

UNIVERSIDADE FEDERAL DE RORAIMA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUACÃO
PROGRAMA DE POS-GRADUACÃO EM FISICA

ALBANIRA CORDEIRO DE ARAÚJO

MINERALOGIA E MAGNETOMETRIA DE SOLOS
RORAIMENSES

BOA VISTA- RR.

2012

ALBANIRA CORDEIRO DE ARAÚJO

MINERALOGIA E MAGNETOMETRIA DE SOLOS
RORAIMENSES

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física, da Universidade Federal de Roraima, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Física. Área de concentração: Matéria Condensada.

Orientados: Prof. Dr. Cássio Sanguini Sergio

BOA VISTA- RR.
2012

ALBANIRA CORDEIRO DE ARAÚJO

MINERALOGIA E MAGNETOMETRIA DE SOLOS RORAIMENSES

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física, da Universidade Federal de Roraima, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Física. Área de concentração: Matéria Condensada. Defendida em 15 de dezembro de 2012 e avaliada pela seguinte banca examinadora.

Prof. Dr. Cássio Sanguini Sergio - Orientador
Departamento de Física/UFRR

Prof. Dr. Roberto Câmara de Araújo
Departamento de Física/UFRR

Prof. Dr. Fabio Luiz Wankler
Departamento de Geologia/UFRR

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Biblioteca Central da Universidade Federal de Roraima

A663m Araújo, Albanira Cordeiro de

Mineralogia e magnetometria de solos roraimenses /
Albanira Cordeiro de Araújo. -- Boa Vista, 2012.

83 p. : il.

Orientador: Prof. Dr. Cássio Sanguini Sergio.
Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de
Roraima, Programa de Pós-Graduação em Física.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, como reconhecimento das minhas limitações.

Às minhas filhas como fonte de força.

Ao Dr. Ciro de Souza Magalhães, pesquisador da EMBRAPA, pelo apoio nas coletas das amostras.

Ao meu orientador pela colaboração e pelo incentivo.

Todos os meus colegas, em especial Gilmar Alves pelo apoio dado no laboratório de física.

No mesmo ritmo em que a humanidade
domina a natureza, o homem parece se
tornar escravo de outros homens ou de
sua própria infâmia.

Karl Marx

RESUMO

Difratometria de raios X (processo de mensuração da difração de raios X) e magnetometria (processo de mensuração da magnetização) foram utilizados como técnicas experimentais para aprofundar o conhecimento sobre os solos de Roraima Central: Foram coletadas amostras de solos nas proximidades da Serra Nova Olinda e da Fazenda Belo Horizonte (regiões de Formação Boa Vista influenciadas por afloramentos da Formação Apoteri), na vizinhança da Serra do Tucano (região de Formação Boa Vista com forte influência de afloramentos da Formação Serra do Tucano e Apoteri), na região de Amajari (Formação Grupo Cauarane) e amostras na região de Mucajai (Formação Mucajai). Os solos apresentam os óxidos de ferro predominantes são: hematita, goethita, maghemita e magnetita. E os minerais não férricos foram identificados, como a caulinita, o quartzo. O diâmetro médio dos cristais, na caulinita, foi estimado em função da profundidade do solo coletado. Através das curvas de magnetização das amostras dos concentrados magnéticos classificamos os domínios magnéticos dos solos que apresentaram magnetização espontânea em dois grupos: domínio múltiplo (MD) e pseudo-domínio simples (PSD).

Palavras-chave: Física experimental. Difratometria. Magnetometria. Solos.

ABSTRACT

Diffraction ray X (process measurement of X ray diffraction) and magnetometry (process measurement of the magnetization) were used as experimental techniques to increase knowledge of the soils of Central Roraima: Soil samples were collected near the Nova Olinda mountain range and Belo Horizonte ranch (regions of Boa Vista Formation outcrops influenced by the Apoteri Formation) in the neighborhood of Serra do Tucano (training Boa Vista region with strong influence of the Formation outcrops Tucano and Apoteri mountain range) in the region of Amajari (Cauarane formation group) and samples in the region of Mucajai (Mucajai formation). The soils showed a predominance of iron oxides: hematite, goethite, maghemite and magnetite. Also non-ferrous minerals were identified as kaolinite, quartz. The average diameter of the crystals, the kaolinite was estimated as a function of soil depth collected. Through the magnetization curves of samples of concentrated magnetic fields magnetic classify soils that showed spontaneous magnetization in two groups: multiple domain (MD) and pseudo-single domain (PSD).

