

A geoquímica analítica em Minas Gerais: de Gorceix ao Geolab — A contribuição do ITI —

Cláudio V. Dutra

Consultor, ex-presidente da Soc. Bras. de Geoquímica
E-mail: claudiovdutra@uol.com.br

“The analyst is the backbone of almost any geochemical project”

Earl Ingerson, USGS, (1954)

Resumo

É apresentada a recuperação da memória histórica da Geoquímica Analítica em Minas Gerais desde os primeiros trabalhos de Henri Gorceix, em 1881. São descritos os trabalhos dos órgãos antigos, como o Serviço da Produção Mineral, a Secretaria da Agricultura do Estado de Minas Gerais e o Instituto de Tecnologia Industrial, órgãos cujos geoanalistas descreveram novos minerais, se especializaram na análise de tântalo-niobatos e minerais radioativos de nossos pegmatitos, fizeram cronogeologia, introduziram métodos espectroquímicos nos estudos de elementos-traços em rochas e deram suporte aos estudos da apatita e do pirocloro de Araxá. São realçados os trabalhos pioneiros do GEOLAB, o primeiro laboratório geoquímico de serviço no país.

Palavras-chave: Geoquímica, História,

Abstract

Na historical account of the Analytical Geochemistry in Minas Gerais, Brazil, since the pioneering work of Henri Gorceix, in 1881, is presented. The analytical work, developed by the Serviço da Produção Mineral and the Instituto de Tecnologia Industrial (both of Minas Gerais State), for the study of new minerals colled in pegmatites, for trace elements investigations and for geochronological research is described. The analytical support given by ITI in the study of the apatite and pyrochlore deposits of Araxá is discussed and the pioneering work of GEOLAB, the first commercial geochemical laboratory of the country, is emphasized.

Keywords: Geochemistry, history

Artigo recebido em 22/04/2002 e aprovado em 30/07/2002.

Introdução

A geoquímica analítica é, reconhecidamente, o principal suporte para qualquer pesquisa geoquímica e é decisiva na prospecção e exploração mineral, que somente avançam quando são disponibilizados novos e apropriados métodos na área da química analítica mineral. Isto tem acontecido em toda a história do desenvolvimento da geoquímica, com o geoanalista participando, na linha de frente, na abertura de novos caminhos. Devido à vocação mineral do nosso Estado, Minas Gerais, nos últimos 120 anos, tem se destacado no desenvolvimento de laboratórios de geoanálise, não só para apoiar a mineração, mas, também, para dar suporte aos trabalhos científicos.

As primeiras referências sobre a realização de análise de material geológico em Minas Gerais (e seguramente no Brasil) são encontradas nos Anais da Escola de Minas de Ouro Preto (Gorceix, 1881, 1883, 1884 e 1885). Nos anais, vêm descritas as análises executadas pelo próprio Gorceix para fundamentar suas investigações na área da petrologia e mineralogia. São análises completas de rochas e determinações de algumas terras raras em favas fosfatadas, práticas até hoje consideradas de grande complexidade, quando se empregam procedimentos de via úmida. Hoje, é praticamente impossível avaliar as imensas dificuldades para se montar e manter funcionando um laboratório químico nos trópicos, no final do século XIX. Como seria possível encontrar na Europa e transportar até Ouro Preto os reagentes químicos, vidraria, estufas, destiladores, equipamentos de preparação de amostras e outras parafernálias? E a mão-de-obra técnico-científica? Somente a determinação e o gênio de Henri Gorceix poderiam nos dar respostas a essas indagações. O que podemos afirmar, com segurança, é que durante muitos anos esse laboratório supriu a incipiente demanda de análise num país que apenas começava a conhecer suas imensas potencialidades no campo mineral e lançou as bases para o desenvolvimento futuro da geoquímica analítica entre nós.

A última referência encontrada sobre o empreendimento de Gorceix é apresentada por Saturnino Oliveira (1897), que descreve com detalhe o “Laboratório de Docimacia da Escola de Minas de Ouro Preto”. Todas essas referências foram levantadas por Bernadete Sirangelo Dutra (1981), na “Bibliografia e Índice de Geoquímica no Brasil”, que nos serviu de base para recuperar a maioria dos trabalhos aqui estudados.

O laboratório de Gorceix estava bastante atualizado para a sua época e era versátil a tal ponto que podia realizar análise da grande maioria de nossos minerais, inclusive de metais nobres, pelo processo de copelação (*fire assay*). Muitos trabalhos de grande interesse científico foram realizados, até mesmo no campo de minerais de terras raras, numa época em que diversos elementos desse grupo ainda não haviam sido descobertos. É interessante ressaltarmos que Gorceix (1885) cita o uso de um pequeno espectroscópio (naquele tempo, uma novidade até nos laboratórios europeus!) para verificar a presença de “*didymo*” em monazita e xenotima, pela identificação de bandas de absorção na região visível do espectro. Se Gorceix tivesse esperado mais algumas semanas para redigir seu trabalho, teria tido a surpresa de saber que as bandas de absorção, que ele estava investigando, se referiam a dois novos elementos químicos de número 59 e 60 da Tabela Periódica. Eles foram descobertos no mesmo ano de 1885, pelo químico austríaco Auer von Welsbach e levaram os nomes de Neodímio e Praseodímio.

Não sabemos quantos anos esteve em operação esse laboratório, mas temos indicações de que ele sobreviveu até os anos 30, pelos resultados analíticos sempre publicados nos Anais da Escola de Minas. De qualquer maneira, o laboratório de Gorceix deixou uma marca pelo seu pioneirismo, exercendo influência decisiva na formação de futuras gerações, que vieram colaborar, na nova capital, com a Universidade e com os novos órgãos técnicos do Estado.

