



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL  
MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA  
DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL

## DOSAGEM DE OURO

Série Tecnologia Mineral	nº 25	Seção Metalurgia Extrativa	nº 9	Brasília	1983
-----------------------------	-------	----------------------------	------	----------	------

**MINISTÉRIO DAS MINAS E ENERGIA**

Cesar Cals - Ministro de Estado

**DEPARTAMENTO NACIONAL DA PRODUÇÃO MINERAL**

Yvan Barretto de Carvalho - Diretor Geral

**DIVISÃO DE FOMENTO DA PRODUÇÃO MINERAL**

Manoel da Redenção e Silva - Diretor

**CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL**

Roberto C. Villas Bôas - Superintendente

Autores: Luiz Gonzaga S. Sobral\*  
Marcus granato\*\*

## DOSAGEM DE OURO

Execução e elaboração do trabalho pelo  
CENTRO DE TECNOLOGIA MINERAL — CETEM  
Através do convênio DNPM/CPRM

\* Eng<sup>o</sup> Químico, M.Sc. Eng. Metalúrgica  
e de Materiais, Eng<sup>o</sup> do CETEM  
\*\* Eng<sup>o</sup> Metalúrgico, Eng<sup>o</sup> do CETEM

Publicação do Departamento Nacional da Produção Mineral  
Setor de Autarquias Norte  
Quadra 01 – Bloco B – Telex (061)1116  
70000 – Brasília (DF) – Brasil

Copyright 1983  
Reservados todos os direitos  
Permitida a reprodução, desde que mencionada a fonte

Depósito Legal  
Biblioteca Nacional do Rio de Janeiro  
Instituto Nacional do Livro

Brasil. DNPM

Dosagem de ouro /Por/ Luiz G.S.Sobral /e/M.Granato.  
Brasília, 1983.

...p., il. (Brasil.DNPM.Ser.Tecnologia Mineral, 25.  
Seção Met. Extrativa,9)

"Trabalho executado pelo Centro de Tecnologia Mine  
ral, através do Convênio DNPM/CPRM".

Bibliogr.

1. Tecnologia Mineral - Brasil. I. Sobral, L.G.S.  
II. Granato, M. III. Centro de Tecnologia Mineral, Rio  
de Janeiro. IV. Título. V. Série.

RESUMO

ABSTRACT

1. INTRODUÇÃO.....	01
2. MÉTODOS DE ANÁLISE.....	03
2.1 - Análise de toque.....	03
2.2 - Análise química por via úmida.....	05
2.3 - Análise com ensaio por fusão ("fire assay") e co pelação.....	07
2.4 - Análise por espectrografia de emissão ótica.....	08
2.5 - Análise com raios X (fluorescência e difração)..	08
2.6 - Análise por espectrofotometria de absorção atô mica.....	09
2.7 - Análise por ativação de nêutrons.....	11
2.8 - Métodos eletroanalíticos.....	11
3. ANÁLISE DE MATERIAIS CONTENDO OURO.....	14
3.1 - Análise de minérios concentrados.....	14
3.2 - Soluções cianetadas e líquidos em geral.....	16
3.3 - Análise de "bullions" e outras ligas de ouro....	19
3.4 - Análise de ouro de alta pureza.....	20
4. BIBLIOGRAFIA.....	21

## RESUMO

Este trabalho tem por objetivo expor os diversos métodos de análise na dosagem de ouro, tendo em vista a necessidade da aferição do conteúdo deste metal em suas diversas procedências (minérios, aluviões, fontes secundárias, soluções e produtos finais) e as dificuldades inerentes à existência de interferentes que, dependendo da sua natureza, podem ditar a rota de análise a seguir.

## ABSTRACT

The objective of this work is to expose the different methods of assaying gold, in view of the necessity of checking the content of this metal in its various sources (ores, placers, secondary sources, gold solutions, and final products) and the troubles inherent to the existence of interfering elements which, depending on their nature, may dictate the route of analysis to be followed.

## I. INTRODUÇÃO

Fatores variados da conjuntura mundial resultaram num aumento substancial dos preços do ouro e da prata no mercado, gerando uma corrida vertiginosa à prospecção, mineração e refino desses metais.

Este tipo de mobilização gera interesse crescente numa gama de assuntos relacionados ao problema. Entre eles, a dosagem do ouro tem uma participação marcante, tendo em vista a necessidade da aferição do conteúdo desse metal em suas diversas procedências ( minérios, aluviões, fontes secundárias, soluções e produtos finais ) e as dificuldades inerentes à existência de interferentes que, dependendo da sua natureza, podem ditar a rota de análise a seguir.