Key-words: Experimental Phisic. Diffraction. Magnetometry. Soils.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Características das amostras Pasto e Mata.....	52
Tabela 2 - Dados do DMC da reflexão $12^{\circ}20'$ da Caulinita das figuras 16, 17 e 18.....	56
Tabela 3 Parâmetros de Histeresse das amostras de concentrados magnéticos.....	58
Quadro 1 Mapa Geológico de Roraima.....	39

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação de uma onda eletromagnética.....	17
Figura 2 – radiografia de uma mão humana.....	18
Figura 3 – representação da difração e interferências de ondas.....	20
Figura 4 – Representação de uma rede de difração.....	21
Figura 5 – Célula unitária do NaCl.....	23
Figura 6 – Cristal atingido por um feixe de Raios X.....	24
Figura 7 – Representação da difração dos Raios X.....	26
Figura 8 – Esquema representativo de uma curva de magnetização.....	30
Figura 9 – Levantamento Geológico Básico do Brasil.....	33
Figura 10 - Mapa dos Domínios Litoestruturais de Roraima.....	37
Figura 11 – Ponto de coleta das amostras Mata e Pasto.....	40
Figura 12 – Tamanho da cova e coordenadas das amostras nos campos da EMBRAPA.....	41
Figura 13 – Pontos de coleta. Tbv: Formação Boa Vista; Kst: Formação Serra do Tucano; KTTa: Formação Apoteri.....	42
Figura 14 – Amostra de solo com magnetização espontânea.....	44
Figura 15 – Equipamento de Raios X disponível no Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Federal de Roraima.....	47
Figura 16 – Difratogramas de Raios X das amostras Mata.....	53
Figura 17 – Difratograma de Raios X das amostras Pasto.....	53
Figura 18 – Difratogramas de Raios X das amostras Bv, BF61, BF114 e AJ.....	54
Figura 19 – Diâmetro médio dos cristais da caulinita em função da profundidade	

dos pontos de coleta.....	55
Figura 20 – Parâmetros de histeresse em um diagrama de Day.....	60
Figura 21 – Curva de magnetização das amostras dos concentrados magnéticos....	61
Figura 22 – Difratoformas de Raios X de possível amostra contendo elementos de terras raras.....	66

SUMÁRIO

1. CARACTERIZAÇÃO POR DIFRATOMETRIA E MAGNETOMETRIA:.....	13
1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS.....	13
1.2 DIFRATOMETRIA.....	14
1.3 DIFRAÇÃO E INTERFERÊNCIA DE ONDAS.....	19
1.4 REDES DE DIFRAÇÃO	21
1.5 DIFRAÇÃO DE RAIOS X E A LEI DE BRAGG.....	22
1.6. DIÂMETRO MÉDIO DE CRISTAL.....	28
2. GEOLOGIA E PEDOLOGIA DE RORAIMA.....	31
2.1 SOLOS.....	31
2.2 CLASSIFICAÇÃO DOS SOLOS.....	35
2.3 PROPIEDADES FÍSICAS DO SOLO.....	35
2.4 TEXTURA, GRANULOMETRIA E FORMA DOS GRÃOS.....	36
2.5 PLASTICIDADE.....	36
3. MATERIAL E MÉTODOS EXPERIMENTAIS.....	40
3.1 PONTOS DE COLETA.....	40
3.2 TRATAMENTO.....	43
3.2.1 SECAGEM.....	43
3.2.2 SEPARAÇÃO MAGNÉTICA.....	43
3.2.3 PROCEDIMENTO PARA SEPARAÇÃO DO SOLO.....	44
3.3 ARRANJO EXPERIEMNTAL.....	46
3.4 OBTENÇÃO DO DIFRATOGRAMA.....	48
3.4.1 PRIMEIRA PARTE.....	48
3.4.2 SEGUNDA PARTE.....	49
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	50
4.1 ESTUDO DA CAULINITA.....	50

4.2 ESTUDO DOS ÓXIDOS DE FERRO.....	56
CONCLUSÕES.....	64
PERSPECTIVAS.....	65
REFERÊNCIAS.....	67
ANEXOS.....	72
ANEXO A.....	73
ANEXO B.....	74
ANEXO C.....	75
ANEXO D.....	76
ANEXO E.....	77
ANEXO F.....	78
ANEXO G.....	80
ANEXO H.....	82

1. CARACTERIZAÇÃO POR DIFRATOMETRIA E MAGNETOMETRIA

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS.

Os solos vistos através de difratogramas e técnicas de magnetização, em Roraima, despertam interesse por sua relevância por nos mostrar sua formação e capacidade de magnetização.

Temos por objetivos determinar os parâmetros de histerese de solos magnéticos do estado de Roraima, e estudar a variação destes parâmetros ao longo do perfil desses solos.

Este estudo visa determinar o grau de cristalinidade das caulinitas através da determinação dos seus DMC, através da fórmula de Scherrer.

Nosso estudo tomou por base teórica, o que conhecemos de difração e interferência de ondas, redes de difração, difração de Raios X e a lei de Bragg, diâmetro médio de cristal e magnetometria, na base de afirmações que foram feitas tivemos coleta das amostras, tratamento, arranjo experimental e os difratogramas obtidos a partir das medidas feitas em laboratório.