Serviço da Produção Mineral-Secretaria da Agricultura (1935–1943)

O estado da geoquímica nos anos 40 e 50

Nos anos em referência, podemos apresentar o seguinte panorama da geoquímica entre nós, em função das pesquisas que se desenvolviam em outros países. No início da década de 40, nos anos em que os cientistas se empenhavam no “esforço de guerra”, a nova fronteira da geoquímica era a pesquisa de metais de alta tecnologia, como o urânio, tório, nióbio, tântalo, zircônio, háfnio, germânio, berílio, tungstênio, molibdênio, cério, európio, ítrio, etc. e isto refletia diretamente nos laboratórios de química analítica. Para aquela época, podemos, resumidamente, imaginar o cenário que prevalecia: Viktor Goldschmidt, o “pai da geoquímica moderna”, temendo a perseguição nazista, já havia deixado, em 1935, seu histórico e famoso laboratório de Göttingen, Alemanha, e estava dando os últimos retoques na sua obra monumental, com suas leis da cristalquímica e sobre suas investigações pioneiras relativas à distribuição dos elementos na crosta da terra; entre nós, Djalma Guimarães havia deixado, em 1938, o DNPM e, em Minas Gerais, acompanhava os trabalhos de Goldschmidt, (ver a seção *Elementos-Traços*), tornando-se um incentivador incansável dos laboratórios com técnicas avançadas que pudessem gerar os dados para alicerçar as suas próprias teorias petrogenéticas; nos Estados Unidos, o projeto Manhattan, lançado para o desenvolvimento nuclear, produzia, no mundo todo, um grande incremento no estudo e na exploração de minerais contendo elementos de alta tecnologia. Esse era o panorama existente na época e o laboratório da Secretaria da Agricultura de Minas Gerais, mais popularmente conhecido como o da “Rua da Bahia, 52”, com o seu quadro de químicos-analistas do mais alto gabarito, vinha se projetando no país como o mais avançado no estudo de minerais raros de pegmatitos.

O novo núcleo de geocientistas

Em 1935, o Serviço Estadual da Produção Mineral da Secretaria da Agricultura (SPM) – trabalhando mediante convênio com o antigo Instituto de Química da Escola de Engenharia – estabeleceu um completo laboratório de análise mineral, que passou a ser um marco em nossa geoquímica analítica. Engenheiros provenientes de Ouro Preto e professores alemães, como Alfred Schaeffer e Otto Rothe, iniciaram a formação de Químicos Industriais, que, em grande número, se especializaram em geoanálise. Um desses químicos, Caio Pandiá Guimarães, seguindo os passos de seu irmão, o geólogo Djalma Guimarães (que vinha também fazendo química analítica no Serviço Geológico e Mineralógico do Brasil), envereda-se pela pesquisa de minerais radioativos e tântalo-niobatos, abundantes em nossos pegmatitos – dois assuntos intrincados, que assustavam qualquer analista.

Liderando esse grupo, Caio Pandiá, que já vinha estudando a química analítica dos tântalo-niobatos desde 1938, descobre um novo mineral (uma variedade da microlita), a que dá o nome de Djalmaíta (Guimarães, C. P., 1941). Em 1942, outro novo mineral é descrito por Caio (um tantalato de alumínio), que levou o nome de Calogerasita, descoberta cuja prioridade foi alvo de disputa com mineralogistas americanos (Guimarães, C. P., 1944 e 1948).

O grupo que atuava naquele laboratório era composto por químicos da velha escola da “via úmida” (Caio Pandiá Guimarães, Willer Florêncio, José Marcelino de Oliveira, Celso de Castro, Lourenço Menicucci Sobrinho, Fernando Peixoto, Kleber Almeida Dutra, Albano Azevedo), que conhecia a fundo as reações para a separação de todos os elementos, determinando-os por gravimetria, titimetria ou colorimetria. Realizava uma química analítica altamente refinada, que hoje está ainda viva, mas somente em laboratórios muito especializados. A análise instrumental, que iniciou sua rápida expansão em meados da década de 60, impulsionada pela neces-

sidade da realização de milhares de determinações por dia e a baixo custo, aos poucos foi suplantando os verdadeiros métodos químicos, deixando-os apenas para pesquisas de ponta. Caio Pandiá e Willer Florêncio foram pesquisadores de grande talento, tendo dedicado muito do seu tempo ao estudo do “Processo Schöeller”, que era justamente o método mais avançado existente para separação de nióbio, tântalo e titânio em minerais complexos e radioativos e que se baseava na precipitação fracionada desses elementos pelo tanino. Era um processo tedioso, que demandava muitos dias, somente na separação desses três elementos.

Uma verdadeira escola de geoquímica analítica, especializada em minerais raros, principalmente minerais de urânio, tório, ítrio, nióbio e tântalo, foi se formando, visando não só ao interesse econômico, mas principalmente aos estudos de mineralogia e cronogeologia. Os minerais mais visados eram: euxenita, polycrasita, samarskita, fergusonita, alanita, microlita, monazita, betafita, etc., materiais extremamente complexos na sua composição química, podendo alguns comportarem mais de 25 elementos na sua estrutura. São aqueles minerais muitas vezes chamados de “trash can minerals” – “latas de lixo” - porque admitem em suas estruturas todos os elementos que foram “rejeitados” nas primeiras fases da cristalização dos pegmatitos e acabam se acomodando nos minerais acessórios tardios. São minerais cujo estudo constitui um desafio para o mineralogista e uma enorme dor de cabeça para o geoanalista.

O estudo da química analítica desses nióbio-tantalatos, acompanhados por elementos radioativos, começou, no Brasil, bem antes, com Djalma Guimarães (1929), no SGMB, com sua proposição de um novo método de separação de urânio em alto grau de pureza para usá-lo nos cálculos de determinações geocronológicas. Em Minas Gerais, Caio Pandiá (1938, 1941) passa a estudar a classificação dos nióbio-tântalos e estabelece a marcha analítica para esses materiais. Por outro lado, Willer Florêncio e Celso de Castro (1943) descrevem a “Uraninita de Minas”, proveniente de Rio Branco,

com sua análise química completa, além de executarem a dosagem de rádio pelo eletrômetro bifilar de Wulf. Tendo em vista facilitar esses tipos de análise, na classificação dos minerais e verificação da pureza dos precipitados, o SPM importou, em 1939, um magnífico espectrógrafo Hilger com prisma de quartzo de 1 (um) metro de distância focal, um dos últimos exportados pela Inglaterra antes do início da Segunda Guerra. Saber onde se encontra hoje essa preciosa peça de laboratório (que primeiro espectrografou o nióbio de Araxá) é uma das preocupações do autor dessas notas, para que o mesmo possa ser depositado no Museu Djalma Guimarães.

Em 1941, o SPM iniciou o estudo analítico sistemático das águas minerais e radiativas do Estado (Castro e Florêncio, 1942, 1943, Florêncio, 1943, 1944, 1947, 1948, Florêncio e Castro, 1943, 1944, 1948), além de descrever diversas novas fontes.