A amostragem do material a analisar é uma etapa prévia que apresenta uma importância capital, em vista da representatividade dos valores a serem obtidos na análise química. Podemos subdividir a amostragem em duas classes principais: amostragem de minérios, concentrados e aluviões; e amostragem de "bullions", sucatas e produto final.

No primeiro caso, é necessário possuir uma amostra principal ou global obtida por técnicas envolvendo: sondagem, canal em trincheiras, poços ou galerias, amostragens em pilhas de rejeitos ou minérios, vagões, caminhões ou carregadeiras. A partir desta amostra principal, realiza-se a redução para uma amostra final menor, considerada representativa da massa total. Via de regra, a redução da amostra implica numa diminuição da granulometria, seguida de homogeneização e quarteamento, a fim de permitir a obtenção da amostra a ser analisada.

A amostragem de minérios de ouro é bastante complexa, pois o metal referido raramente se encontra distribuído de ma-

neira uniforme na massa do minério, além do que os teores muito baixos, na ordem de ppm, ocasionam erros constantes na amostragem, tornando necessária a utilização de técnicas estatísticas para a mesma (1).

A amostragem adequada para "bullions" ou sucatas contendo metais preciosos (indústria eletrônica, joalheria, etc.) é bastante difícil e requer algumas precauções. No caso de "bullions", que se encontram na forma de lingotes, o principal problema encontrado na amostragem é relacionado à distribuição irregular dos constituintes, causada pela segregação durante a solidificação dos lingotes. Quando o "bullion" fundido é vazado nos moldes, a solidificação se inicia das paredes para o centro. Naturalmente os constituintes de ponto de fusão mais alto se solidificam primeiro. O material que resfria por último, próximo ao centro do lingote, torna-se então enriquecido em elementos de ponto de fusão mais baixo. É óbvio que a melhor forma de amostragem deste material seria enquanto estivesse na forma fundida, portanto homogêneo. Quando isto não é possível, a melhor alternativa seria perfurar o lingote, na direção da diagonal da sua base, nas duas extremidades e no centro. Estes furos devem vazar o lingote, e o material obtido, de acordo com a sua quantidade, deve ser novamente homogeneizado, seguindo então para a análise ou para a redução da amostra.

Nos casos de sucatas da indústria eletrônica, a amostragem é uma tarefa difícil e requer uma análise de cada constituinte (transistores, circuitos integrados, etc.) e uma estimativa do número total de cada tipo de peça. É útil, em alguns casos, como por exemplo para circuitos integrados, calcinar a amostra para remover a matéria orgânica e então analisar os metais de interesse nas cinzas obtidas.



De posse da amostra característica, procede-se à escolha do método de análise, levando em consideração a natureza do material a analisar e o objetivo a que se destina esta análise. Várias técnicas de análise são disponíveis em laboratórios, estando as mais úteis descritas abaixo, resumidamente, com suas faixas de aplicação e suas limitações.

## 2. MÉTODOS DE ANÁLISE

Os principais métodos de análise para ouro são: análise de toque, análise química por via úmida, ensaio por fusão, espectrografia de emissão ótica, fluorescência e difração de raios X, absorção atômica, ativação com nêutrons e métodos eletroanalíticos.

### 2.1. Análise de Toque

A análise de toque é tradicional na titulação de metais nobres. A simplicidade do método promove sua aplicação em uma faixa bastante grande de artigos metálicos de vários tipos (por exemplo: delicadas peças de joalheria, produtos semi-acabados ou matéria-prima). Esta análise não causa danos significativos ao material, necessita pouca quantidade de amostra, equipamento simples e é muito rápida. Na maioria dos casos, o método para a determinação dos constituintes da liga de metais preciosos, além de qualitativo, permite também sua avaliação semiquantitativa. A utilização é de maior interesse quando se dispõe de pouco material para amostragem e análise. Em geral, o teste necessita de somente 0,5mg de liga, sendo também muito utilizado na análise de peças de baixo valor, em que não se justifica o custo de um ensaio por fusão, ou de peças muito valiosas, em que

a amostragem danificaria a superfície da peça, depreciando seu valor artístico.

Outro campo de aplicação é a análise semiquantitativa de "bullions" de ouro e materiais provenientes de garimpos, representando uma etapa inicial no procedimento analítico desses materiais. Em geral, essa análise semiquantitativa precede à análise de ensaios por fusão, visto que esta necessita de um conhecimento prévio do título aproximado da amostra a analisar, a fim de que as quantidades de prata e chumbo, a serem adicionadas na copelação, possam ser calculadas.