Por conclusões temos o resultado da comparação feita entre o estudo da caulinita e óxidos de ferro e resultados obtidos.

1.2 DIFRATOMETRIA

Acidentalmente, os Raios X foram descobertos em 1895 pelo físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923) quando estudava experimentalmente o fenômeno da luminescência produzida por raios catódicos em um tubo de Crookes (NUSSENZVEIG, 2002). Praticamente na mesma época apareceram ideias de que sólido cristalino os átomos são organizados em um arranjo regular com espaçamentos entre os átomos com a mesma ordem de grandeza do comprimento de onda dos raios X (YOUNG E FREEDMAN, 2004).

O tubo de raios catódicos é basicamente um tubo de vidro conectado a uma bomba de vácuo, na qual era aplicada uma tensão entre dois pontos opostos ocasionando uma corrente elétrica. A nomeação “raios catódicos” era o nome utilizado pela geração de fluxos de elétrons no tubo.

Durante uma de suas experiências, o cientista colocou o tubo dentro de uma caixa de papelão negro, que foi guardada numa câmara escura. Por acaso, havia, nas proximidades do tubo de vácuo, uma tela coberta com platinocianeto de bário (corpo capaz de emitir fosforescência verde), sobre a qual se projetava uma inesperada luminosidade que velava o papel, resultante da fluorescência do material, quando se fornecia corrente elétrica aos eletrodos do tubo (BLEICHER e SASAKI, 2000).

A radiação que causava o aparecimento de forte luminescência levou Röntgen a concluir pelo seu alto poder de penetração, dando-lhe o nome de Raios X, devido sua natureza ser desconhecida (CARRON e GUIMARÃES, 2002).

Ao notar que estes atravessavam os corpos opacos à luz, resolveu fotografar corpos opacos, obtendo pela primeira vez uma fotografia que revelava a estrutura interna da mão de sua esposa, com toda sua formação óssea.

“Percebendo que se tratava de algo novo, a radiação passou a ser estudada exaustivamente por ele, e dessa forma descobriu-se suas principais propriedades, como a propagação em linha reta (daí formar sombras bem delimitadas), alta capacidade de penetração, indiferença a campos magnéticos e capacidade de impressionar chapas fotográficas. Tais propriedades ora aconteciam com a luz, ora com os “raios catódicos”. Tentativas de verificar reflexão, refração ou difração foram feitas, sem sucesso. Assim, Röntgen supôs que era algo diferente de todas as radiações conhecidas, chegando a sugerir que fossem ondas eletromagnéticas longitudinais.” (BLEICHER e SASAKI, 2000).

Röntgen foi contemplado com o Prêmio Nobel de Física, em 1901 (US\$ 40.000,00), porém não aceitou o valor em dinheiro e também se recusou a patentear a sua descoberta, apesar das diferentes pressões recebidas (NITSKE, 1971).

Os Raios X são ondas eletromagnéticas com comprimento de onda da ordem de $1 \text{ \AA}$ (10^{-10} m).

Onda eletromagnética é uma combinação de um campo elétrico e um campo magnético que se propaga no espaço transportando energia numa mesma direção em planos perpendiculares. Além disso, os campos variam com a mesma frequência e estão em fase (HALLIDAY, RESNICK e WALKER, 2007). O conceito de onda eletromagnética foi postulado pelo físico escocês James C. Maxwell.

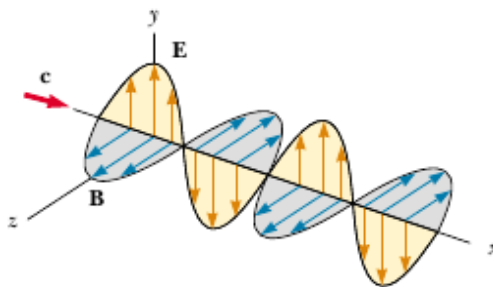
Uma das formas mais eficientes para a produção de raios X é desaceleração rápida de partículas carregadas a alta velocidade. Os raios X se produzem quando o feixe de elétrons, de grande energia, atinge um alvo fazendo que os elétrons sejam rapidamente frenados. Como o resultado é de inúmeras colisões, os elétrons são frenados e sua energia é entregue aos átomos do alvo. Devido à grande velocidade de desaceleração de uma carga elétrica, acaba provocando a emissão de um pulso de radiação eletromagnética. Para construir os Raios X são necessários milhares de volts de potencial de aceleração.

Os Raios X têm fenômenos inerentes com sua característica ondulatória, tais como: interferência; difração; reflexão e polarização. Através da difração de Raios X por cristais, determinou-se serem eles uma radiação eletromagnética praticamente igual à da luz, da qual difere simplesmente o comprimento de onda muito menor. Além disso, os Raios X ionizam os gases que atravessam, impressionam chapas fotográficas, se desloca em linha reta como a luz e conseguem descarregar corpos eletrificados de qualquer polarização. Entretanto, não são desviados pela ação de campos magnéticos ou elétricos.

