2. MÉTODOS DE TRABALHO

Com a finalidade de se alcançar os objetivos descritos no item 1.2, as etapas de trabalho foram desenvolvidas da maneira como serão expostas, a seguir.

2.1 Pesquisa bibliográfica

Realizou-se uma pesquisa bibliográfica centrada na busca dos trabalhos executados preteritamente na região de Cajati, de trabalhos referentes à metalogenia granítica e sobre depósitos de metais raros conhecidos. Nesta etapa também foi consultado o mapa geológico na escala 1:50.000 (Vasconcelos *et al*. 1999), além de imagens de satélite obtidas pelo sensor ASTER (*Advanced Spaceborne Thermal Emission and Reflection Radiometer*) disponibilizados pela NASA. A base cartográfica utilizada corresponde a folha Rio Guaraú, na escala de 1:50.000 (IBGE 1987).

2.2 Etapa de campo

Realizou-se uma etapa de campo para a fase de amostragem. Nesta etapa foram coletadas doze amostras de rocha (granito e pegmatitos) e apenas um concentrado de mineral pesado no leito ativo da drenagem. Para as amostras de rocha, a quantidade de material variou entre 10 e 20 quilos. O volume máximo (20 kg) só foi coletado nos pontos onde se pretendia identificar e quantificar os minerais pesados presentes na rocha.

O trabalho de campo realizado na área permitiu a elaboração de um mapa onde estão localizados os afloramentos e amostras estudadas por geoquímica, análise de minerais pesados em lupa e análise em MEV-EDS (Fig. 2.1).