A análise de toque é essencialmente um método comparativo, consistindo de etapas em que se utilizam:

- uma pedra de toque, que necessita ser inerte ao ataque pelos ácidos utilizados no teste, de cor negra opaca e de granulometria muito fina;

- os discos de toque (toques), representados por lâminas ou discos espessos constituídos de ligas de ouro com prata, de composições padronizadas diversas. Estes discos ficam fixados em um suporte metálico sobre o qual está gravado o título correspondente;

- os ácidos para ataque, que possuem composições diferentes de acordo com a faixa utilizada de títulos de ligas padrão, a saber:

ácido 500, para ligas de título entre 350 e 500 ( $400\text{cm}^3 \text{HNO}_3 + 0,5\text{cm}^3 \text{HCl} + 20\text{cm}^3 \text{H}_2\text{O}$ ); ácido 750 para ligas de título entre 500 e 750 ( $\text{HNO}_3(d=1,346) 98\text{p}$ ,  $\text{HCl} (d=1,171) 2\text{p}$ ,  $\text{H}_2\text{O} 25\text{p}$ ); e ácido 900 para ligas de título superior a 750 ( $\text{HNO}_3(d=1,384) 40\text{cm}^3$ ,  $\text{HCl}(d=1,19) 5\text{cm}^3$ ,  $\text{H}_2\text{O} 15\text{cm}^3$ ).

A prática do ensaio consiste em traçar na pedra de toque, com a amostra a examinar, um risco bem demarcado de 1,5 a 2cm de comprimento. Paralelamente, traçam-se, da mesma forma, riscos com os discos de toque de títulos pertencentes a dois extremos de uma faixa de composição padrão. Esses riscos obtidos são comparados com a luz plena, e, posteriormente, com um bastão de vidro, coloca-se sobre eles um pouco de ácido, correspondente aos títulos dos toques. Após alguns segundos, as raias são separadas através de suas cores. Em seguida, o ácido é secado com papel absorvente e o procedimento é repetido. Comparando-se os resíduos de ouro que ficaram sobre a pedra, as cores dos riscos antes do tratamento com ácido, e a intensidade das raias após o ataque, determina-se o título aproximado da liga. Se a raia, correspondente à amostra, não é comparável às obtidas com os toques, deve repetir-se o ensaio com discos de toque de títulos mais elevados ou mais baixos.

## 2.2. Análise Química por Via Úmida

A principal aplicação desse tipo de análise é a determinação quantitativa de elementos presentes na amostra. A análise por via úmida é muito precisa e exata, mas freqüentemente muito demorada e menos sensível do que a análise instrumental. Face a estas desvantagens, a análise por via úmida geralmente não é adequada à determinação da concentração de metais nobres em minérios e concentrados.

Ultimamente existe a tendência de combinar as técnicas de análise instrumental e por via úmida, a fim de aliar as vantagens e os melhores aspectos de cada um dos métodos. Por exemplo, uma amostra de minério pode ser dissolvida e separada

quimicamente em frações que posteriormente são analisadas por absorção atômica.

Podemos subdividir a análise de metais preciosos por via úmida em dois grupos principais: gravimetria e titrimetria.

A análise gravimétrica utiliza a separação, a partir da amostra, do constituinte desejado, na forma de uma fase pura, elementar ou combinada, que é então pesada. A partir dessa massa, é possível achar o teor contido na amostra original ou, no caso da precipitação de um composto, obtê-lo através de relações estequiométricas apropriadas. O constituinte a determinar é isolado mediante a adição de um reagente capaz de torná-lo insolúvel ou capaz de formar com aquele um composto pouco solúvel.

Como exemplo de utilização da análise gravimétrica para o ouro, temos a sua determinação em ligas de ouro e prata, através da dissolução do material com água-régia contendo cloreto de potássio. A prata se separa na forma de cloreto de prata ( $\text{AgCl}$ ), seguindo-se a redução do ouro com dióxido de enxofre ( $\text{SO}_2$ ). Além disso, podemos citar a determinação da concentração de ouro em banhos para galvanoplastia, em lamas anódicas e em ligas para cunhagem de moedas. Os "bullions" de ouro e de prata de pureza variada também podem ser analisados por esta técnica.

A técnica da titrimetria baseia-se na adição de uma substância, em incrementos determinados, a uma quantidade fixa de uma outra substância, que constitui a amostra a analisar, até que, por meio de observação ou medida (potencial, temperatura, etc.), a composição pode ser determinada. Foram encontradas referências quanto à utilização de titrimetria em análises de ouro para soluções cianetadas e ligas.