O Instituto de Tecnologia Industrial (ITI) Fundação e primeiros projetos

Em 1944, o Governo do Estado resolveu criar o Instituto de Tecnologia Industrial, tendo por base o Serviço da Produção Mineral e, ato contínuo, o Secretário da Agricultura, Dr. Lucas Lopes, chamou o geólogo Djalma Guimarães para chefiar o seu setor de Geologia e Geoquímica. Com esse Instituto, iniciase um dos períodos mais fecundos das geociências em Minas Gerais. Desde o início, os planos apresentados por Guimarães englobavam petrologia, mineralogia, prospecção mineral, cronogeologia, investigações sobre elementos-traços, tratamentos de minérios e tantos outros campos onde o gênio criativo do conhecido geólogo sobressaía com grande desenvoltura. E, para gerar a grande massa de dados analíticos para esses projetos, Guimarães já encontrou os laboratórios estruturados com aquele grupo de químicos do SPM. A estréia do novo Instituto, contando com o apoio dessa equipe, se deu com a descoberta e

avaliação da jazida de apatita de Araxá. Em tempo bastante curto, entre 1946 e 1948, foi entregue ao Estado um imenso depósito de fosfato, pronto para ser explorado.

Em setembro de 1945, um rude golpe se abateu sobre a equipe de químicos do ITI com o falecimento de seu expoente máximo que era o professor Caio Pandiá Guimarães, com apenas 31 anos de idade. Deixou uma obra importante, sendo cada uma de suas publicações (14 ao todo) um marco em nossa geoquímica. À medida que se diversificavam as pesquisas no ITI, novos técnicos eram contratados e novos métodos analíticos eram introduzidos: os químicos Milton Vieira Campos, que assumiu o laboratório de físico-química, Moacir Carneiro, que assumiu as análises de fosfatos, Cláudio Vieira Dutra que assumiu o laboratório de geoquímica e espectrografia e Marcelo F. Cavalcante, que estreou na análise de rocha por via úmida.

Willer Florêncio, continuando seus trabalhos sobre minerais radioativos iniciados no SPM, volta a tratar da análise completa da uraninita, com amostras agora provenientes de outras regiões do Brasil, descrevendo a metodologia usada para determinação do rádio (Florêncio, 1948a), publicando, também, a “marcha analítica dos minerais do grupo da betafita”, com adaptações feitas no “processo Schoeller” (Florêncio, 1948b). O seu trabalho intensivo com as análises de minerais de pegmatito lhe trouxe a oportunidade de descrever um novo tantalato, a *alvarolita* (Florêncio, 1952a) e a *ribeirita*, uma nova variedade de zircão (Florêncio, 1952b).

Uma prática que o Instituto sempre usou foi a publicação dos métodos analíticos estudados e adotados nos trabalhos de pesquisa geológica. As espécies minerais puras quase sempre não apresentavam grandes dificuldades, pois os manuais de análise já traziam suas marchas analíticas mais indicadas. Acontece, entretanto, que os minérios podiam apresentar as mais inusitadas associações, começando as dificuldades já na dissolução inicial da amostra. Nas mais variadas associações de minerais que o laboratório enfrentou, acabou sempre

resultando a publicação respectiva. Foi o caso do fosfato derivado da rocha carbonatítica de Araxá, que gerou uma metodologia muito diferente daquela de um fosfato sedimentar tipo fosforita, que vem descrita em qualquer manual de análise. O alto teor de bário, sob a forma de baritina e gorceixita, e a elevada porcentagem de titânio e ferro tiveram que ser contornados (Maurício Guimarães e Marcelino de Oliveira, 1954). Na mesma publicação, aparecem os esquemas analíticos para a monazita, para a cromita e minérios de lítio. Alguns anos após a realização dos trabalhos de Caio Pandiá sobre as ocorrências de minerais de vanádio e zinco na região de Januária, MG, Marcelino de Oliveira (1954) publica seu método, usado na dosagem do vanádio pelo tanino na vanadinita e na descloisita. No caso da análise de águas minerais, Milton Campos (1954) estudou e fixou as condições para a determinação de traços de fosfato pela clorimetria.

O pirocloro de Araxá

Durante a campanha de pesquisas de minerais usados em energia atômica, patrocinada pelo Conselho Nacional de Pesquisas, o Dr. Djalma Guimarães selecionou, em 1952, algumas áreas reconhecidamente radioativas para averiguar a presença de urânio e tório e, para tal, lançou mão da prospecção geoquímica. Feitas as amostragens, que eram orientadas pela aerocintilometria e por contadores geigers no campo (principalmente em Araxá, Poços de Caldas e São João Del Rei), eram as amostras entregues ao laboratório para um grupo de químicos que as submetiam a uma análise de varredura. As amostras de Araxá eram especialmente investigadas, pois vários autores já haviam constatado a presença de fontes de água mineral fortemente radioativas na região (Andrade Júnior, 1936 e Florêncio, 1948c). Foi a primeira campanha de prospecção geoquímica com determinações multielementares entre nós, onde a espectrografia óptica de emissão foi empregada intensivamente. Eram milhares de amostras circulando no laboratório e a maioria delas revelavam anomalias muito fortes de bário, estrôncio, nióbio, terras raras, tório, fós-

foro e titânio. O urânio, que se mostrava sempre em baixas concentrações, era procurado pelo uso da fluorimetria, nova técnica de alta sensibilidade com o instrumental construído no próprio ITI (Dutra, 1958). Uma notícia detalhada sobre esses trabalhos, com as circunstâncias em que foi detectado o nióbio pela primeira vez no Barreiro, Araxá, foi publicada por Dutra (1985) com comentários adicionais sobre a atuação de Guimarães em relação à geoquímica analítica. Aos poucos, o urânio foi sendo relegado para o segundo plano e o nióbio, que era uma constante em todas as amostras, tornou-se o principal objetivo da pesquisa. Fazer determinação geoquímica de nióbio em regime de rotina naquela época, usando a via úmida convencional, era tarefa praticamente impossível. Entretanto o ITI já estava equipado com um novo espectrógrafo Baird, de retículo, com três metros de distância focal, acompanhado com microfotometria fotográfica, o que possibilitou estabelecer, em poucas semanas, um método rápido para determinar esse elemento em regime de rotina (Dutra e Dutra, 1956). Um método para determinação espectroquímica de tório em monazita, que havia sido desenvolvido em cooperação com o U. S. Geological Survey (Dutra e Murata, 1954), foi também adaptado para determinação desse elemento em concentrados de pirocloro de Araxá. O processo usava, como diluente, um tampão espectrográfico denominado “base de pegmatito”, pela propriedade que tem de reduzir amostras e padrões a um mesmo tipo de matriz, além de permitir o uso do zircônio como padrão interno. Essa nova metodologia do padrão interno foi discutida, em 1954, na Pittsburgh Conference on Analytical Chemistry and Applied Spectroscopy, e acabou se tornando “figura de livro” (Ahrens e Taylor, 1961). Os trabalhos de laboratório relativos ao pirocloro de Araxá terminaram em 1957, conjugando análises instrumentais e análise por via úmida e cujos resultados constam do relatório final de pesquisa de D. Guimarães (1957), um dos trabalhos de pesquisa mineral dos mais bem sucedidos no país. Foram localizadas, naquela época, 4.643.000 toneladas de óxido de nióbio.