Um resultado obtido por James Maxwell foi a velocidade com que as ondas eletromagnéticas se propagam. Utilizando suas equações e por meio de cálculos ele mostrou que no vácuo, como também no ar, a velocidade de propagação da radiação eletromagnética é igual a $3,0 \times 10^8$ m/s. Essa descoberta foi muito importante porque esse valor coincide com a velocidade da luz, fato esse que levou Maxwell a suspeitar que a luz fosse uma onda eletromagnética conforme Figura 1.

Portanto, como os Raios X são também ondas eletromagnéticas, os mesmos não precisam de meio para se propagar. A descoberta da natureza da luz possibilitou a unificação da Ótica com Eletromagnetismo.

FIGURA 1: Representação de uma onda eletromagnética



FONTE: Halliday (2009).

Fazendo – se uma analogia entre a velocidade da luz e a velocidade dos Raios X, observamos o seguinte:

Como a velocidade é calculada pela expressão: $v = \lambda \cdot f$ em que o λ e f é o comprimento e a frequência da onda, respectivamente.

Sabendo que c (velocidade da luz) corresponde a $3,0 \times 10^8$ m/s, e a frequência da onda de cor verde é igual a $5,5 \cdot 10^{14}$ Hz, então:

$$c = \lambda \cdot f$$

$$3,0 \times 10^8 = \lambda \cdot 5,5 \times 10^{14}$$

$$\lambda = 5,45 \times 10^{-7} \text{ Km} = 0,545 \mu\text{m}$$

Os Raios X têm um comprimento (λ) na ordem de 10^{-10} m (10^{-4} μm); Por conseguinte, o comprimento de onda dos Raios X é 10.000 vezes menor que o comprimento de onda da luz.

Assim como vários descobrimentos no campo da Física, há diversos empregos dos Raios X devido o seu alto poder de penetração, como, por exemplo, na medicina, na indústria, na agricultura, na mineralogia e na pesquisa científica.

Na área médica, uma das aplicações mais importantes é no diagnóstico médico, quando parte do corpo humano é atravessado por Raios X, na qual as imagens são camadas de radiografias. Diversas anormalidades como no tecido ósseo, por exemplo, podem ser visualizados pelas radiografias. Além disso, pouco depois de serem descobertos, os Raios X era utilizado como o meio mais eficaz na detecção da tuberculose.

A Figura 2 mostra a primeira radiografia realizada e retirada por Wilhelm Conrad Röntgen da mão de sua esposa, na qual mostra perfeitamente a estrutura óssea.



Figura 2: Radiografia de uma mão humana. (Bleicher e Sasaki, 2000).

A exposição em excesso aos Raios X pode provocar danos nos tecidos humanos, como manchas e lesões na pele e até câncer. Devido isso, o uso dos raios X deve ser rigorosamente controlado, dando-se preferência, quando possível, à outros meios de diagnóstico.

Na indústria, os Raios X têm aplicação nos meios de segurança, cuja a finalidade é verificar o conteúdo de caixas e embalagens sem a precisão de abri-las. Contudo, os dispositivos destinados para esse fim utilizam Raios X de baixa energia. Nos aeroportos, identificam objetos metálicos, por exemplo.

Nas ciências, entre outras coisas, auxilia a entender como os átomos e moléculas estão ligadas, o que tem contribuído muito o desenvolvimento dos dispositivos eletrônicos, aplicados amplamente em computadores e nos mais variados aparelhos eletrônicos.

1.3. DIFRAÇÃO E INTERFERÊNCIA DE ONDAS.

Basicamente, o conceito para a difração, na qual ocorre em todos os tipos de ondas, está relacionado quando uma onda encontra um obstáculo que possui um orifício (fenda) de tamanho semelhante ao comprimento da onda, e parte de onda que passa pela abertura se alarga (difrata-se) na parte do outro lado do obstáculo. Todavia, não ocorre a difração de uma onda quando ela passa por uma região muito maior do que seu comprimento de onda, pois nessa situação a onda continuaria a se propagar na mesma direção inicial.

Por fim, quanto maior for o comprimento de onda, mais acentuada será a difração para a mesma fenda, e quanto menor for a fenda, também será maior a difração para o mesmo comprimento de onda.

A interferência de ondas ocorre quando duas ondas, provenientes da mesma fonte ou de fontes diferentes, se sobreponham num meio de propagação. Entretanto, para qualquer tipo

de onda, é necessário que as ondas venham ser mantidas na mesma fase ou com uma diferença de fase constante para ocorrer o fenômeno.

