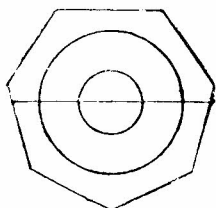


M. A. — D. P. E. A.

INSTITUTO DE PESQUISAS E EXPERIMENTAÇÃO AGROPECUÁRIAS DO NORTE

DETERMINAÇÃO DOS MINERAIS
POR ANÁLISE QUÍMICA
QUALITATIVA

ANDRÉ CHRISTIAN PERRUSET



Professor de Geoquímica da Universidade Federal do Pará

INGÉNIEUR DIPLOMÉ DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE GÉOLOGIE

DIPLOMÉ D'ÉTUDES APPROFONDIES DE GÉOLOGIE NUCLEIARE



Outubro de 1967

Belém-Pará-Brasil

00267
1967
FL-PP-00267

EMBRAPA

M.A.

INSTITUTO DE PESQUISAS E EXPERIMENTAÇÃO AGROPECUÁRIAS DO NORTE

DETERMINAÇÃO DOS MINERAIS

POR ANÁLISE QUÍMICA

QUALITATIVA

por

ANDRÉ CHRISTIAN PERRUSET

Professor de Geoquímica da Universidade Federal do Pará
INGÉNIEUR DIPLOMÉ DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE GÉOLOGIE
DIPLOMÉ D'ÉTUDES APPROFONDIES DE GÉOLOGIE NUCLEAIRE

Belém - Pará - Brasil

- 1967 -

I N T R O D U Ç Ã O

Esta publicação fornece um método de determinação rápida de minerais.

É dada a seguir, com a maior minúcia possível, a marcha do processo que conduz à identificação dos principais elementos químicos.

Complementarmente, também podem ser determinados todos os elementos que o mineral ou a rocha pode conter.

O objetivo principal desta publicação é o de oferecer aos que se interessam pela pesquisa químico-analítica de minerais e rochas, uma coletânea de métodos rápidos, que possibilitem uma análise primária desses materiais.

INSTRUMENTAL DE ANÁLISE

- 1 . - Maçarico de boca
- 2 - Cadinho de ferro (ou níquel)
- 3 - Cadinho de silício
- 4 - Bico do Bunsen e gás
- 5 - Gral de ágata
- 6 - Fio de platina
- 7 - Imã
- 8 - Bússola
- 9 - Tubos de vidros (diâm: 4 - 6mm)
- 10 - Lâmpada ultra - violeta

PRODUTOS QUÍMICOS

$\text{CO}_3 \text{Na}_2$, p.a

$\text{S}_2 \text{O}_3 \text{Na}_2$, p.a

$\text{SO}_4 \text{KH}$, p.a

Borax, p.a

Carvão

$(\text{COOH})_2 \text{Pb}$, p.a

$(\text{NO}_3)_2 \text{Co}$, p.a

$(\text{COO})_2 \text{K}_2$, p.a

$(\text{COO})_2 (\text{NH}_4)_2$, p.a

$(\text{NH}_4)_2 \text{MoO}_4$, p.a

Água destilada

NaOH , em lentilhas, p.a

H_2O_2 , 10 vol O_2 , p.a

ClH (12 N)

NO_3H (8 N)

SO_4H_2 (4N)

KCN , p.a

Zn metálico

Sn metálico

$\text{PO}_4\text{NaH} (\text{NH}_4) \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, p.a

A TESTES POR VIA SÉCA

I TUBO FECHADO

Operar com um tubo fechado de cêrca de 8 cm de comprimento
(diâm. 4 - 6 mm)

A amostra deverá ser finamento triturada, por meio de um gral
de ágata, até obter-se uma boa homogeneização

a - AMOSTRA PURA

- 1 - Decrepitação = barytina, anglesita,
cerusita, aragenita,
(blenda), fluorita, calcita
- 2 - Mudança de côr
 - Temporária : Hematita, zincita, que,
após o resfriamento,
adquirem a côr original
 - Definitiva : limenita (castanho)
malachita (castanho)
azurita (preto)
- 3 - Presença da água : gipsita e todos os seus sais hidratados
- 4 - Presença de compostos orgânicos =
 - gases combustíveis
 - matéria orgânica
 - resinas



5 - Sublimação com mudança de cor: ~~vermelho a preto~~; cinábrio

- 6 - Fusão
- sulfetos (estibina)
 - teluretos
 - sulfo - antimoniosos
 - sulfo - arseniosos

7 - Presença de substâncias voláteis provenientes da decomposição mineral.