Elementos-traços

Voltando ao assunto Goldschmidt, vamos observar que os seus importantes estudos pioneiros sobre a distribuição de elementos-traços na crosta da terra se desenvolveram entre os anos de 1930 e 1937. O resultado dessas pesquisas juntamente com os métodos espectrográficos que foram especialmente criados foram publicados parceladamente em alemão, pela Academia de Ciências de Gottingen, Alemanha, e, depois, em norueguês, após sua volta para Oslo. Com o início da Segunda Guerra, a divulgação desses trabalhos ficou grandemente prejudicada (Strock, 1969) e esses conhecimentos só foram publicados em inglês e avidamente disputados, quando apareceu sua obra póstuma “Geochemistry” (editada por Muir, 1954). Acontece, entretanto, que Guimarães lia alemão e estava sempre em dia com os avanços em Göttingen, pois ele recebia as separatas da Academia, provavelmente através de C. W. Correns, com quem se correspondia. Examinando o acervo documental deixado por Guimarães e que está sob a guarda do Museu de Mineralogia Professor Djalma Guimarães, podemos encontrar algumas dessas publicações originais, com marcações e grifos feitos por ele.

O interesse de Guimarães pelos estudos de elementos-traços, com o emprego da espectrografia de emissão óptica, vem desde a década de 30 (portanto, contemporaneamente a Goldschmidt), quando ele estuda, com Bruno Lobo (Guimarães, 1934), os satélites do diamante. Nos levantamentos geoquímicos de Araxá (sobre os quais já nos referimos), o ITI foi o pioneiro na introdução da varredura espectrográfica no Brasil, seguindo-se vários outros trabalhos sobre distribuição de elementos-traços (Guimarães e Dutra, 1961, 1962a, 1962b, 1964a, 1964b, 1969), respectivamente em charnockitos, em rochas alcalinas do Brasil, em matamorfitos da Chapada Grande, BA, e em rochas da Série Bambuí.

Além desses trabalhos, foram realizados inúmeros outros com base em análises espectrográficas do ITI, dentro de um programa com o U. S. Geological Survey, destacando-se: estudos geoquími-

cos de granitos do Quadrilátero Ferrífero (Herz e Dutra, 1958), seguindo-se um trabalho de maior fôlego com as primeiras investigações de elementos-traços no escudo brasileiro (Herz e Dutra, 1960), que foi acolhido pela revista *Geochimica Cosmochimica Acta*. Neste último, foram descritos os métodos usados nas determinações e comparados os resultados de 17 elementos-traços de nossos granitos com os valores de abundância já levantados em outros escudos. Os mesmos resultados foram também usados para correlação de corpos graníticos separados por grandes distâncias. Análises para distribuição de elementos-traços em rochas diversas podem ainda ser encontradas em Dutra e Grossi Sad (1964), Ruegg e Dutra (1965, 1970), Gomes e Dutra (1969, 1970). Análises para estudos de cristalochimica e para petrologia encontram-se nas pesquisas de geotermometria (Herz e Dutra, 1964), geoquímica de cianita e de feldspato (Herz e Dutra, 1960, 1964), além de uma dezena de outros trabalhos. Em Dutra (1961), são reportados os resultados de elementos-traços de zircões de proveniências diversas, alguns com teores anômalos de háfnio, chegando a alcançar 11,0% de HfO₂, os mais altos reportados no país.

Geocronologia

Até a década de 40, as determinações de idade de rochas por desintegração radioativa requeriam dosagens muito precisas de urânio, tório e chumbo nos minerais radioativos, quase sempre provenientes de pegmatitos. Ainda que o processo fosse teoricamente correto, o seu emprego, na prática, apresentava sérios inconvenientes, devido à possibilidade de perdas naturais de elementos radiogênicos, resultando daí sérios erros. Guimarães e Florêncio se envolveram durante vários anos no estudo desses problemas e no estabelecimento das melhores condições para se obterem resultados válidos. Contavam com a participação de Fernando Peixoto, um dos melhores geoanalistas de “via úmida” que nosso país já conheceu (discípulo de Caio Pandiá, Peixoto foi, durante quase 20 anos, o analista preferido de

Djalma, participando de todas as pesquisas que demandavam análises refinadas). Os trabalhos principais de geocronologia desse período foram: Guimarães (1948, 1949), Florêncio (1949), Peixoto e Guimarães (1952, 1953), Brajnikov e Guimarães (1952), Guimarães e Florêncio (1949).

No início da década de 60, as determinações de idade de rocha por métodos químicos já haviam caído em desuso, suplantadas pelo aparecimento dos processos de determinação direta dos isótopos envolvidos, mas de custo extremamente elevado. Havia, ainda, uma outra opção, que era um novo método denominado “chumbo-alfa” desenvolvido no U. S. Geological Survey. Devido à sua simplicidade, fácil instalação e baixo custo por amostra, o processo passou a ser intensivamente usado em vários países e teve uma sobrevida de aproximadamente 20 anos, desde que foi lançado por Larsen, Keevil e Harrison (1952). O método, com base em princípios da cristalochimica, assume que, com certas precauções, todo o chumbo no zircão é praticamente de origem radiogênica. Sua determinação poderia ser feita por espectrografia e o urânio e o tório poderiam ser dosados, indiretamente, pela medida da radioatividade alfa.

Não cabe, aqui, discutir a validade do método, pois o Boletim do Instituto de Geologia da Escola de Minas de Ouro Preto (dez./1966) publicou um volume especialmente dedicado à cronogeologia, onde aparecem seis artigos discutindo sua aplicação. O que se quer destacar é que, sob o ponto de vista químico analítico, o ITI, em tempo hábil, se adaptou com mais um método para continuar apoiando as pesquisas em cronogeologia, que já vinham desde 1949. Os trabalhos mais importantes dessa nova fase do laboratório de geocronologia do ITI são: Dutra (1966a, 1966b), Costa e Dutra (1966), Dutra e Guimarães (1966), Grossi Sad e Dutra (1966), Dutra e Costa (1966).

