XXX Encontro Anual de Iniciação Científica
VII Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior
eaic 2021

USO DO MÉTODO DE RIETVELD NA QUANTIFICAÇÃO DE AMOSTRAS COMPOSTAS POR GOETHITA E CAULINITA

Isabel Borges da Rocha (PIBIC/CNPq), Alessandro de Melo, Thalisson César Wiertel, André Maurício Brinatti (orientador), e-mail: brinatti@uepg.br

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Física

Ciências Exatas e da Terra/Física/Física da Matéria Condensada

Palavras-Chave: *Mineral, Fluorescência de raios X, Difração de raios X, Infravermelho.*

Resumo

No presente trabalho foram analisadas três amostras de proporções desconhecidas, devido ao processo de preparação, de caulinita e goethita na forma sólida e pulverizada. Foram utilizadas as seguintes técnicas: Fluorescência de Raios X para análise elementar, Infravermelho para auxiliar na identificação mineral, e o Método de Rietveld com dados de Difração de Raios X e o programa computacional "General Structure Analysis System" que forneceu a proporção desses minerais em cada amostra e indicou a presença de muscovita.

Introdução

A escolha dos minerais, goethita (Go), FeO(OH), e caulinita (Ka), $Al_2Si_2O_5$ $(OH)_4$, deve-se a importância e presença deles em solos brasileiros. Amostras de proporções desconhecidas, devido ao processo de mistura e peneiramento, de Ka e Go foram analisadas a fim de estabelecer as suas composições pelo Método de Rietveld com dados de Difração de Raios X (MR-DRX) e o programa computacional "General Structure Analysis System" (GSAS) (LARSON,; VON DREELE, 2004) e continuar o estudo iniciado por Melo *et al.* (2020). Como técnicas auxiliares foram utilizadas: Fluorescência de Raios X por Dispersão de Comprimento de Onda (WDXRF) e por Dispersão de Energia (EDXRF) para análise elementar, e Infravermelho (FTIR) para auxiliar na identificação mineral.

Material e Métodos

Para as análises de WDXRF, EDXRF e FTIR as amostras foram em triplicatas, e realizadas conforme Melo *et al*. (2020). A coleta de dados para a determinação das proporções de Ka e Go nas amostras pelo MR-DRX foi num Difratômetro RIGAKU, modelo: Ultima IV, com radiação de Cu Kα1 (λ= 1,5406 Å), voltagem de 30 kV, 100 mA, fenda de divergência = 1°, divergência horizontal: 10 mm, espalhamento = 1°, recepção: 0,15 mm; no modo passo a passo, passo de 0,02º, tempo de amostragem de 5 s, de 3º a 100º. Os dados foram utilizados no GSAS, o qual forneceu a proporção de Ka e Go em cada amostra.

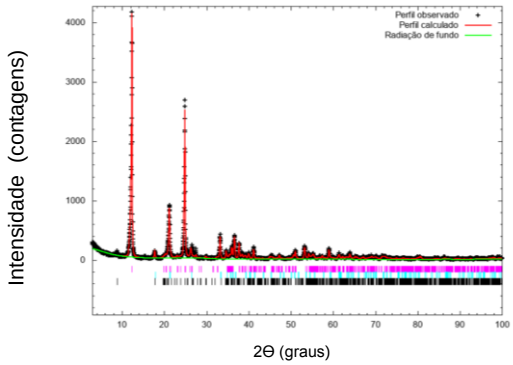
Resultados e Discussão

Da análise MR-DRX, foi possível determinar a presença e as respectivas porcentagens em peso dos minerais Ka, Go, que eram esperados, e muscovita (Mu). Os resultados das porcentagens em peso e o índice de qualidade do refinamento S para as três amostras são apresentados na Tabela 1, e o gráfico do refinamento para a amostra 4.1, está na Figura 1. A FTIR indicou a presença de Ka e Go, como esperado. Porém, pelas técnicas WDXRF e EDXRF foi possível detectar a presença dos principais elementos: Al, Si, Fe e K. A presença do K deve-se a existência de (Mu) nas amostras conforme indicado por Melo *et al.* (2020).

Tabela 1. Composição das amostras por MR-DRX.

	Amostra (% em peso)		
Mineral	KA1GO1	KA3GO1	KA4GO1
Caulinita	37,0±0,1	46,3±0,1	65,0±0,01
Goethita	63,0±0,1	53,7±0,1	35,0±0,1
Muscovita	0,027±0,001	0,023±0,0001	0,039±0,001
S	1,32	1,45	1,59

Figura 1. Gráfico do MR-DRX da amostra KA4GO1.



Conclusão

Foi possível determinar a proporção de Ka e Go nas amostras e a confirmação de Mu em quantidades pequenas, mas a sua inserção melhorou o índice S.

Agradecimentos

Ao grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais (FASCA) e ao C-Labmu e laboratoristas por todo apoio e suporte no desenvolvimento do trabalho. Ao CNPq pela bolsa de iniciação científica e apoio financeiro.

LARSON, A.C.; VON DREELE, R. B. General structure analysis system (GSAS). Los Alamos: Los Alamos National Laboratory, 2004.
MELO, A.; SAAB, S.C.; PIRES, L.F.; BRINATTI, A.M. Caracterização de goethita e de caulinita por espectroscopias e difração de raios X In: XXIX Encontro Anual de Iniciação Científica VI Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior - EAIC 2020, 2020, Ponta Grossa - PR. Anais – XXIX Encontro Anual de Iniciação Científica VI Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior - EAIC 2020. Ponta Grossa - PR: UEPG, 2020. v.1. p.1 – 1. Disponível em:https://siseve.apps.uepg.br/storage/eaic2020/9_Alessandro_de_Melo160410240170762.pdf . Acesso em: 28 abr. 2021.