Na interferência ocorrem linhas nodais formadas por pontos em repouso (sem vibração). Essa situação, que é chamada de interferência destrutiva, ocorre quando o vale de uma onda chega junto com a crista da outra onda. Além disso, também ocorrem linhas nodais com pontos em movimento (com vibração), sendo que nesse caso é chamado de interferência construtiva, há duplas cristas e duplos vales.

Abaixo, a Figura 3 mostra, através da experiência de Thomas Young, um feixe de onda luminosa passando por uma fenda central (S_0) no anteparo A e logo mais se difratando do outro lado. Em seguida, a onda passa por duas fendas próximas uma da outra (S_1) e (S_2) no anteparo B, na qual ocorre a interferência observada no anteparo de visualização. Na Figura 4, devido a ocorrência da interferência das ondas mostra franjas claras onde ocorre um reforçamento das ondas (máximos) e franjas escuras onde as ondas se cancelam (mínimos).

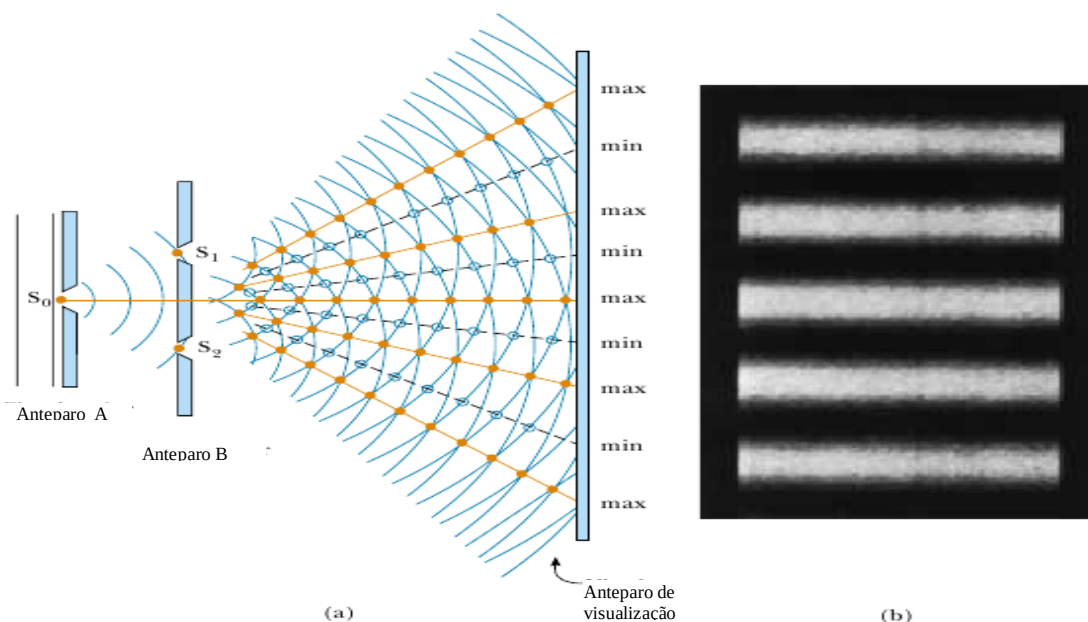


Figura 3: Representação da difração e interferência de ondas. (Halliday, 2009).

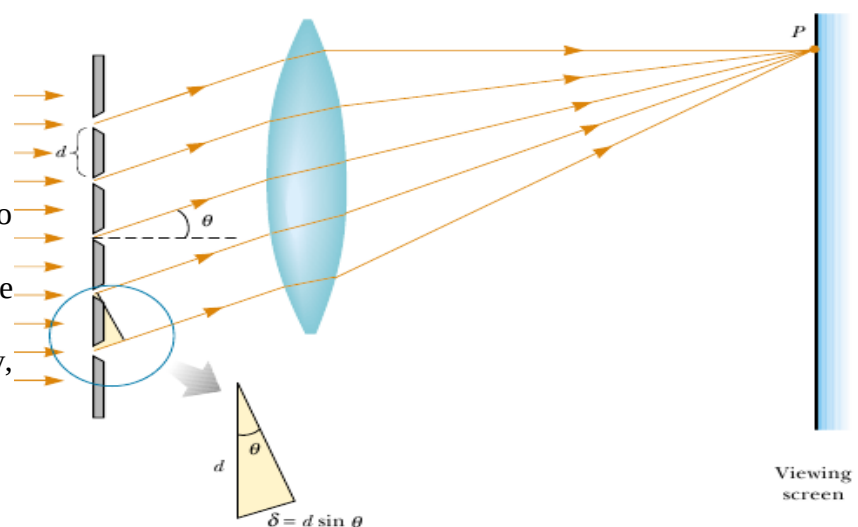
Essa experiência de Young foi a prova de que a luz tem comportamento ondulatório, contrariando muitos cientistas da época em que afirmava que a luz era constituída apenas por partículas. Por conseguinte, ficou esclarecido a dualidade da luz, em que ora se comporta como partícula, ora como onda eletromagnética.

