

Fluorescência de Raios-X: Fusão de Amostra com Borato

1.Parâmetro(s) medido (s): Al₂O₃, CaO, Cr₂O₃, Fe₂O₃, K₂O, MgO, MnO, Na₂O, Nb, NiO, P₂O₅, SiO₂, Sn, Sr, Ta, TiO₂, V, W, Y, Zr.

2.Tamanho típico da amostra: 0,2 gramas.

3.Tipo de amostra aplicável : Minérios, minerais, rochas, solos e sedimentos.

4.Técnica de preparação utilizada: Amostras pulverizadas e homogêneas são secas em estufa a 110°C, por um mínimo de uma hora, e esfriadas em um dessecador. Dois gramas de tetraborato de lítio e dois gramas de amostra são pesados em um frasco. Amostra e fundente são completamente misturados e transferidos para um cadinho de grafita. A mistura é então fundida em uma mufla a 1000°C por um período de 30 a 40 minutos. Depois do excesso de grafita ser removido, o vidro fundido é quebrado e adiciona-se ácido bórico. A mistura é então pulverizada em um pulverizador de carboneto de tungstênio. Esta mistura é prensada a uma pressão de 250kN. As amostras são levadas para análise por Fluorescência de Raios-X.

5.Preservação da amostra: Até a leitura, as pastilhas são embaladas em sacos plásticos e guardadas em um dessecador.

6.Método de análise e equipamento usado: As amostras são analisadas por Fluorescência de Raios-X em vácuo, usando um espectrômetro da marca Philips, modelo PW1480.

7.Limites de Detecção:

Elemento	Limite de Detecção (%)	Limite Superior (%)
Al ₂ O ₃	0,01	90
CaO	0,01	60
Cr ₂ O ₃	0,01	60
Fe ₂ O ₃	0,01	100
K ₂ O	0,01	15
MgO	0,01	45
MnO	0,01	70
Na ₂ O	0,01	15
Nb	0,01	5
NiO	0,01	10
P ₂ O ₅	0,01	45
SiO ₂	0,01	100
Sn	0,01	5
Sr	0,01	20
Ta	0,01	5
TiO ₂	0,01	100
V	0,01	10
W	0,01	5
Y	0,01	15
Zr	0,01	5

* **Expressão dos resultados:** < 1,0%- dois decimais; > 1,0%- um decimal.

Fluorescência de Raios-X: Pó Prensado

1.Parâmetro(s) medido (s): Bário, Césio, Cloro, Gálio, Háfnio, Nióbio, Fósforo, Rubídio, Escândio, Estrôncio, Enxofre, Estanho, Tântalo, Tório, Tungstênio, Urânio, Ítrio, Zircônio.

2.Tamanho típico da amostra: 900 miligramas.

3.Tipo de amostra aplicável: Minérios, minerais, rochas, solos, e sedimentos.

4.Técnica de preparação utilizada: Amostras pulverizadas e homogêneas são secas em estufa a 110°C, por um mínimo de uma hora, e esfriadas em um dessecador. Novecentos miligramas de amostra e cem miligramas de ácido bórico são pesados e transferidos para um gral de ágata, onde ocorre a homogeneização. A mistura é prensada a uma pressão de 250KN. As pastilhas são levadas para análise por Fluorescência de Raios-X.

5.Preservação da amostra: Até a leitura, as pastilhas são embaladas em sacos plásticos e guardadas em um dessecador.

6.Método de análise e equipamento usado: As amostras são analisadas por Fluorescência de Raios-X em vácuo, usando um espectrômetro da marca Philips, modelo PW1480.

7.Limites de Detecção:

Elemento	Limite de Detecção (ppm)	Limite Superior (ppm)
Bário	20	5000
Césio	10	5000
Cloro	20	5000
Gálio	5	5000
Háfnio	5	5000
Nióbio	5	5000
Fósforo	10	5000
Rubídio	5	5000
Escândio	10	5000
Estrôncio	1	5000
Enxofre	50	5000
Estanho	5	5000
Tântalo	10	5000
Tório	5	5000
Tungstênio	15	5000
Urânio	15	5000
Ítrio	5	5000
Zircônio	10	5000

*** Expressão dos resultados sem decimais.**

ICP: Análise de Elementos Terras Raras

1. Parâmetro(s) medido (s): Cério, Disprósio, Érbio, Európio, Gadolínio, Hólmio, Lantânio, Lutécio, Neodímio, Samário, Itérbio.

2. Tamanho típico da amostra: 1,5 gramas – 3,0 gramas.

3. Tipo de amostra aplicável: Silicatos, fosfatos e carbonatos para estudos petrogenéticos.

4. Técnica de preparação utilizada: Amostras pulverizadas e homogêneas são pesadas em cadinhos de teflon. As amostras são “digeridas” em uma combinação de solução de ácidos nítrico, perclórico e fluorídrico. Depois de levadas a seco, as amostras são retomadas com ácido clorídrico e os sais são dissolvidos. Os elementos terras raras são concentrados usando um processo de troca iônica.

