

RELATÓRIO DE ANÁLISES DIFRAÇÃO DE RAIOS X E FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X

Goiânia, 08 de março de 2019

1. SOLICITANTE

Empresa: Pedreira Goiás LTDA (Mineragro)

A/C: Neri Marcante

E-mail: mineragro.agrominerais@gmail.com; edersmartins2018@gmail.com

2. AMOSTRAS RECEBIDAS

1. *Biotita Xisto*

**nomenclatura adotada pelo usuário*

3. SUMÁRIO

4. MÉTODOS.....	1
4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS	1
4.1.1. Método de preparo para análise de mineralogia por difração de raios X.....	1
4.1.2. Método de preparo de amostra para análise dos óxidos maiores espectrometria de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado	1
4.2. TÉCNICAS ANALÍTICAS	2
4.2.1. Difração de Raios X.....	2
4.2.2. Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado	2
5. ELABORAÇÃO E EQUIPE TÉCNICA	3
6. RESULTADOS	3
6.1. Mineralogia por Difração de Raios X	4
6.1.1. BIOTITA XISTO.....	4
6.2. Geoquímica por espectrometria ótica com plasma indutivamente acoplado.....	5

4. MÉTODOS

4.1. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

4.1.1. Método de preparo para análise de mineralogia por difração de raios X

A amostra foi inicialmente seca em estufa a 105°C por 12 horas.

Para a redução da granulometria, a amostra foi pulverizada em moinho planetário de bolas (ágata). Em seguida a amostra foi montada em porta amostras do tipo *backload* e levada ao equipamento para a coleta do difratograma.

4.1.2. Método de preparo de amostra para análise dos óxidos maiores espectrometria de emissão atômica por plasma indutivamente acoplado

A amostra foi inicialmente seca em estufa a 105°C por 12 horas.

Para determinação da perda na ignição (LOI) ou ganho na ignição (GOI), a amostra foi calcinada a 1000°C por 5 horas. Uma alíquota de 1g de amostra previamente calcinada foi fundida com 9g de tetraborato de lítio.

A pérola fundida foi macerada em gral de ágata até formar um pó fino. O pó resultante foi dissolvido em solução de HNO₃ 5% e posteriormente a solução foi diluída de modo a obter um teor de sólidos de dissolvidos de 1% para análise.

4.2. TÉCNICAS ANALÍTICAS


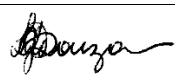


4.2.1. Difração de Raios X

A medida de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro *Bruker D8 Discover*. Utilizou-se radiação monocromática de um tubo com anodo de cobre acoplado a um monocromador *Johansson* para K α 1 operando em 40kV e 40mA, configuração Bragg-Brentano θ - 2θ , detector unidimensional *Lynxeye*[®], 2θ de 5° a 100° e passo de 0,02°. A amostra foi mantida em rotação de 15 rpm. A composição e proporção modal foi obtida pelo método de Rietveld, utilizando o software *TOPAS*[®] Versão 4.2, em que se baseia no ajuste de uma composição calculada ao difratograma experimental.

4.2.2. Espectrometria de Emissão Atômica por Plasma Indutivamente Acoplado

As medidas de concentração foram realizadas por Espectrometria de Emissão Ótica com fonte de Plasma (ICP-OES) modelo *PerkinElmer Optima 8300*. A análise foi realizada utilizando uma potência de indução do plasma de 1450 W com fluxo de argônio de 15 L/min utilizando visualização axial. Para realizar a calibração, utilizou-se padrões de rocha com diferentes concentrações dos elementos de interesse para realizar o método de calibração externa.