- Enxofre = anel castanho, viscoso a quente, amarelo a frio, odor de SO_2 : polisulfetos instáveis (ex: pirita).
- Arsênico = espelho na parte média do tubo, depósito branco no tubo, depósito branco na parte superior, odor de alho: arsênico nativo, arseniosos -
- Enxofre e Arsênico = os dois se combinam para dar uma cor amarela ou vermelha (orpimento, Realgar): sulfatos de arsênico, sulfo-arseniosos

b - Amostra e CO_2 Na₂

Mercúrio = o cinábrio dá gotículas de mercúrio metálico (redução)

c - Amostra e $Na_2 S_2 O_3$

(Teste de sulfuração com hiposulfito)

- No caso de amostra escura, este teste não deve ser realizado.
- Sulfurosos pretos = Au, Pt, Cu, Ag, Hg, Fe, Ni, Co, Pb, Bi
- Sulfurosos amarelos = As, Sn, Sb

- Sulfurosos vermelhos: Cd a quente
- Sulfurosos verdes claros : Mn
- Sulfurosos brancos : Ti, Zn, alcalinos
Alcalino - terrosos

d - Mostra e SO₄ HK

Em primeiro lugar, aquecer o bisulfato para perder a água

1 - Desprendimento de gases

- _____ H₂ S = sulfetos
- _____ ClH = cloretos
- _____ HF = fluoreto

2 - Deixar o tubo esfriar, parti-lo;

Colocar sobre os fragmentos um pouco de H₂ SO₄ diluido e, depois, uma gota de H₂ O₂ - coloração amarela: Ti, Mo, V-

- _____ Esta coloração desaparece com o excesso de H₂ O₂ = V
- _____ Esta coloração desaparece com a adição de F Na = Ti

II . TUBO ABERTO

Fazer aquecimento do mineral bem reduzido a pó.

- _____ Desprendimento do SO₂: sulfetos
- _____ Anel branco de As₂ O₃ fácil de movimentar dentro do tubo.
- " " de Sb₂ O₃ difícil de movimentar dentro do tubo.
- _____ e SO₂ = sulfo - arseniosos
 sulfo - antimoniosos

III. TESTES COM CARVÃO

Introduzir a amostra num pequeno orifício feito num pedaço de carvão vegetal.

a - Amostra pura

___ Auréola branca formada distante do orifício, fácil de movimentar; chama pálida; arseniosos.

___ Auréola branca formada distante do orifício, difícil de movimentar ; antimoniosos

b - Amostra com CO_3 , Na_2

1 - Redução no estado metálico

- bola branca maleável, brilhante: Ag

- bola amarela, maleável, brilhante: Au

- palhetas susceptíveis de ser atraídas pelo ímã: Fe, Ni, Co.

- esponja vermelha e castanha : Cu

2 - Redução no estado metálico e auréola

- Auréola branca, fumça; bola dura; Sb

___ Auréola amarela, bola maleável: Pb

___ Auréola amarela, bola dura e fusível: Bi

3 - Só Auréola

___ Auréola branca: As

___ Auréola amarela a quente, azul a frio: Zn

___ Auréola amarela a quente, azul na chama redutora = Mo

___ Auréola castanha : Cd

4 - Reação de "HÉPAR"

= Levar a massa fundida de carvão, triturar sobre uma placa de prata; adicionar gotas de água: forma-se uma mancha preta castanha: - sulfeto e sulfato.

- C - Amostra com Na_2CO_3 e $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$
Aquecer em chama oxidante
___ coloração verde: Zn
 coloração vermelha : Mn
___ massa azul infusível: Al (e possivelmente sais alcalino-terrosos)

- D - Amostra com K_2CO_3 : forte redução
___ Bola solúvel no HCl concentrado: Sn
___ Bola dura, pouco solúvel no HCl concentrado: Sb
___ Bola brilhante, inoxidável, solúvel no HNO_3 : Ag

- E - Amostra com CuO : chama azul, Cl

B - PÉROLA DE BÓRAX E FÓSFORO

Operar com um fio de platina na chama quente não luminescente do bico ou na chama redutora (deixar esfriar na parte azul da chama).

Operar com o resíduo do tubo aberto.

Examinar a cor da pérola depois do esfriamento.