### 2.3. Análise com Ensaio por Fusão ("Fire Assay") e Copelação.

Esta técnica é um procedimento de análise quantitativa, no qual os metais nobres são separados das impurezas por um processo de fusão e o seu teor na amostra original é determinado por pesagem. Este é um método normalmente empregado na determinação de ouro e prata em minérios, em concentrados, em vários tipos de ligas destes metais e em ouro de alta pureza.

Em geral, esta técnica envolve a adição de chumbo e vários escorificantes à amostra do minério, mistura esta que é então aquecida até  $1050^{\circ}\text{C}$ . Forma-se uma escória fundida e homogênea, e paralelamente gotas de chumbo líquido, produzido no seio da massa fundida, percolam a mesma, captando os metais nobres e formando uma poça de metal fundido por baixo da escória. A mistura é então vazada em cadinho de ferro e, após o resfriamento, a escória vítrea é separada, por meios físicos, da mistura metálica solidificada. Esta é então tratada por método denominado copelação, a fim de separar o chumbo dos demais metais preciosos. O chumbo é oxidado e então absorvido por um cadinho de farinha de ossos denominado copela. Os metais preciosos contidos formam uma pequena esfera na superfície da mesma. A pesagem deste material permite o cálculo do teor conjunto de ouro e prata na amostra inicial. O ataque com solução de ácido nítrico promove a dissolução da prata contida na liga. Por pesagem do resíduo, calcula-se o teor do ouro e, por diferença, o de prata.

Este método apresenta muitas vantagens, mas a principal é que pode ser aplicado a qualquer minério, concentrado ou liga. Além disso, apresenta uma sensibilidade excelente (menos que  $0,16\text{ppm}$  de ouro podem ser determinados), sendo um método

específico para metais nobres.

As desvantagens do procedimento estão relacionadas à especificidade do método, que requer tempo e custo maiores do que outras técnicas de análise.

#### 2.4. Análise por Espectrografia de Emissão Ótica.

Esta técnica de análise fundamenta-se no princípio de que, quando uma amostra é aquecida a alta temperatura, num arco elétrico, até a sua volatilização completa, cada elemento presente na amostra emitirá um único espectro, que pode ser utilizado para identificá-lo. Normalmente, pequenas amostras (5 a 50mg), finamente pulverizadas, são vaporizadas, sendo o espectro resultante captado numa película fotográfica. Este procedimento permite uma análise qualitativa da amostra e, com alguns ajustes, pode fornecer informações de caráter qualitativo. A principal vantagem desta técnica é que de 30 a 50 elementos podem ser detectados com rapidez até níveis bem baixos de concentração. Conseqüentemente, um grande número de amostras pode ser processado para a determinação de sua composição elementar. Uma desvantagem importante é que, no caso de metais nobres, o limite de detecção é de 30ppm em minérios e concentrados, além da possibilidade de interferência produzida por outros elementos, provocando erros de interpretação. Este tipo de procedimento não é recomendado para análise de minérios e concentrados onde é necessária uma sensibilidade de pelo menos 0,3ppm.

#### 2.5. Análise com Raios X (Fluorescência e Difração).

As técnicas de análise com raios X, por fluorescência e difração, utilizam a excitação da amostra por um feixe de

raios X.

Na fluorescência, cada elemento contido na amostra, ao ser excitado, emite raios X secundários característicos, que podem ser utilizados para a sua identificação. A intensidade da radiação emitida é proporcional à concentração de cada elemento presente, permitindo, também, uma análise quantitativa da amostra. Neste caso, os raios X emitidos por um elemento em particular são captados, contados e comparados com os emitidos por um padrão, permitindo, por comparação, obter o teor do elemento desejado. As principais vantagens desta técnica são a sua simplicidade, rapidez, exatidão e confiabilidade, desde que uma calibração adequada tenha sido realizada para cada tipo de amostra diferente analisada, o que se torna uma desvantagem. Aliado a este fato, o limite de detecção para metais nobres situa-se em torno de 50 a 100ppm, o que desaconselha a sua utilização direta para análise de minérios e concentrados.

A técnica de análise por difração de raios X baseia-se em que a estrutura cristalina de um determinado material provoca a difração dos raios X incidentes. O difratograma obtido representa uma informação característica e particular daquele material, identificando-o mesmo quando em mistura com outros materiais cristalinos. Perto de 20 000 materiais diferentes, entre compostos, metais e minerais, já foram catalogados de acordo com seus sinais característicos. A vantagem desta técnica são as informações referentes à estrutura e à composição do material, entretanto não é uma técnica frequentemente utilizada em análise quantitativa.