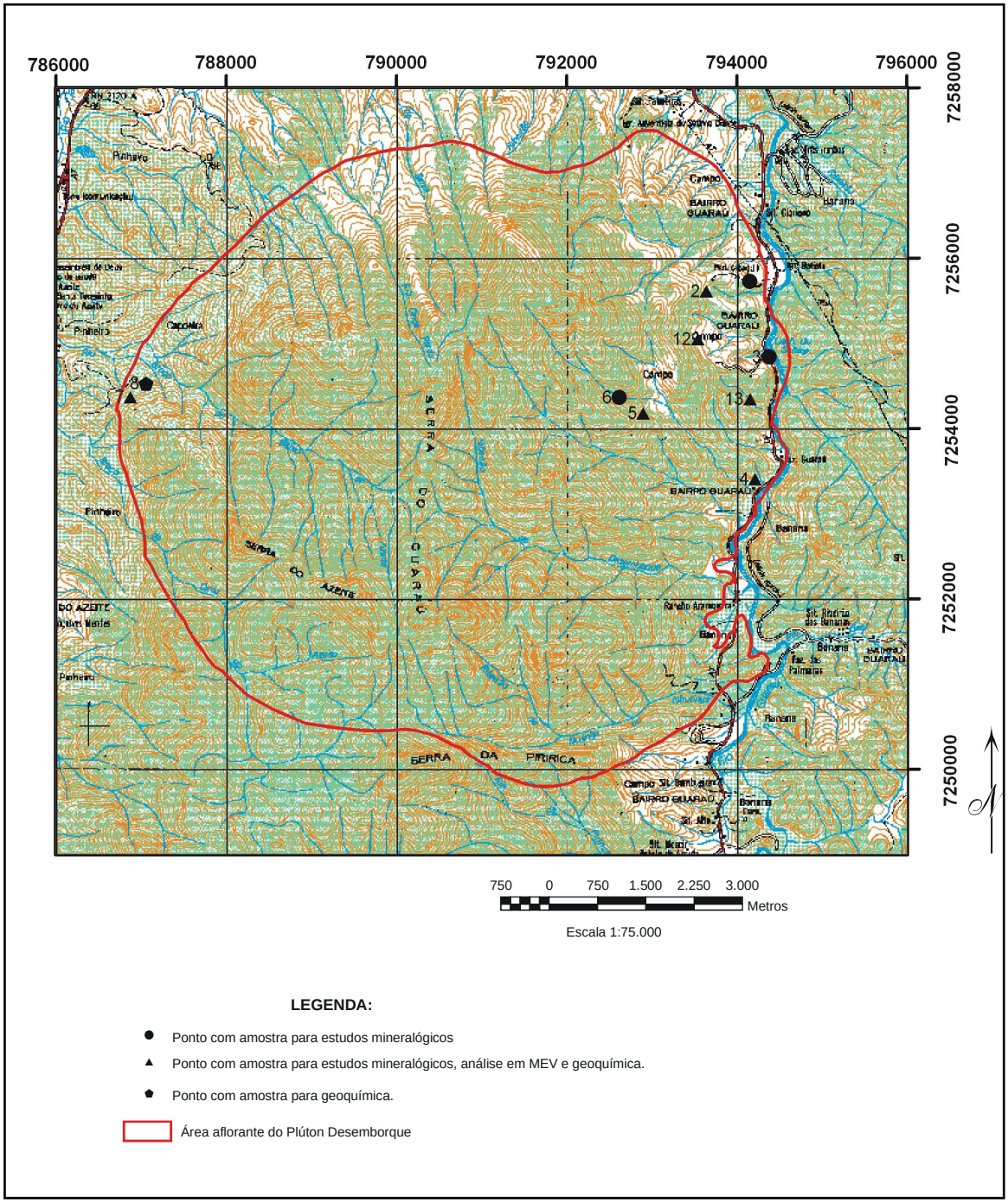

Figura 2.1. Mapa de amostragem com o contorno aproximado do Granito Desemborque.

2.3 Etapa de laboratório

2.3.1 Preparação de amostra

A etapa de laboratório, realizada no Laboratório Geológico de Preparação de Amostras (LGPA) da Faculdade de Geologia da UERJ (FGEL/UERJ), constou dos seguintes procedimentos:

- Preparação dos concentrados de minerais pesados das amostras do Granito Desemborque e de corpos pegmatíticos. A preparação (Fig. 2.2) iniciou-se com a redução das amostras a fragmentos menores, aproximadamente 10 cm de tamanho máximo, com o uso de marreta. Estes fragmentos foram levados ao britador de mandíbulas e reduzidos a fragmentos de mais ou menos 1,5 cm de tamanho. Esse material foi rebritado sucessivamente até a obtenção de um pó de rocha, com granulometria < 1,0 mm. Todo o material passou por um processo de lavagem para a remoção das partículas muito finas (deslamagem), após o que foram bateadas para obtenção de um concentrado de minerais pesados.

O concentrado, após secagem em estufa, teve a magnetita retirada através do imã de mão e guardada separadamente. As amostras, já sem a magnetita, foram em seguida processadas no bromofórmio (densidade 2,89), sendo os minerais menos densos (leves) descartados. O material mais denso, depois de lavado com álcool e seco em estufa, foi submetido a separações eletromagnéticas no separador Frantz. As amperagens (para separação dos minerais paramagnéticos) utilizadas neste aparelho foram: 0,3A, 0,4A, 0,5A, 0,6A, 0,8A e 1,8A. Restando, por fim, a fração não magnética. Após essas etapas, as amostras encontravam-se prontas para as análises em lupa binocular. Separou-se, então, os minerais de interesse (grãos de columbita, cassiterita e zircão) para a confecção de seções polidas, que foram posteriormente submetidas a análises em MEV/EDS que serão descritas a seguir.

- Confecção de lâminas polidas (13) para estudos em MEV-EDS dos minerais de interesse à pesquisa. Para a seleção das lâminas que contivessem os minerais a serem analisados (principalmente a columbita), utilizou-se o microscópio petrográfico Karl Zeiss, equipado com lentes binoculares de 10 vezes de aumento, associadas a lentes objetivas de 2,5 a 40 vezes de aumento e lupa binocular. Com o intuito de compreender melhor a relação entre a columbita e os demais minerais petrográficos do granito, selecionou-se para análise somente quatro lâminas polidas correspondentes aos pontos RG-06-04, RG-06-07, RG-06-02 e RG-06-12G.