- 1 - PÉROLA DE BÓRAX

CHAMA OXIDANTE	CHAMA REDUTORA	ELEMENTOS
INCOLOR	INCOLOR	Si, Al, Az
Incolor ou branco	Incolor ou branco	<u>Ba</u> , <u>Si</u> , <u>Ca</u> <u>Mg</u> , <u>Ir</u> , <u>Zn</u> , <u>Tn</u> Nb, Ta -
Incolor a branco	Violeta a branco	<u>Ti</u>
Incolor a branco	Azul	<u>W</u>
	Castanho opaco	<u>Me</u>
Verde amarelo palido	verde	<u>V</u>
Amarelo	Verde pálido a incolor	<u>U</u>
Amarelo	Verde pálido	<u>Fe</u>
Amarelo pálido a incolor	Cinza a incolor (teste prolongado)	<u>Zn</u> , <u>De</u> , <u>Bi</u> , <u>Ph</u> , <u>Sb</u>
Azul	Azul	<u>Ce</u>
Violeta vermelha	Incolor	<u>Mn</u>
Castanho vermelho	Cinza opaca	<u>Ni</u>
Verde	Vermelho	<u>Cu</u>

2 - PÉROLA DE FÓSFORO

$PO_4NaH(NH_4).4H_2O$ não dissolve a sílica, permanecendo somente uma carapaça silicosa em torno do fio de platina.

C - ENSAIO QUÍMICO

Amostra, bórax e $KHSO_4$: chama verde: F

Amostra, Na F e " " " " B

D - I - Ataque ácido

O ataque ácido deve ser feito a frio inicialmente, depois a quente, com ácidos diluídos a 50%.

a - HCl (6N) - com desprendimento de CO_2 (turva a água de $CaCl_2$) odor picante:

- carbonatos.

Carbonatos atacados a frio: calcita, aragonita,

" " a quente: smithsonita, cerusita, dolomita

(H_2S enegrece o papel impregnado de acetato de chumbo)

- Com desprendimento de Cl: óxido de Mn.

b - HNO_3 (8N): este ácido também ataca os carbonatos, com desprendimento de NO_2 (vapores marron) com presença de cobre nativo, arseniato, sulfato, antimoniato.

II - Fusão alcalina

Deve ser feita em cadinho de ferro ou de níquel.

Utilizar 5 a 10 vezes o peso da amostra de KOH e NaOH e NaOH; inicialmente aquecer devagar e depois bruscamente, para evitar as projeções de partículas.

deixar esfriar antes de adicionar água.

SÃO ATACÁVEIS :

- ___ Silicatos : a solução nítrica do molibdato de amônio dá uma coloração amarela de sílico molibdato com a solução de silicato.
- ___ Óxidos estáveis (espinelos, rutilo, nióbio - tantalatos)
- Sulfetos estáveis (baritina, celestina anglesita)
- Cromitas : são susceptíveis a um ataque alcalino oxidante (adicionar um pouco de KNO_3). Com adição de água, a solução adquire uma coloração amarela, característica dos cromatos.
Nesta solução o acetato de chumbo precipita o cromato amarelo de chumbo.

III - FUSÃO ÁCIDA

Deve ser realizada em cadinho de silício:

- tomar um peso de $KHSO_4$ correspondente a 10 vezes o peso da amostra.

São atacados :

- os óxidos mais refratários
- os niobo-tantalatos
- Fosfatos : uma solução nítrica de molibdato de amônio fornece, a frio, um precipitado amarelo.

REAÇÕES PARTICULARES

Bário : Chama verde (amarelo com contorno verde).

K_2CrO_4 precipita o bário nas soluções acéticas.

Cálcio : O oxalato de amônio precipita o oxalato de cálcio branco (meio acético quente).

- Manganês: Comprimir, por meio de um bastão de vidro quente, uma pastilha de NaOH sobre a amostra em pó = massa verde.
- Molibdênio: Aquecer o resíduo do cadinho de sílica, adicionar algumas gotas de ácido sulfúrico concentrado, uma gota de álcool, reaquecer: cor azul.
- Chumbo: Em solução acética KI precipita PbI_2 amarelo.
- Urânio: Precipitado de ferrocianeto castanho vermelho nas soluções clorídicas.
- Estrôncio: O K_2CrO_4 precipita Sr nas soluções neutras quentes, desprovidas do íon acético.
- Magnésio: Na solução com NH_4Cl e NH_4OH adicionar o fosfato de sódio: precipitado branco formado lentamente.
- Potássio: O $NaNO_2$ em meio acético dá uma solução de sais de potássio: precipitado amarelo cristalino.
- Níquel: a dimetilglioxima tamponada com ácido acético e acetato de amônio produz um precipitado escarlate.