A decadência do ITI

No início dos anos 60, o quadro de químicos do ITI estava grandemente desfalcado pela aposentadoria dos mais

antigos, sem que houvesse recomposição com novos técnicos. Entretanto aumentava o seu quadro de pessoal não técnico, provenientes de outros departamentos do Estado, um peso que o Instituto não poderia suportar. Iniciou-se um irreversível processo de decadência, que rapidamente inviabilizou a existência do órgão.

Um registro importante devemos fazer aqui: até o início dos anos 50, não possuía o ITI nenhum técnico com pós-graduação e não tinha nenhum com viagem de especialização no exterior, pois ainda não havia essa tradição em nosso meio. Não existiam, como hoje, agências financiadoras para pesquisa como o BNDES, FINEP, CAPES, FAPESP, FAPEMIG e Banco Mundial. O CNPq estava, ainda, começando a se estruturar em 1951. As verbas que alimentavam as pesquisas do SPM e do ITI provinham, até essa época, das insignificantes dotações de orçamento do Estado. É difícil explicar como um órgão tão pobre de recursos, como o Instituto de Tecnologia Industrial, tenha deixado contribuição tão expressiva à nossa geociência. Mais difícil ainda é tentar explicar como um órgão desse valor tenha sido abandonado à sua própria sorte. A história desse Instituto está ainda por ser escrita. Quando se tentar recuperar a memória das geociências em Minas Gerais, não se poderá ignorar a sua importância, pois o que se relatou até aqui, neste artigo, se refere apenas à geoquímica analítica, um pequeno detalhe de suas atividades. Não se poderá desconhecer e deixar de computar os imensos rendimentos que vêm sendo até hoje auferidos pelo Estado e pela sociedade e que resultaram somente da apatita e do nióbio.

O Instituto de Pesquisas Radioativas

Paralelamente ao Instituto de Tecnologia Industrial, o Instituto de Pesquisas Radioativas (I. P. R.), da EEUFMG, passou, em 1954, a realizar pesquisas de minérios de urânio e, para isso, instalou laboratório de geoquímica analítica. O primeiro estudo de sucesso foi a adaptação do método do “fosfato-vanadato”

para determinação de traços de urânio (Pinto; Moysés; Teixeira, 1959) e, em seguida, Branco (1959) introduz entre nós os métodos colorimétricos de prospecção geoquímica usados no U. S. Geological Survey. A contribuição mais importante, entretanto, foi a de Clécio C. Murta na área da fluorescência de raio x que, além de ser introdutor da técnica entre nós, publicou a metodologia para análise de materiais associados ao nióbio de Araxá (Murta; Mendes; Ferreira, 1968) e (Murta, 1970). Clécio Murta foi também pioneiro na introdução da técnica de análise por microsonda eletrônica.

Os 30 anos do Geolab

Em meados da década de 60, havia uma crescente demanda por análise geoquímica em nosso meio, provocada pelo aumento dos investimentos em pesquisa mineral. O DNPM, em 1965, havia lançado o Plano Mestre Decenal, o que trouxe um grande impulso ao setor. A empresa GEOSOL – Geologia e Sondagens Ltda., detentora de vários contratos para exploração geoquímica e de sondagens, subitamente sentiu que o andamento de seus projetos estava sendo prejudicado pelo fato de demora em receber resultados analíticos e pela falta de laboratórios especializados em química analítica de elementos-traços. O Dr. Victor Dequech, presidente da GEOSOL, com sua conhecida visão empresarial, concluiu que a melhor solução seria montar o seu próprio laboratório. Partiu imediatamente para a ação.

De início, o Dr. Dequech convidou o autor dessas notas para planejar o novo laboratório, que, por sua vez, optou por usar a metodologia de análises geoquímicas que era usada no ITI, a mesma desenvolvida pelo USGS. O plano foi iniciar pela técnica espectrográfica quantitativa, que, na época, se mostrava a mais versátil e a que podia, em menor tempo, dar vazão aos grandes estoques acumulados. As técnicas mais sofisticadas, como determinações por via úmida e fluorescência de raio x, ficaram para a segunda etapa. Aconteceu, entretanto, que, no início de 1968, seis meses após a inauguração do laboratório, todo o estoque de amostras havia sido

processado e começou a aparecer alguma capacidade ociosa, sobrando espaço para atender a clientes externos. Dessa maneira, o GEOLAB se transformou no primeiro laboratório geoquímico de serviços do nosso país e passou a executar sua segunda etapa de expansão.

Nos anos 70 se podia sentir que a tecnologia de análise começava a progredir muito rapidamente, tornando-se muito dinâmica. Se nos anos 30, 40 e 50 ela se mantinha estável, sem grandes mudanças, como aconteceu com a espectrografia, a colometria e as técnicas eletrolíticas, mais recentemente, com a introdução de novas técnicas instrumentais, a química analítica começou a evoluir aceleradamente. Somente em termos de sensibilidade, estávamos observando que em cada cinco anos os limites de detecção dos elementos vinham baixando de uma ordem de magnitude. Além disso, as determinações se tornavam mais precisas e mais rápidas. Foi considerando esses fatores que o GEOLAB planejou a introdução, a curto prazo, das novas metodologias. Assim, em 1969, importou um espectrômetro de absorção atômica Atomsorb, um dos primeiros lançados no mercado, para poder iniciar o oferecimento de determinações de ouro pela nova técnica. Essa linha de trabalho foi possível graças à vinda do Eng. Químico Marcelo F. Cavalcanti, que também se incumbiu da implantação do laboratório de via úmida, trazendo sua experiência de longos anos no Instituto de Tecnologia Industrial. As análises para a exploração geoquímica, via absorção atômica, tiveram uma crescente demanda nos anos seguintes e, em 1985 o GEOLAB estava operando com 6 instrumentos, inclusive com um especialmente dedicado às técnicas de geração de hidretos e de vapor, para geoquímica de subtraços de arsênio, antimônio, selênio e mercúrio, que Cavalcanti introduziu no país em 1972. A demanda crescente por análise de As, Sb, Se e Hg (considerados elementos indicadores ou “path finders”) foi, seguramente, um indicativo de que estava acontecendo um refinamento na execução dos projetos de exploração geoquímica no Brasil. Outro refinamento na metodologia, introduzido nessa época pelo GEOLAB, foi o siste-

ma de “extrações seletivas”, aplicável a solos e sedimentos de corrente, constituindo-se em uma ferramenta indispensável para ajudar o planejamento na exploração geoquímica.