## 2.6. Análise por Espectrofotometria de Absorção Atômica.

Fundamenta-se em que todo átomo é capaz de absorver

luz do mesmo comprimento de onda que normalmente emite. Assim, quando uma lâmpada constituída de um determinado elemento, que portanto emite luz característica desse elemento, é utilizada na exposição de uma nuvem gasosa, somente os átomos do elemento em questão absorverão essa luz, permitindo, por comparação com um padrão, a análise. Na prática, a nuvem gasosa contendo os elementos a determinar é obtida por aspiração de solução-amostra a ser analisada e exposição a uma chama de temperatura suficiente para reduzir os elementos a seu estado atômico. A absorbância da luz característica, após a exposição, é então comparada com a absorbância obtida de padrões adequados, analisados de forma idêntica.

A amostra, caso seja sólida, necessita obviamente ser dissolvida com reagente adequado. Para a análise de ouro, o solvente é geralmente a água-régia, sendo que, para alguns minérios, torna-se necessária uma etapa posterior de concentração (extração orgânica, troca iônica), a fim de aumentar a concentração da solução a analisar, de forma a colocá-la dentro da faixa de utilização da absorção atômica ( $>0,03\text{ppm}$ ). Pode, também, ser utilizada como análise complementar ao ensaio por fusão, onde temos uma pré-concentração dos metais preciosos, que podem ser então dissolvidos e analisados por absorção atômica.

Utilizando-se a primeira alternativa de digestão ácida e extração orgânica, constatou-se que, para amostras de 1 grama, menos do que 0,3ppm de ouro em minérios podem ser medidos. No caso da pré-concentração com ensaio por fusão, esta sensibilidade pode ser bastante ampliada.

A análise por absorção atômica apresenta poucas vantagens. Ela é rápida, sensível e econômica; o custo do equipamento é relativamente baixo, permitindo ainda uma grande fle



xibilidade, por permitir a análise de diversos elementos.

### 2.7. Análise por Ativação com Nêutrons.

Esta técnica de análise fundamenta-se no princípio de que, quando uma amostra é submetida ao bombardeamento com nêutrons, alguns átomos estáveis que compõem a amostra absorverão essas partículas, tornando-se radioativos. Estes, por sua vez, emitirão raios X, cujas energias são características do elemento. A utilização de sofisticados equipamentos eletrônicos de contagem permite que estes raios X possam ser detectados e os elementos, bem como suas quantidades na amostra, determinados. A fim de obter maior sensibilidade e evitar interferências, a amostra ativada pode ser dissolvida, e os elementos de interesse, separados quimicamente antes da contagem. Para ouro e prata, o método eletrônico direto apresenta excelente sensibilidade. Apesar disto, a técnica não é normalmente utilizada em amostras comuns, pois o custo da análise é muito elevado e o equipamento só existe em poucos laboratórios. As amostras irradiadas em reatores nucleares são pequenas, e conseqüentemente qualquer material que não seja homogêneo, como os minérios em geral, pode fornecer resultados errôneos.

### 2.8. Métodos Eletroanalíticos.

Os métodos eletroanalíticos podem ser divididos em coulométricos, polarográficos, amperométricos e volumétricos, sendo que no último caso não foram encontradas referências para sua utilização na análise do ouro.

A análise coulométrica é um método baseado na medida da quantidade de eletricidade necessária para oxidar ou reduzir, em uma célula eletrolítica, a substância a determinar. É imprescindível que a reação eletródica ocorra com eficiência de 100%. Desta forma, cada Faraday (96 500 C) deve promover a transformação química de um equivalente-grama da espécie envolvida.

A polarografia baseia-se na interpretação de curvas "corrente x voltagem", obtidas mediante a aplicação de uma força eletromotriz, regularmente crescente, entre um eletrodo de potencial constante e um microeletrodo polarizável em contato com uma solução contendo uma espécie eletroativa. A análise dos polarogramas obtidos e a utilização da equação de Ilkovic permitem a determinação qualitativa e quantitativa dos elementos em teores muito baixos.