5. Preservação da amostra: Nenhum requisito.

6. Método de análise e equipamento usado: As amostras são analisadas por espectrometria de Plasma, usando um espectrômetro da marca ARL, modelo 35000.

7. Limites de Detecção:

Elemento	Limite de Detecção (ppm)	Limite Superior (ppm)
Cério	1	1000
Disprósio	0,1	1000
Érbio	0,05	1000
Európio	0,05	1000
Gadolínio	0,2	1000
Hólmio	0,05	1000
Lantânio	0,5	1000
Lutécio	0,03	1000
Neodímio	0,5	1000
Samário	0,1	1000
Itérbio	0,05	1000

* **Expressão dos resultados:** dois decimais.

ICP Multielementar: Digestão Total da Amostra

1.Parâmetro(s) medido (s): Alumínio, Antimônio, Arsênio, Bário, Berílio, Bismuto, Cádmio, Cálcio, Chumbo, Cobalto, Cobre, Cromo, Escândio, Estanho, Estrôncio, Ferro, Fósforo, Lantânio, Lítio, Magnésio, Manganês, Molibdênio, Níquel, Potássio, Prata, Sódio, Titânio, Tungstênio, Vanádio, Ítrio, Zinco, Zircônio

2.Tamanho típico da amostra: 0,5 gramas.

3.Tipo de amostra aplicável : Minérios, minerais, rochas, solos e sedimentos.

4.Técnica de preparação utilizada: Amostras pulverizadas e homogêneas são pesadas em cadinhos de teflon. As amostras são “digeridas” em uma combinação de ácidos clorídrico, nítrico, perclórico e fluorídrico e levadas a seco. Após este processo, as amostras são retomadas com água régia, esfriadas e avolumadas em tubos de ensaios ou frascos plásticos aferidos e enviadas para leitura por ICP/OES.

5.Preservação da amostra: Não se aplica

6.Método de análise usado: As amostras são analisadas por Espectrometria de Plasma por Indução.

8.Limites de Detecção:

Elemento	Limite de Detecção	Limite Superior	Expressão de Resultados
Alumínio	0,01%	10%	decimais
Antimônio	8ppm	5000ppm	nenhum decimal
Arsênio	8ppm	5000ppm	nenhum decimal
Bário	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Berílio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Bismuto	20ppm	5000ppm	nenhum decimal
Cádmio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Cálcio	0,01%	10%	decimais
Chumbo	8ppm	5000ppm	nenhum decimal
Cobalto	8ppm	5000ppm	nenhum decimal
Cobre	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Cromo	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Escândio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Estanho	20ppm	5000ppm	nenhum decimal
Estrôncio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Ferro	0,01%	10%	decimais
Fósforo	0,01%	10%	decimais
Lantânio	10ppm	5000ppm	nenhum decimal
Lítio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Magnésio	0,01%	10%	decimais
Manganês	0,01%	10%	decimais
Molibdênio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Níquel	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Potássio	0,01%	10%	decimais
Prata	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Sódio	0,01%	10%	decimais
Titânio	0,01%	10%	decimais
Tungstênio	20ppm	5000ppm	nenhum decimal
Vanádio	8ppm	5000ppm	nenhum decimal
Ítrio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Zinco	3ppm	5000ppm	nenhum decimal
Zircônio	3ppm	5000ppm	nenhum decimal

Fire Assay: Determinação de Au, Pt e Pd em sólidos

1. Parâmetro(s) medido (s): Ouro, Platina, Paládio.

2. Tamanho típico da amostra: 30gramas e 50gramas.

3. Tipo de amostra aplicável : Minérios, solos, rochas, testemunhos de sondagem e sedimentos.

4. Técnica de preparação utilizada:

Pilotos

As amostras piloto são analisadas a fim de determinar o fluxo correto para proceder às análises, determinando o tamanho do chumbo a ser produzido.

Pesagem

Os pesos das amostras são escolhidos com base na composição da amostra, no teste piloto e no limite de detecção requerido.

Fusão e Copelação

Transferir as amostra para sacos plásticos contendo o peso de fluxo pré-determinado. Adicionar as quantidades necessárias de fubá e/ou nitrato a partir dos dados obtidos no teste piloto. Adicionar AgNO_3 . Fundir a mistura por aproximadamente 1 hora a 1150°C . Remover do forno e vaziar o fundido para coquilhas de ferro. Separar a escória do botão de chumbo. Transferir os botões de chumbo para as copelas previamente aquecidas. “Copelar” por aproximadamente 1 hora a $950\pm 25^\circ\text{C}$, assegurando-se de que todo o chumbo tenha sido oxidado. Remover do forno e introduzir as pérolas obtidas em tubos de ensaio.

Digestão Ácida

As pérolas são digeridas com água régia e levadas para leitura em Espectrofotômetro de Absorção Atômica.

5. Limites de Detecção: 10 ppb para amostras de 30 gramas e 5 ppb para amostras de 50 gramas.