TESTES CARACTERÍSTICOS DE ALGUNS MINERAIS

- 1) BAUXITA - $Al(OH)_3$ - $AlO(OH)$ - H_2SiO_3 - Água em tubo fechado - a rocha impregnada de uma gota de $Co(NO_3)_2$ e aquecida adquire coloração azul.
- 2) CAOLINITA - $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ - Com igual tratamento ao da bauxita colore-se em azul. Presença de mais que 30% de SiO_2 .
- 3) SYLVANITA - $(Au, Ag)Te_2$ - Um pouco da amostra pulverizada aquecida com H_2SO_4 concentrado, adquire coloração avermelhada (Te) - O ácido nítrico decompõe dando uma massa esponjosa avermelhada de ouro (Au), nesta solução o HCl forma um precipitado branco de $AgCl$.

- 4) ILMENITA - FeTiO_3 - Pérola magnética, depois de ensaio ao carvão com Na_2CO_3 e dissolvido com H_2SO_4 , ao ser adicionado H_2O_2 promove o aparecimento de cor amarela.
- 5) CASSITERITA - SnO_2 - Fragmentos do mineral tratados com HCl diluído e Zn metálico, a superfície de cassiterita é reduzida e forma-se uma película cinza que torna-se brilhante por frotagem.
- 6) URANINITA - (Pechblende) - UO_2 - Cor negra - Pérola ao fósforo de cor verde amarelado em chama oxidante e verde em chama redutora. As pérolas ao borax e ao fósforo são fluorescentes em luz ultra-violeta.
- 7) CULOMBO-TANTALITA - $(\text{Fe,Mn})(\text{Nb,Ta})_2\text{O}_6$ - Pérola ao borax solúvel em HCl - A solução efervescente com Sn metálico forma coloração azul (Nb) - Reação do manganês.
- 8) MILAQUITA - $(\text{Cu}_2(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2)$ - Verde - Solúvel em HCl com efervescência dando solução verde.
- 9) AZURITA - $(\text{Cu}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2)$ - Azul - Solúvel em HCl com efervescência dando solução azul.
- 10) BARITA - BaSO_4 - Chama verde - amarelada.
- 11) CELESTINA - SrSO_4 - Chama vermelha.
- 12) MONAZITA - $(\text{Ce, La, Y, Th})\text{PO}_4$ - Amarelo a Vermelho vinho - Teste de fosfato - Aquecer com H_2SO_4 concentrado, a solução após diluição com água e filtração, forma um precipitado de oxalato de terras raras com oxalato de amônio.
- 13) AUTUNITA - $\text{Ca}(\text{UO}_2)_2(\text{PO}_4)_2 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ - amarelo a verde pálido com fluorescência em luz ultra-violeta - Solúvel nos ácidos - Teste de fosfato.

- 14) CARNONITA - $K_2 (UO_2)_2 (VO_4)_2 \cdot 3H_2O$ - amarelo a amarelo esverdeado não fluorescente em luz ultra-violeta - Teste do vanádio - Solúvel nos ácidos.
- 15) WOLFRAMITA - $(Fe, Mn) WO_4$ - Negro a marron escuro - Reação do tungstênio e manganês.
- 16) SCHELITA - $CaWO_4$ - Branco, amarelo, verde cinza - Translúcido, fluorescente em luz ultra-violeta - Decompõe com HCl a quente e forma um resíduo amarelo de óxido de tungstênio. Se a esta solução juntar-se Sn metálico forma-se uma cor azulada, e posteriormente cinza.
- 17) ZIRCÃO - $Zn (SiO_4)$ - Translúcida, insolúvel - Aquecida fortemente brilha esfusiantemente com cor branca.
- 18) GARNIERITA - $(Ni, Mg) SiO_3 \cdot nH_2O$ - Cor verde maçã - aspecto terroso - a sílica separa-se por tratamento com ácido clorídrico - Teste do níquel.
- 19) GRONITA - $Cr_2O_3 \cdot FeO \cdot MgO$ - Pulverizado e misturado com $NaCO_3$ e $NaCO_3$ e Na_2O_2 (1:1) e fundida em cadinho de porcelana e depois resfriada, em contacto com algumas gotas de H_2SO_4 concentrado e 1 a 2 gotas de solução alcoolica do difenilcarbazida forma uma coloração violeta característica do cromo - Pérolas verdes - Fusão alcalina (Ver.)

- BIBLIOGRAFIA: - DANA'S MANUAL OF MINERALOGY
- FEIGL (SPOT TEST ON INORGANIC ANALYSIS)
- JURAIN - FUCHS (TRAVAUX PRATIQUES DE
L'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE
GEOLOGIE)
- G. SLATER (MINERALS AND ORES)