ao: Chefe da ASSOP

Assunto: Relatório de Estágio. Maria Helena Falabela.

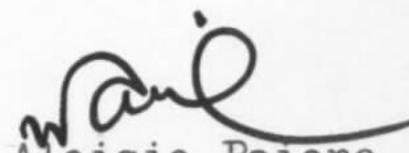
Gloria Berenice C.T.C. Brazão da Silva.

Nelson Chinen.

Atendendo solicitação de V.Sa., informo que procedi a uma análise dos relatórios em epígrafe, tendo observado que os mesmos foram elaborados seguindo o roteiro preconizado pelo Memo-Circular nº 2312/DO/72 e retratam de maneira sucinta todos os aspectos importantes dos estágios realizados nos Laboratórios da USGS.

É lícito ressaltar, entretanto, que dentre os 3 (três) relatórios examinados, aquele da Dra. Maria Helena é o que contém o maior número de observações úteis e está enriquecido com análises judiciosas das técnicas e assuntos abordados durante sua permanência nos Estados Unidos; seguem-se ainda sugestões e recomendações de interesse para aprimoramento dos trabalhos do LAMIN.

Os relatórios da Dra. Gloria Berenice e do Dr. Nelson Chinen, conquanto dentro da sistemática estabelecida para a sua elaboração, se limitam quase que a uma sumária descrição do que foi realizado nos Laboratórios da USGS, sem se aterem a uma análise mais profunda das técnicas e métodos de trabalho aprendidos durante os respectivos estágios de aperfeiçoamento.


José Aloisio Paione
Assessor DO

ASSOP/vgb