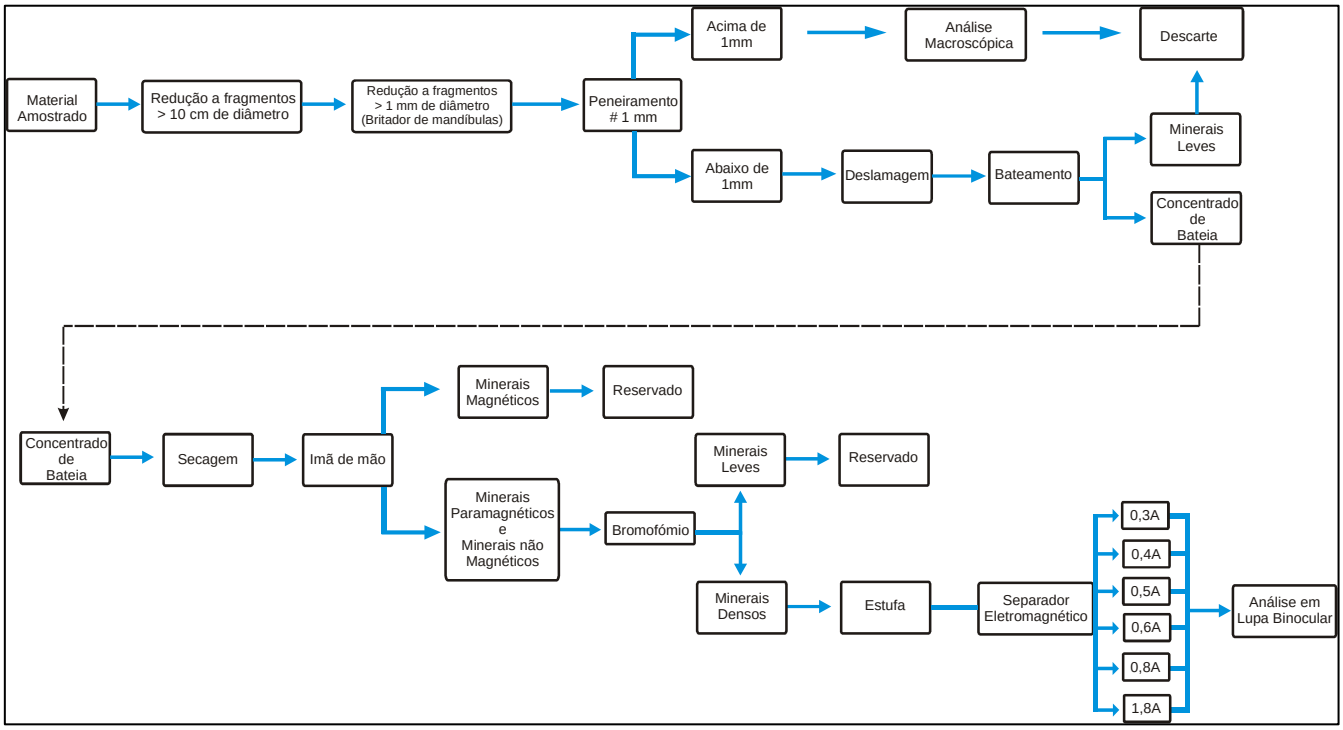

Figura 2.2. Fluxograma da preparação de concentrados de minerais pesados.

2.3.2 Métodos analíticos

Os métodos analíticos utilizados para o estudo geoquímico e de química mineral das amostras do Granito Desemborque foram a fluorescência de raio-x e ICP-MS para as análises de rocha total e o microscópio eletrônico de varredura para as microanálises minerais.

2.3.2a Química Mineral

As análises em MEV-EDS foram efetuadas em amostras de columbita, cassiterita, zircão e demais minerais interessantes (minerais de ETR) do ponto de vista econômico ou metalogênico contidas em seções e lâminas polidas.