Além disso, essa técnica de fenda dupla foi a primeira a ser utilizada para a medição do comprimento de onda da luz.

1.4. REDES DE DIFRAÇÃO.

As redes de difração é uma repetição de elementos através de aberturas ou obstáculos (fendas), que permite alterações periódicas da fase ou da amplitude da onda eletromagnética. O número de fendas (ranhuras) pode chegar a milhares por milímetro. As mesmas são construídas com ranhuras paralelas com igual espaçamento e largura. É um dos dispositivos mais usados para análise da luz e dos corpos que emitem e absorvem luz, principalmente para medição de comprimentos de onda da luz.

Figura4: Representação de uma rede de difração. (Halliday, 2009).



A Figura 4, mostra uma onda de luz monocromática passando por uma rede de difração idealizada com 5 (cinco) fendas com igual espaçamento (d). O comprimento (d) é considerado muito pequeno, de tal maneira que cada fenda forme um feixe amplamente difratado.

No anteparo, na qual se encontra distante da rede, há um ponto (p), em que nesse ponto ocorre uma interferência resultante do elevado número de raios luminosos igualmente espaçados. Assim, os máximos da interferência construtiva estarão nos ângulos (θ) dados pela equação:

$$d \sin\theta = m\lambda \quad \text{para } m = 0, 1, 2, 3, \dots$$

em que (m) é a ordem do máximo da figura de interferência e (λ) é o comprimento de onda.

1.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X E A LEI DE BRAGG.

Por volta de 1912, Max Von Laue concebeu a possibilidade de realizar difração de raios X, utilizando uma estrutura cristalina como rede de difração tridimensional, formado por arranjo regular de átomos, conforme ilustrado na Figura 6. Esse sólido poderia se comportar como uma “rede de difração” específica para Raios X. O entendimento é que, num sólido cristalino como o cloreto de sódio (NaCl), há pequenos conjuntos de átomos (células unitárias) espalhados de forma regular e tridimensional no material cristalino.

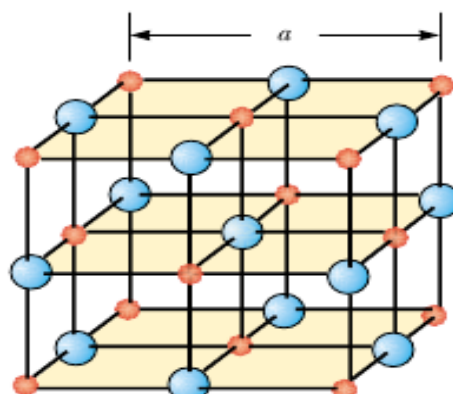


Figura 5: Célula unitária do NaCl. (Halliday, 2009).

A célula unitária é a menor célula em que o cristal pode ser construído repetindo – o nas três dimensões. É também, a unidade fundamental para a difração repetida no cristal correspondente à fenda na rede de difração.

Na Figura 5, a demonstração mostra que caso um feixe de Raios X, proveniente de um tubo, passa por um colimador (instrumento ópticos específico para tornarem paralelos ou quase paralelos feixes de raios luminosos) e incidir sobre um cristal, haverá feixes intensos que aparecerão de forma nítida em direções definidas por ocorrência da difração. Caso esses feixes atinjam um filme fotográfico, ocorrerá um conjunto de manchas, no qual são chamadas de “manchas de Laue”.

Através dessa experiência, foi que se concluiu que a hipótese de Laue é verídica. A estrutura atômica no cristal pode ser feita por um estudo detalhado das posições e intensidades das manchas de Laue da mesma forma que se pode utilizar para verificar a estrutura das fendas de uma rede óptica.

Max Laue ganhou o Prêmio Nobel de Física em 1912 pelo descobrimento do fenômeno da difração de raios X em estruturas tridimensionais (cristais).

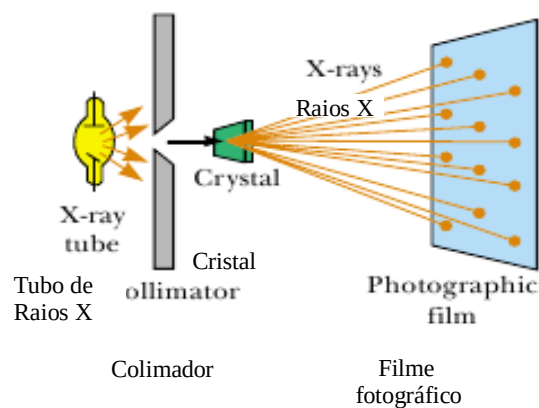


Figura 6: Cristal atingido por um feixe de raios X. (Halliday, 2009).