Nesse mesmo ano de 1972, o GEOLAB passa a realizar análises por fluorescência de raio x, com a importação de um espectrômetro seqüencial a vácuo, Geigerflex da Rigaku, tornando-se, agora, um laboratório integrado, com as principais técnicas da geoquímica analítica. A direção desse laboratório foi entregue ao Eng. Osmar da Luz Ferreira. Com esse espectrômetro passou-se a produzir análise completa de rocha com alta precisão e exatidão, ao se adotar o método de Rose (Rose et al., 1963) com amostras fundidas e com adição de lantânio para correção de efeitos de matriz. Uma descrição detalhada dos vários métodos e equipamentos usados no GEOLAB para análise de rochas e minérios por raio x foi feita por Dutra e Gomes (1984) e Ferreira e Donaldo (1985).

Em 1981, o GEOLAB instala seu primeiro espectrômetro de plasma, um ARL-35000 e, além de aplicá-lo em análises ambientais, levanta as condições para determinar subtraços de elementos de terras raras (ETR) em rochas. Quase simultaneamente com laboratórios americanos e europeus, o GEOLAB começa a oferecer esse tipo de análise (Dutra, 1984a e 1988b), apresentando os resultados no “Chondrite plot”, uma nova e poderosa arma para os estudos de petrogênese. Várias publicações foram geradas no GEOLAB, versando sobre distribuição de ETR em estudos de metalogênese (Grossi Sad e Dutra, 1989), em apatitas (Dutra e Formoso, 1995), em litogeoquímica (Dutra, Grossi Sad e Pedrosa Soares, 1986) e em padrões geoquímicos brasileiros (Dutra, 1989).

Em 1985, o GEOLAB iniciou um grande processo de expansão, com a construção da nova sede no bairro Olhos d'Água, com uma área três vezes maior que a anterior. Adquiriu um segundo espectrômetro de raio x, um Philips 1480, o mais avançado da série, e um espectrômetro de plasma simultâneo, TJA ICAP-61, com 36 canais, para ser usado principalmente em geoquímica multielementar.

Foram instalados 6 laboratórios de via úmida com dois deles destinados a análises ambientais, que ficaram sob a direção da Eng. Química Moema Dequech.

Metais nobres

Com a nova sede, o GEOLAB instalou um departamento para análises de metais nobres pelo clássico processo de “fire-assay”, com as determinações finais por absorção atômica ou ICP. Continuou, entretanto, a executar determinações de ouro com tratamento por água régia/AA, para fins de exploração geoquímica e também elementos do grupo da platina em níveis de ppb com finalização por espectrografia. Em 1988 - há 14 anos portanto -, o GEOLAB introduziu no país o sistema BLEG (bulk leach extractable gold), um processo analítico para exploração geoquímica de ouro para regiões áridas e semi-áridas. Desenvolvido primeiramente na Austrália, o método apresenta um limite de detecção extremamente baixo de 0,03 ppb (ou 30 partes por trilhão), quando a finalização é feita por emissão óptica.

Um artigo onde se levantou a história dos 30 anos do GEOLAB, com maiores detalhes sobre seus métodos, muitos dos quais foram disponibilizados pela primeira vez em nosso país, pode ser encontrado no boletim “Geosol Notícias”, n. 7, mar./abr. 2001. A equipe pioneira de químicos, que deu o *start-up* ao laboratório (Cláudio V. Dutra, Dayse O. Lima e Marcelo Cavalcanti) e que durante esses 30 anos o dirigiu tecnicamente, já se aposentou, como também o geólogo Arnaldo C. Gramani, que era seu Diretor Administrativo. Na área de raio x e de absorção atômica, ficaram Donaldo de Moraes e Geraldo Raimundo, respectivamente, e, na direção geral, a Eng. Química Nádia Perdigão. No Laboratório de ICP, ficaram Sérgio Pelucci e Valéria Lobo.

O laboratório brasileiro, GEOLAB, lançado pela GEOSOL nos anos 60, pode ser considerado um continuador da velha tradição do ITI, porque absorveu vários de seus técnicos e muito de sua metodologia analítica. Esteve presente em quase todos os projetos de exploração mineral em nosso país, investindo sempre no desenvolvimento de novos

métodos e introduzindo em nosso meio novas tecnologias. Em 1997, era um laboratório moderno, altamente capacitado e com excelente nome na comunidade geocientífica. Estava pronto para um salto maior, que era o de se projetar no campo internacional. Foi quando se associou ao laboratório canadense, Lakefield Research.

Agradecimentos

Agradecemos ao geólogo J. H. Grossi Sad e ao Eng. Antonio de Pádua Vianna Clementino pelas discussões em torno do assunto desse trabalho.

Referências Bibliográficas

- AHRENS, L. H., TAYLOR, S. R. *Spectrochemical Analysis*. Addison-Wesley Publishing Co., 1961. p. 216-217.
- ANDRADE JÚNIOR, I. F. Radioatividade das fontes minerais de Araxá. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.8, n.1, p. 61-74, 1936.
- BRAJNIKOV, Boris, GUIMARÃES, Djalma. Notes sur le problème chronogeologique. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.24, n.3, p. 211-214, 1952.
- CAMPOS, Milton. *Dosagem colorimétrica de fosfato em águas minerais*. Instituto de Tecnologia Industrial. n. 17, 1954. (Avulso).
- CASTRO, Celso, FLORÊNCIO, W. Águas Santas de Tiradentes, MG. In: *Mineração e Metalurgia*. v.6, n.34, p. 166-168, 1942.
- CASTRO, Celso, FLORÊNCIO, W. Radioatividade da fonte de água mineral D. Pedro - Caxambu, MG. In: *Rev. Min. Engenharia*. Belo Horizonte, v.5, n. 31-32, p. 18-20, 1942.
- CASTRO, Celso, FLORÊNCIO, W. Águas termais de Itaú. In: *Rev. Brasileira de Química*. ano 12, v. 24, n.143, p. 253-256, 1947.
- CASTRO, Celso, FLORÊNCIO, W. Uranimite em Minas. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.15, n.1, p. 19-29, 1943.
- CASTRO, Celso, FLORÊNCIO, W. Águas minerais de Tapira, Sacramento, MG. In: *Mineração e Metalurgia*. v.8, n.43, p. 49, 1944.
- COSTA, M. T., DUTRA, C. V. Idade da Série Minas. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966b.
- COSTA, M. T., DUTRA, C. V. Idade chumbo-alfa de zircões do maciço alcalino do Matola, São João Del Rei, Minas Gerais. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966b.
- DUTRA, Bernadete Sirangelo. *Bibliografia e índice da geoquímica no Brasil*. CTCGQ/SBG/MG. n. 1, 1981.
- DUTRA, C. V. Dois fluorímetros simplificados para determinação de urânio. In: *Bol. Instituto de Pesquisas Radioativas*. Belo Horizonte, n. 10, 1958.
- DUTRA, C. V. Spectrochemical studies on some brazilian zircons. In: *Bol. da Sociedade Brasileira de Geologia*. v. 10, n.1, p. 25-37, 1961.
- DUTRA, C. V. Método chumbo-alfa e idades de zircões