As seções e lâminas polidas foram recobertas com carbono e analisadas por microscopia eletrônica de varredura, com microanálise pontual por dispersão de energia (EDS), no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ, e no Centro de Tecnologia Mineral (CETEM/MCT).

Na COPPE foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss DSM940A, equipado com sistema de microanálise química da iXRF, com detector de SiLi Link Pentafet, janela SUTW MET4, de resolução de 133 eV a 5,9 keV. A quantificação dos elementos foi realizada em modo semiquantitativo sem padrões.

No CETEM O equipamento utilizado (LEO S440) possui acoplado um sistema de microanálise EDS Link ISIS L300, detector de SiLi Link Pentafet, janela ultrafina ATW II, de resolução de 128 eV a 5,9 keV. A quantificação dos elementos foi realizada pelo programa SEMQUANT, da suíte Oxford ISIS L300. As análises semiquantitativas por EDS foram calibradas a partir de padrões de cobalto de pureza 99,995% analisadas a cada hora, de forma a eliminar ou minimizar os efeitos de flutuação na intensidade do feixe. As curvas para todos os elementos analisados foram adquiridas de padrões certificados, em condições idênticas às das análises.

Em ambos os equipamentos, a tensão de aceleração de elétrons de todas as análises foi 20 kV, o tempo de aquisição de espectro para os padrões (no CETEM) e para cada análise foi de 100 segundos e o limite de detecção varia entre 0,1 e 0,5%. Oxigênio foi calculado por estequiometria (como O^{-2}).

As imagens do MEV foram geradas predominantemente por detector de elétrons retro-espalhados (*backscatter electrons detector - BSD*), no qual os níveis de cinza são proporcionais ao peso atômico médio dos elementos excitados pelo feixe de elétrons durante a varredura, sendo, portanto, imagens composicionais com os tons mais claros representando as fases de peso atômico médio mais elevado e as com tons mais escuros, as de peso atômico médio menos elevado. A resolução da microanálise por EDS é da ordem de 1 μm de raio em superfície e em uma profundidade da ordem de 1,5 a 5 μm, dependendo da densidade do material, no ponto analisado.

Todas as análises de elementos ou substâncias analisadas em MEV/EDS citadas nos próximos capítulos apresentam-se em porcentagem em peso e, portanto, doravante, não mais será feita referência a esse fato.

2.3.2b Química de rocha total

As análises químicas de rocha total foram efetuadas em treze amostras, para a determinação dos elementos maiores (SiO_2, TiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3t, MnO, MgO, CaO, Na_2O, K_2O e P_2O_5) e alguns traços (Rb, Ba, Sr, Nb, Zr, Y, Ga,) tendo sido quatro delas selecionadas e dosadas para elementos terras raras (La, Ce, Nd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ho, Yb, Lu).

As análises de rocha total foram efetuadas no Laboratório de Fluorescência de raios X do Departamento de Geologia, do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Rio de Janeiro, através de espectrômetro de fluorescência de raios X Philips PW2400, com tubo de Rh. A perda ao fogo foi obtida através da obtenção do peso da amostra antes e depois da

mesma ser aquecida a 950°C por meia hora. Os elementos maiores foram detectados a partir da fusão de 1,2g de pó do material com tetraborato de lítio. Os elementos traços foram determinados em 7g do pó da amostra, prensada com 1g de aglutinante wax. Os elementos terras raras foram analisados no laboratório Acme (Analítica Laboratórios Ltda, Vancouver, Canadá) por meio de equipamento ICP-MS, onde os teores de ETR foram obtidos a partir da fusão de 0,5g de amostra com $LiBO_2$.

2.4 Redação final da dissertação

Após as etapas de campo e laboratório foi efetuada a consolidação e interpretação dos dados obtidos. Embasado nesses dados (oriundos da literatura e nos adquiridos) chegou-se, assim, às discussões/considerações finais e às conclusões da presente dissertação.