Os princípios da polarografia podem ser aplicados para a localização do ponto final em titulações que envolvam a participação de espécies oxidáveis ou redutíveis sobre um microeletrodo polarizável. Este método, que foi introduzido por Heyrovsky e Brezicky, é conhecido como titulação amperométrica. A corrente de difusão é medida após adições sucessivas de reagente, com o microeletrodo mantido em um potencial fixo durante toda a titulação. Os valores da corrente de difusão observados são representados graficamente em função do volume de solução padrão adicionado. O ponto final da titulação é determinado pela interseção das duas retas obtidas.

As técnicas eletroanalíticas são bastante complexas, necessitando de conhecimento técnico especializado, não sendo freqüentemente utilizadas na análise do ouro.

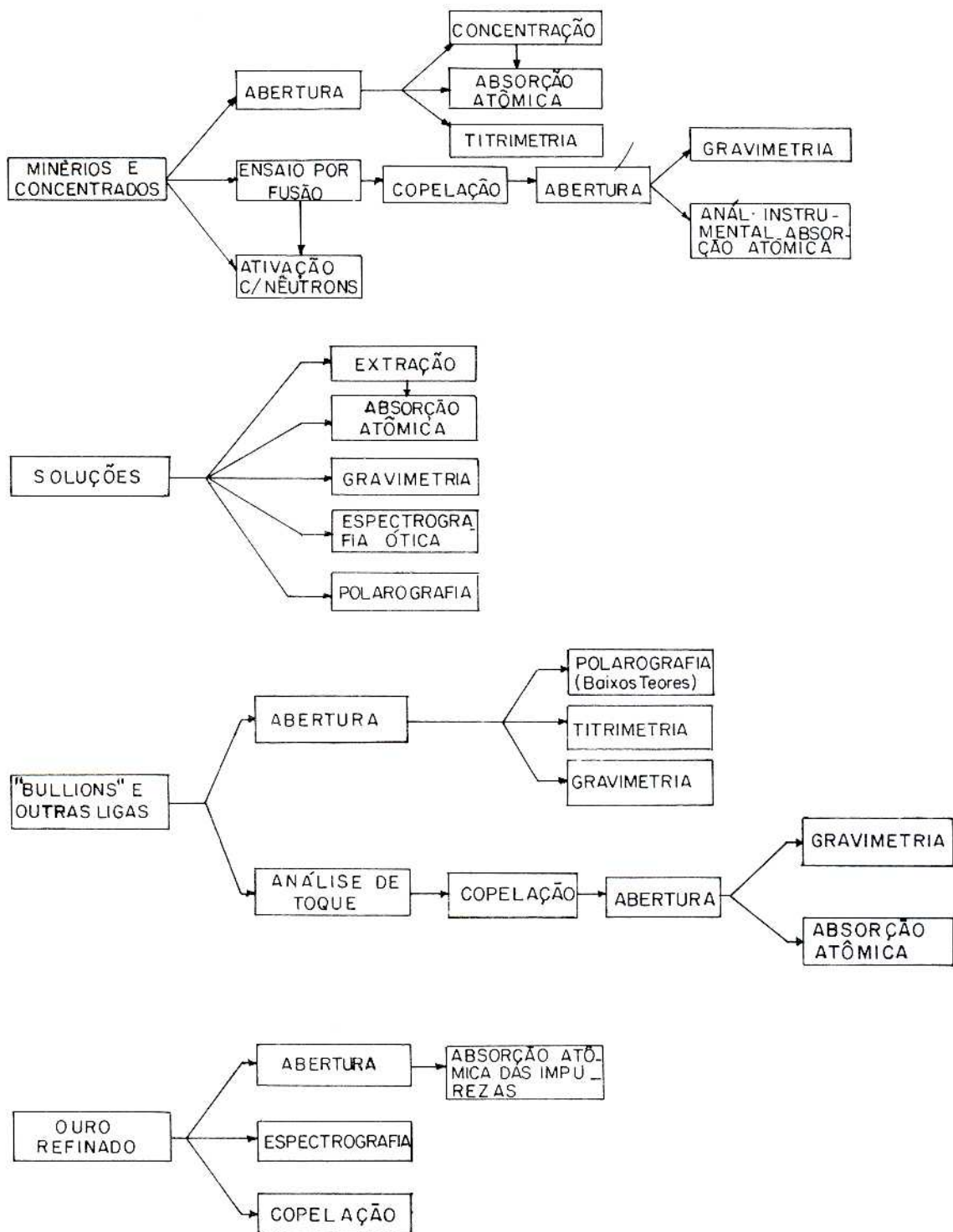


Fig. 1 - ALTERNATIVAS DE ANÁLISES PARA PRODUTOS CONTENDO OURO.

