

# QUANTIFICAÇÃO DE FASES MINERAIS PELO MÉTODO DE RIETVELD PARA AVALIAR A EFETIVIDADE DO PROCESSO DE SEPARAÇÃO DE MINERAIS EM GRÃO.

*Torres, J.S.; Salazar, A.F.; Andrade, F.R.D.; Vlach, S.R.F.*

Departamento de Mineralogia e Geotectônica, Instituto de Geociências, Universidade de São Paulo

A quantificação mineralógica em rochas pode ser efetuada com base na análise de espectros de difração de raios X (DRX) de material pulverizado. O método clássico, baseado na intensidade das linhas de difração (picos) das fases e em curvas de calibração, apresenta limitações devido à superposição de picos das distintas espécies minerais, à absorção seletiva e da distribuição granulométrica do pó, além de ser semi-quantitativo. O método de Rietveld, embasado na minimização por iteração das diferenças entre espectros experimentais e teóricos, permite quantificações bem precisas. Como parte das etapas de preparação de materiais de partida para experimentos de fusão de rochas naturais em aparato pistão-cilindro, o método foi utilizado para controlar alíquotas com diferentes proporções de minerais formadores de rocha e de acessórios de amostras naturais de biotita-hornblenda-monzogranito e biotita-anfibolito.

As amostras foram britadas, quarteadas e moidas no intervalo entre 150 e 250 *meshes*. Duas alíquotas de rocha total foram separadas, enquanto uma outra, maior, foi utilizada para a separação adicional em quatro frações distintas: uma fração ferromagnética, separada com imã de mão, contendo Mag, Ilm e Hem, uma fração paramagnética, obtida com separador isodinâmico Franz sob corrente indutora de 0,5 A, que concentra principalmente Hbl e Bt em relação às fases diamagnéticas, as quais posteriormente foram separadas com métodos densimétricos em uma fração contendo Kfs, Pl e Qtz e outra concentrando minerais acessórios (Ap, Ttn, Aln, Zrn, Ep e algum sulfeto). Espectros para todas as alíquotas/frações separadas foram coletados em difratômetro *Bruker Modelo D8 Advance Da Vinci*, com detector Lynxeye, óptica Twin-Twin e radiação Cu K $\lambda$ . O tratamento dos dados e conversões para porcentual em peso das fases minerais caso foram efetuados com o *software HighScore Plus vs. 3.1 da PANalytical*, através do refinamento de parâmetros globais, específicos e instrumentais, de acordo com procedimentos já descritos por outros autores. A qualidade do refinamento e dos resultados é avaliada por indicadores estatísticos de ajuste dos difratogramas.

Os resultados demonstram que nenhuma das frações é pura e que a separação dos minerais acessórios é sempre a mais crítica, já que contém quantidades significativas de minerais de outras frações. Explica-se este fato, em parte, pelo fenômeno de arrasto, mas também pelo fato de que certos minerais podem conter remanência e exibir histerese, fatores que, aliados a presença de quantidades variáveis de Fe<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> ou Mn<sup>3+</sup> na estrutura, conduzem a um comportamento paramagnético, caso por exemplo de feldspatos. Determinações modais precisas para as fases minerais foram obtidas ao microscópio petrográfico e convertidas em porcentuais em peso, e mostram uma correlação excelente para os minerais formadores de rocha, com erro absoluto inferior a 5 % em todos os casos. O limite de detecção do método é da ordem de 1% em peso o que torna a análise dos minerais acessórios menos abundantes mais restrita. Fases que apresentam metamictização significativa, caso da Aln, não podem naturalmente ser quantificadas. Apoios CAPES, CNPq, e GeoAnalítica USP.

**PALAVRAS CHAVE:** Quantificação frações minerais, método de Rietveld, DRX