A experiência da Figura 6 foi realizada pela primeira vez, em 1912, por Walter Friedrich e Paul Knipping, na qual eram dois alunos de Laue. O resultado encontrado foi definitivo tanto para confirmar as previsões de Laue, como para o caráter de onda eletromagnética dos raios X.

Quando uma feixe raios X penetra em uma substância como o cloreto de sódio (NaCl), os mesmos são espalhados (difratados) em todas as direções pelos átomos do sólido. Em algumas direções, as ondas espalhadas sofrem interferência destrutiva que ocorre mínimos de intensidade; em outras direções, a interferência é construtiva na qual produz máximos de intensidade.

Em termos, todavia, na realidade não há de fato uma difração de forma precisa como ocorre quando a luz passa por uma fenda ou obstáculo; mas, é considerada também uma forma de difração o processo de espalhamento e interferência sofrido pelos raios X.

Devido os comprimentos de onda dos raios X serem muito pequenos, na ordem de 10^{-10} m, os mesmos não são difratados por objetos comuns que geralmente são usados para o determinado fim. Para efeito de demonstração, por exemplo, $\lambda = 10^{-10}$ m (0,01 nm) e $d = 3000$ nm, o máximo da primeira ordem, pela equação $d \sin \theta = m \lambda$:

$$\theta = \sin^{-1}(m \lambda / d) = \sin^{-1}(1 \cdot 0,01 \text{ nm} / 3000 \text{ nm}) = 0,0019^\circ$$

O resultado acima mostra que o primeiro máximo está muito próximo do máximo principal para poder ser usado na prática.

Todavia, uma rede cristalina com átomos ou moléculas separados de forma regular com distâncias na mesma ordem dos comprimentos de ondas dos Raios X, é possível ocorrer à difração dessas ondas eletromagnéticas; mas, como os comprimentos de onda dos raios X são da mesma ordem que os diâmetros atômicos, na realidade é quase impossível construir uma rede com ranhuras (espaçamento entre as camadas de um cristal) que tenha essa ordem.

As primeiras experiências foram realizadas por Walter Friedrich e Paul Knipping. Logo depois, William Henry Bragg e seu filho William Lawrence Bragg demonstraram a relação que passou a ser conhecida como Lei de Bragg, dando como base para o estudo de estruturas cristalinas com o uso da difração de Raios X.

Os Bragg utilizaram Raios X monocromáticos, variando os ângulos de incidência, através da rotação do cristal, até obter máximos principais (interferências construtivas).

A interferência de ondas de raios X, denominado como difração de raios X, é uma evidência da estrutura periódica de cristais. Os Bragg receberam o Prêmio Nobel de Física em 1915, por seu trabalho na determinação das estruturas cristalinas do NaCl (cloreto de sódio), do ZnS (sulfeto de zinco) e do diamante.

Na Figura 7, temos dois planos uma distância interplanar (d), nos quais imaginamos que os raios X incidentes se difratam. Em cada difração, o ângulo (θ) de incidência e o mesmo ângulo de difração.

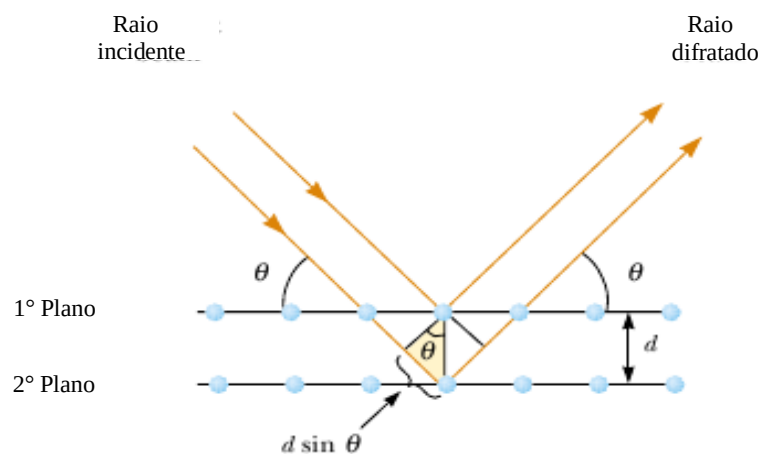


Figura 7: Representação da difração dos raios X. (Halliday, 2009).

Na realidade, os raios X não são refletidos em cristais, a figura 1-A serve apenas para facilitar a análise da difração.

Em relação à Figura 7, os dois raios chegam em fase ao cristal. Em seguida, depois de “refletidos”, ambos devem estar em fase novamente, pois as “reflexões” servem para explicar os máximos de intensidade (interferência construtiva). Além disso, os raios X não são refratados ao entrarem ou saírem do sólido, logo não se define um índice de refração para este esquema.