### 3. ANÁLISE DE MATERIAIS CONTENDO OURO

Existe uma grande variedade de materiais que contém ouro e que são normalmente submetidos a análise química. Os autores acreditam que os quatro grupos de materiais abaixo citados resumem e simplificam o trabalho.

- 1) Minérios e concentrados
- 2) Soluções cianetadas e líquidos em geral
- 3) "Bullions" e outras ligas de ouro
- 4) Ouro de alta pureza

O fluxograma I permite visualizar as opções existentes de análise destes materiais, apresentando os procedimentos mais freqüentemente utilizados.

#### 3.1. Análise de Minérios e Concentrados

As técnicas para determinação dos teores de ouro em minérios são diversas. A escolha da alternativa a seguir exige um conhecimento mineralógico prévio do material e da forma de associação em que se encontra o ouro. Estas informações são obtidas através de técnicas de fluorescência e difração de raios X, análise petrográfica, análise espectrográfica semiquantitativa, determinação do grau de liberação, composição mineralógica e caracterização tecnológica.

Os procedimentos normalmente utilizados, de acordo com pesquisa realizada junto a algumas entidades que lidam com este tipo de análise química, são:

- Ensaio por fusão e copelação, para minérios com teor de ouro acima de 0,5ppm.

- Abertura química, extração por solventes orgânicos, e absorção atômica, para minérios com teores inferiores a 0,5ppm.

A tabela 1, a seguir, apresenta as principais informações obtidas para os dois métodos pesquisados.

Dados Operacionais \ Técnicas de Análise	Abertura e Ab. Atômica	Ensaio por Copelação
Limite de detecção (ppm)	0,005	0,5
Interferentes	Ferro e cobre	Prata, sílica e sulfeto
Quantidade de amostra (g)	50 a 200	50 a 200
Precisão (%)	5 a 10	5 a 10
Preço (em Cr\$1.000,00)	15 a 20	12 a 20
Tempo de análise (min.)	40 a 75	40 a 75

Tabela 1 - Dados Operacionais para Análise de Minérios ( Alternativas Principais ).

Em relação à existência de interferentes, identificados anteriormente pelas análises citadas, é possível eliminar os problemas provenientes da sua presença através de uma adequação do método ao tipo de amostra.

Em relação a concentrados de batéia, o método normalmente utilizado constitui-se de uma abertura química seguida de absorção atômica. O limite de detecção do método é de 0,5ppm em 10 gramas de amostra proveniente de 20 litros de sedimentos,

significando que a concentração foi para a faixa de ppb. A ação dos interferentes também pode ser eliminada por adequação do método à amostra, e esta deve apresentar-se numa faixa de 2 a 20 gramas. A precisão do método é de 10 a 15% ao nível de confiança de 95%. O tempo de análise varia entre 10 e 30 minutos, sendo o preço por análise de Cr\$4.500,00.

A prática usual entre os garimpos, para verificação da validade de se trabalhar num determinado local, consiste na concentração, em batéia, de 20 litros de sedimentos e contagem das pepitas de ouro observadas.

### 3.2. Soluções Cianetadas e Líquidos em Geral

A análise de ouro em meio aquoso abrange três tipos principais de soluções, a saber:

- soluções em meio cianeto, provenientes de lixiviação com soluções de cianetos alcalinos, de galvanoplastia e efluentes líquidos de indústrias de processamento mineral;
- soluções em meio cloreto, provenientes das etapas de refino de metais preciosos ou galvanoplastia;
- soluções em meio orgânico, provenientes das etapas de extração por solventes de alguns procedimentos analíticos ou métodos de refino químico de metais preciosos.

Para as soluções cianetadas, dois métodos principais são normalmente utilizados: absorção atômica direta, ou precedida por uma etapa de extração por solventes orgânicos. Esta etapa de extração é necessária quando a solução é muito diluída no metal em questão (menor que 0,03ppm), estando abaixo do limite de detecção da absorção atômica ou quando existem interferentes em concentrações substanciais que possam causar erros

apreciáveis na leitura. A tabela 2 resume os principais dados operacionais obtidos em pesquisa realizada pelos autores junto a laboratórios de empresas de mineração do ramo.

Dados Operacionais \ Técnicas de Análise	Absorção Atômica Direta	Extração por Solventes e Ab. atômica
Limite de detecção (ppm)	0,03	$10^{-4}$
Interferentes	Sódio, ferro, cobre, níquel, zinco e hidróxido de cálcio	ferro
Quantidade de amostra (ml)	10	10 a 1 000
Precisão (%)	$\pm 5$	$\pm 5$
Custo interno (Cr\$)	265,00	700,00
Tempo de análise (min.)	2	30

Tabela 2 - Dados Operacionais das Principais Técnicas de Análise de Soluções Cianetadas.