- do maciço alcalino de Poços de Caldas, Minas Gerais. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966a.
- DUTRA, C. V. Idades chumbo-alfa de zircões associados às rochas piroclásticas de Desemboque, Minas Gerais. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966b.
- DUTRA, C. V. Método para determinação de traços e subtraços de terras raras em rochas por espectrometria de plasma (ICP): aplicação em petrogênese. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 33. *Anais...* n.4, p. 4792-4805, 1984a.
- DUTRA, C. V. Pirocloro de Araxá: certidão de nascimento e outros assentamentos. In: Contribuições à geologia e petrologia. *Boletim Especial do Núcleo de Minas Gerais - SBG*. 1985. p. 3-4.
- DUTRA, C. V. Geoquímica analítica dos elementos de terras raras. Aplicação da espectrometria de plasma - ICP. *Geoquímica dos elementos de terras raras no Brasil*. CPRM/DNPM/SBGq, 1989b. p. 7-20.
- DUTRA, C. V. Preliminary rare earth determinations on 14 Brazilian and one Venezuelan reference geological material. In: *Geochimica Brasiliensis*. v.3, n.2, p. 81-91, 1.989
- DUTRA, C. V., DUTRA, Cordélia. Trabalho analítico sobre o pirocloro de Araxá e Tapira, MG. *Bol. Instituto de Tecnologia Industrial*. n. 20, p. 58, 1958.
- DUTRA, C. V., FORMOSO, M. L. L. Considerações sobre os elementos terras raras em apatitas. In: *Geochimica Brasiliensis*. v.9, n.2, p. 185-199, 1995.
- DUTRA, C. V., GROSSI SAD, J. M., SOARES, A. C. P. Terras raras em litogeoquímica - 1, exemplo de esquemas de distribuição em rochas graníticas. *Rev. Brasileira de Geologia*. v.16, n.1, p. 224-228, 1986.
- DUTRA, C. V., MURATA, K. J. Spectrochemical determination of thorium in monazite by the powder - d. c. arc technique. *Spectrochimica Acta*. London. v.6, p. 373-382, 1954.
- FLORÊNCIO, W. Águas minerais. *Bol. Serviço de Produção Mineral*. Sec. Agr. de Minas Gerais. n.1, 1943.
- FLORÊNCIO, W. Nova fonte radioativa do Barreiro, Araxá, MG, "águas da bomba". In: ANAIS DA ACADEMIA BRASILEIRA DE CIÊNCIAS. v.19, n.4, p. 315-319, 1947.
- FLORÊNCIO, W. Nova fonte radioativa do Barreiro, Araxá. *Instituto de Tecnologia Industrial*. n.7, p. 12, 1948.
- FLORÊNCIO, W. *Uraniníta no Brasil*. Instituto de Tecnologia Industrial. Belo Horizonte. n.4, p. 23, 1948a. (Avulso).
- FLORÊNCIO, W. *Marcha analítica dos minerais do grupo da betafita*. Instituto de Tecnologia Industrial. Belo Horizonte, n.8, 1948b. (Avulso).
- FLORÊNCIO, W. *Cronogeologia dos pegmatitos brasileiros*. Instituto de Tecnologia Industrial, n.9, p. 21, 1949. (Avulso).
- FLORÊNCIO, W. Alvorolita: um novo mineral do grupo dos tantalatos. In: *Academia Brasileira de Ciências*. v.24, n.3, p. 261-265, 1952a.
- FLORÊNCIO, W. Uma nova variedade de zirconita. In: *Academia Brasileira de Ciências*. v. 24, n.3, p. 249-259, 1952b.
- GOLDSCHMIDT, V. M. *Geochemistry*. Oxford: Clarendon, 1954.
- GOMES, Celso de Barros, SANTINI, P., DUTRA, C. V. Petrochemistry of a precambrian amphibolite from the Jaraguá área, São Paulo, Brazil. *The Journal of Geology*. v.72, n.5, p. 664-680, 1964.
- GORCEIX, H. Estudo químico geológico das rochas do centro da província de Minas Gerais. In: *Anais da Escola de Minas*. Ouro Preto, n.1, p. 1-12, 1881.
- GORCEIX, H. Estudo químico e mineralógico das rochas dos arredores de Ouro Preto. In: *Anais da Escola de Minas*. Ouro Preto, n.2, p. 7-23, 1883.
- GORCEIX, H. Notícias sobre cascalhos diamantíferos. In: *Anais da Escola de Minas*. Ouro Preto, n.3, p. 195-207, 1884.
- GORCEIX, H. Estudos sobre a monazita e a xenotima do Brasil. In: *Anais da Escola de Minas*. Ouro Preto, n.4, p. 29-48, 1885.
- GROSSI SAD, J. H., DUTRA, C. V. Distribuição de traço-elementos em rochas supra e infracrustais da Quadrícula de Cuiete e Conselheiro Pena, MG. In: *Cong. Bras. de Geologia*. Poços de Caldas, 1964. (Resumo).
- GROSSI SAD, J. H., DUTRA, C. V. Idades chumbo-alfa de zircões de rochas infra e supra crustais do Estado de Minas Gerais. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966b.
- GROSSI SAD, J. H., DUTRA, C. V. *Fracionamento dos elementos terras raras e suas aplicações em metalogênese: comportamento em sistemas diversos*. CPRM/DNPM/SBGq, 1989. p. 124-141.
- GUIMARÃES, Djalma. Sobre um processo de separação do urânio, do zircônio, tântalo, nióbio, titânio, ferro, manganês, chumbo, estanho, cobre, níquel e cromo. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.1, n.4, p. 198-200, 1929.
- GUIMARÃES, C. P. Análise na classificação dos nióbio-tantalatos. *Mineração e Metalurgia*. v. 3, n.13, p. 39, 1938.
- GUIMARÃES, C. P. Djalmaite a new radio-active mineral. *The Amer. Mineralogist*. v.26, n.5, p. 343-346, 1941.
- GUIMARÃES, C. P. Marcha analítica para os tântalo-niobatos. *Mineração e Metalurgia*. v.6, n.31, p. 41-45, 1941.