5. ELABORAÇÃO E EQUIPE TÉCNICA

 Ma. Flávia Carneiro Gonçalves <i>Espectrometria de ICP-OES</i>
 Ma. Flávia Gomes de Souza <i>Difração de Raios X</i>
 Dr. Vinicius Ferraz Guimarães <i>Supervisão Técnica</i>
 Prof. Dr. José Affonso Brod <i>Coordenação</i>

6. RESULTADOS

A nomenclatura da amostra foi seguida conforme rótulo original da amostra. O resultado da análise de difração de raios X está apresentado na figura 1, com a proporção modal da mineralogia exibida na tabela 1. Fases minerais minoritárias presentes em concentrações da ordem de 0,5% ou menores estão abaixo do limite de quantificação da técnica utilizada (<LQ). O resultado da análise química para os óxidos maiores obtidos por emissão óptica com plasma indutivamente acoplado estão reportados em base úmida na tabela 2.

6.1. Mineralogia por Difração de Raios X

6.1.1. BIOTITA XISTO

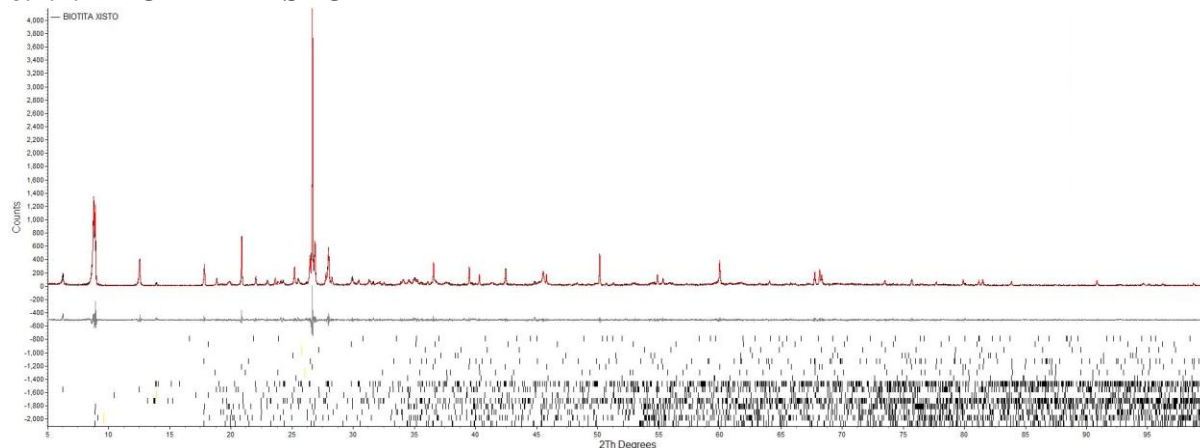


Figura 1 - Difratoograma da amostra *Biotita Xisto*, com o refinamento Rietveld, usando o programa Topas 4.2. A curva pontilhada em preto corresponde ao difratograma medido, a curva em vermelho ao difratograma calculado. O parâmetro de qualidade de ajuste, nesse caso, foi $GOF = 1,75$.

Tabela 1 - Determinação da proporção modal das fases minerais cristalinas pelo método de Rietveld da amostra *Biotita Xisto*.

Análise Quantitativa pelo Método de Rietveld	
<i>Biotita Xisto</i>	
Mineral	%
Ilmenita	< LQ
Goethita	< LQ
Hematita	1,48
Magnetita	< LQ
Microclíneo	1,44
Anatásio	< LQ
Rutilo	< LQ
Muscovita	29,05
Clorita	10,06
Biotita	9,24
Quartzo	25,30
Oligoclásio	21,53
Apatita	0,52

(<LQ) = Proporção abaixo do limite quantificável.

6.2. Geoquímica por espectrometria ótica com plasma indutivamente acoplado.

Tabela 2 - Análise química dos óxidos maiores analisados.

Óxidos Analisados (%)	AMOSTRA ANALISADA
	BASE ÚMIDA
	<i>Biotita Xisto</i>
SiO₂	57,13
TiO₂	1,09
Al₂O₃	18,54
Fe₂O₃	7,80
MnO	0,06
MgO	3,67
CaO	1,17
Na₂O	1,71
K₂O	3,93
P₂O₅	< LQ
LOI (%)	2,93
Soma (%)	98,03

(<LQ) = Abaixo do limite quantificável.