As soluções em meio cloreto são analisadas por dois métodos principais, que são a gravimetria, quando as concentrações do ouro situam-se acima dos 20g/l, ou a absorção atômica direta, caso as concentrações estejam abaixo daquele valor. A tabela 3 resume os principais dados obtidos sobre estas análises.

Dados Operacionais \ Técnicas de Análise	Gravimetria	Absorção Atômica
Limite de detecção	15g/l	0,03ppm
Interferentes	Cobre e bisulfito de sódio.	nenhum
Quantidade de amostra (ml)	40	10
Precisão (%)	$\pm 5$	$\pm 2$
Custo interno (Cr\$)	320,00	265,00
Tempo de análise (min.)	120	15

Tabela 3 - Dados Operacionais para Análise de Solução de Ouro em Meio Cloreto.

As soluções em meio orgânico são analisadas por absorção atômica direta. Este tipo de solução não apresenta muitos problemas para a análise, em vista da quase ausência de interferentes. A tabela 4 resume as informações obtidas sobre o procedimento analítico utilizado.



Dados Operacionais	Técnicas de Análise Absorção Atômica
Limite de detecção (ppm)	10 <sup>-4</sup>
Interferentes	ferro
Quantidade de amostra (ml)	10 a 1 000
Precisão (%)	± 2
Custo interno (Cr\$)	700
Tempo de análise (min.)	30

Tabela 4 - Dados Operacionais para Análise de Soluções em Meio Orgânico.

### 3.3. Análise de "Bullions" e Outras Ligas de Ouro.

No caso de análise de "bullions" e ligas de ouro, é conveniente, como etapa inicial, uma análise de toque, a fim de realizar uma estimativa do teor em ouro da liga. De posse desta estimativa, o método mais utilizado é o de copelação. A tabela 5, a seguir, resume os principais dados de operação do método de análise supracitado.

Dados Operacionais	Técnicas de Análise	Copelação
Limite de detecção		3ppm
Interferentes		AgCl
Massa da amostra (g) (duplicata)		10
Precisão (%)		10,5
Custo (Cr\$1.000,00)		10 a 20
Tempo de análise (h)		1

Tabela 5 - Dados Operacionais para Análise de "Bullions" e Outras Ligas de Ouro.

### 3.4. Análise de Ouro de Alta Pureza.

Quando se trata de ouro com pureza elevada (99,99%), temos como principal método de análise a absorção atômica das impurezas. O teor em ouro é obtido por diferença, em vista da inexistência de métodos de análise direta com precisão suficiente para fornecer resultados convincentes. É conveniente ressaltar que, como uma etapa precedente a este tipo de análise, efetua-se uma abertura do material. Classicamente a análise de ouro de alta pureza é feita por copelação, mas este método tende a cair em desuso em vista de sua menor sensibilidade. A tabela 6, a seguir, mostra os principais dados de operação do método de análise supracitado.

Dados Operacionais	Técnicas de Análise	Absorção Atômica
Limite de detecção (ppm)		$3 \times 10^{-2}$ a $1 \times 10^{-4}$
Interferentes		Fe, Ag, Cu, Pd, Zn, Pt
Massa da amostra (g)		6 a 10
Precisão (%)		$5 \times 10^{-3}$
Custo (Cr\$1.000,00)		12 a 20
Tempo de análise (h)		1

Tabela 6 - Dados Operacionais para Análise de Ouro de Alta Pureza.

#### 4. BIBLIOGRAFIA

- 1) CLIFTON, H.E. et alii. Sample size and meaningful gold analysis. USGS Bull. 625-C, 1969.
- 2) WÄLCHLI, W. Touching precious metals. Gold Bull., 14 (4), 1981.
- 3) BEAMISH, F.E. & VAN LOON, J.C. Recent advances in the analytical chemistry of the noble metals. Pergamon Press, 1972.
- 4) BEAMISH, F.E. & VAN LOON, J.C. Analysis of noble metals. Academic Press, 1977.

- 5) ADAMSON, R. J. Gold metallurgy in South Africa. Cape & Transvaal Printers Ltd, 1972.
- 6) OHLWEILER, O. A. Química analítica quantitativa. Livros Técnicos e Científicos S. A., 1974. V.3.
- 7) KOLTHOFF, I. M. & ELVING, P. J. Treatise on analytical chemistry. John Wiley & Sons, 1975. V. II.