- GUIMARÃES, C. P. Brazilianite and calogerasite (a discussion to restore the truth as to their discovery). *Bol. Instituto de Tecnologia Industrial*. n.3, p. 39-51, 1948.
- GUIMARÃES, Djalma. *À margem de "os satélites do diamante"*. Dep. dos Serviços Geográfico e Geológico de Minas Gerais, 1934.
- GUIMARÃES, Djalma. Age determination of quartz veins and pegmatite in Brazil. *Economic Geology*. v.53, n.2, 1948.
- GUIMARÃES, Djalma. Relatório sobre a jazida de pirocloro de Barreiro, Araxá, Minas Gerais. *Bol. DNPM/DFPM*. n.103, 1957.
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. *Ainda sobre a gênese dos charnokitos*. Belo Horizonte: Instituto de Tecnologia Industrial, n. 22, 1961. (Avulso).
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. Distribuição de alguns constituintes menores nas rochas alcalinas do Brasil. In: *Bol. Sociedade Brasileira de Geologia*. v.11, n.1, p. 5-26, 1962a.
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. Contribuição à geoquímica das rochas alcalinas do Brasil. *Bol. DNPM/DFPM*. Rio de Janeiro, n.112, 1962b.
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. *Contribuição à petrografia e geoquímica da jazida estanífera de Ipameri - Goiás*. DNPM/DFPM, n. 86, 1964. (Avulso).
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. *Petrologia e geoquímica de metamorfitos proterozóicos da Chapada Grande, Bacia do São Francisco - Oeste da Bahia*. DNPM/DFPM, n.86, 1964a.
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. Idade do maciço alcalino de Itatiaia, Minas Gerais. In: *Bol. Instituto de Geologia*. EFMOP, v.1, n. 3-4, 1966b.
- GUIMARÃES, D., DUTRA, C. V. Contribuição ao estudo da série Bambuí, DNPM. *Bol. DNPM*. n.234, 1969.
- GUIMARÃES, Djalma, FLORÊNCIO, W. L'age de quelques pegmatites brésiliennes. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.2 n.4, p. 315-328, 1949.
- GUIMARÃES, Maurício, OLIVEIRA, Marcelino. Apatita de Araxá, Considerações sobre algumas marchas analíticas. *Bol. Instituto de Tecnologia Industrial*. n. 16, p.43, 1954.
- HERZ, Norman, DUTRA, C. V. Preliminary spectrochemical and age determination results on some granitic rocks of the Quadrilátero Ferrífero, MG, Brazil. *Bol. SBG*. v.7, n.2, 1958.
- HERZ, Norman, DUTRA, C. V. Minor element abundance in part of Brazilian shield. In: *Geochimica et Cosmochimica Acta*. v.21, p. 81-89, 1960.
- HERZ, Norman, DUTRA, C. V. Trace elements in alkali feldspars, Quadrilátero Ferrífero, Minas Gerais, Brazil. In: *The American Mineralogist*. v.51, p. 1593-1607, 1964.
- HERZ, Norman, DUTRA, C. V. Geochemistry of some kyanites from Brazil. In: *The American Mineralogist*. v.49, p. 1290-1305, 1964.
- INGERSON, Earl. Geochemical work of the geochemistry and petrology branch U. S. Geological Survey. *Geochimica et Cosmochimica Acta*. v.5, p. 20-39, 1954.
- LARSEN E. JR., KEEVIL, N. B., HARRISON, H. C. Method of determining the age of igneous rocks using the accessory minerals. In: *Geol. Soc. America Bull.* v.63, p. 1045-1052, 1952.
- MURTA, Clécio. *Aplicação da espectrometria por fluorescência de raio-x à dosagem de urânio e elementos associados*. Belo Horizonte: UFMG, 1970.
- MURTA, C., MENDES, B., Ferreira, O. L. Aplicação da fluorescência e difração de raio x no estudo de minérios complexos de Araxá. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GEOLOGIA, 22. *Anais...* Belo Horizonte, 1968.
- OLIVEIRA, J. Marcelino. *Dosagem de vanádio pelo tanino - análise da vanadinita, descloisita e willentia*. Instituto de Tecnologia Industrial. n. 18, 1954. (Avulso)
- OLIVEIRA, Saturnino. Laboratório de docimasia da Escola de Minas de Ouro Preto. *Rev. Ind. MG*. v.4 n.23, p. 299, 1897.
- PEIXOTO, F., GUIMARÃES, Djalma. Problemas de cronogeologia. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.27, n.3, p. 215-225, 1952.
- PEIXOTO, F., GUIMARÃES, Djalma. Problemas de Cronogeologia. *Instituto de Pesquisas Radioativas*. n. 1, p 35, 1953.
- PINTO, Cássio Mendonça, MOYSÉS, Edith, TEIXEIRA, Edson Ribeiro. *Determinação de pequenos teores de urânio em minérios pelo processo fosfato-vanadato*. Instituto de Pesquisas Radioativas. [s.n], 1958.
- ROSE, H. J., ADLER, I., FLANAGAN, F. X-ray fluorescence of the light elements in rocks and minerals. *Appl. Spectry*. v.17, p. 81-85, 1963.
- RUEG, N., DUTRA, C. V. Short note on trace elements content of undifferentiated basaltic rocks of State of São Paulo, Brazil. In: *Anais da Academia Brasileira de Ciências*. v.37, n.3-4, 1965.
- RUEG, N., DUTRA, C. V. Novas análises de alguns elementos traços em rochas basálticas da Bacia do Paraná. *Ciência e Cultura*. v.22, n.1, p. 15-20, 1970.
- STROCK, Lester W. Quantitative dc arc spectrochemical analysis: history of its development in the decade 1930-40. *Applied Spectroscopy*. v.23, n.4, p. 309-316, 1969.