Por fim, a diferença de fase entre os dois raios está relacionada com diferença entre as distâncias percorridas; para que os dois raios estejam em fase, é necessário que a diferença entre as distâncias percorridas seja igual a um múltiplo inteiro do comprimento de onda λ dos raios X.

A diferença entre as distâncias percorridas é $2d\sin\theta$, em que é a mesma para qualquer par de planos vizinhos pertencentes à família de planos demonstrada na Figura 7.

Para que a intensidade da difração seja máxima, ou melhor, para que a interferência seja construtiva, é preciso que os raios dos planos reforcem-se uns aos outros. Assim, como a diferença entre o caminho para os raios é necessária ser um número inteiro de comprimentos de onda, tem-se a seguinte equação chamada de lei de Bragg:

$$2d\sin\theta = m\lambda \quad \text{para } m = 1, 2, 3, \dots$$

Onde m é o número de ordem de um dos máximos de intensidade. O ângulo de incidência e difração que aparece é chamado de ângulo de Bragg. Independente do ângulo de incidência dos raios X em um cristal haverá sempre um conjunto de planos em que se pode afirmar que os raios se “refletem” e aos quais se podem aplicar a lei de Bragg para um valor θ .

Em relação à lei de Bragg, não é levado em conta a estrutura da célula unitária, mas, apenas, está relacionada à intensidades dos feixes dos raios X.

Cada cubo (célula unitária) que forma um cristal pode ser analisado como um centro de difração que corresponde a uma fenda da rede de difração. As direções da difração dos feixes dos Raios X são realizadas pela geometria desta rede tridimensional de centros de difração, ou seja, pelo espaçamento (d) da rede.

As intensidades dos feixes de raios X difratados dependem das particularidades de difração da célula unitária. Fundamentalmente, são os elétrons de cada célula unitária que difrata os raios X. Assim, analisando as direções dos feixes, podem-se obter dados do comportamento simétrico do cristal; estudando as intensidades podem-se obter informações sobre a distribuição dos elétrons em uma célula unitária.

A difração de Raios X serve para estudar a distribuição de frequências de uma fonte de Raios X, na qual utilizando um agrupamento de planos cujo espaçamento venha ser conhecida, a medição da intensidade difratada em função do ângulo permite encontrar os comprimentos de onda envolvidos na radiação. Além disso, no estudo da estrutura atômica, utilizando um feixe de raios X monocromático (feixe que tem apenas um comprimento de onda) pode – se determinar o espaçamento dos planos cristalinos.

“Sem dúvida alguma, a difração de raios X fornece a ferramenta mais importante para investigar a estrutura cristalina dos sólidos. A difração de raios X também desempenha um papel importante no estudo de estrutura de líquidos e de moléculas orgânicas. Ela auxiliou uma das técnicas experimentais importantes para a determinação da estrutura com hélice dupla do DNA, o que possibilitou um subsequente progresso na genética molecular.” (YOUNG E FREEDMAN, 2004).

1.6. DIÂMETRO MÉDIO DE CRISTAL

Além dos aspectos de identificação realizados pela Lei de Bragg, a Difractometria de raios X (DRX) presta-se para a determinação do grau de cristalinidade e do tamanho de cristalito. Quanto mais largo é o pico do difratograma, menor é o tamanho do cristalito ou pior é o seu grau de cristalinidade.

O diâmetro médio dos cristais (DMC) pode ser estimado a partir da largura a meia-altura (LMH) das reflexões nos DRX, através da equação de Scherrer (Klug & Alexander, 1974):

$$\text{DCM} = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta};$$

Onde K é o fator de forma (geralmente fixado em $K = 0,9$); λ é o comprimento de onda da radiação de Cu ($\lambda = 0,15418 \text{ nm}$); $\beta = \text{LMH} - \text{LMH}_{\text{Qz}}$; e θ a medida em graus da posição do pico ($\theta = ^\circ 2\theta/2$). Geralmente as amostras estudadas de solos de Roraima revelaram LMH médio, da reflexão em $0,334 \text{ nm}$ do quartzo, da ordem de: $\text{LMH}_{\text{Qz}} = 0,15^\circ 2\theta$.

1.6. MAGNETOMETRIA

Há várias propriedades magnéticas apresentadas por materiais magnéticos que podem ser utilizadas para caracterizá-los. Uma das mais importantes é a intensidade da magnetização remanescente. Ela pode ser usada para se determinar domínios de matérias magnéticos, como multidomínios (MD), domínio simples (SD), pseudo-domínio simples (PSD) e superparamagnético (SP).

Para induzir magnetização, a amostra é exposta em um campo magnético H , e a magnetização J é registrada por um magnetômetro. Partindo originalmente de um estado não magnético onde $J = 0$ e $H = 0$ (ver curva de magnetização na Figura 1-H), J inicialmente cresce linearmente com o aumento do campo magnético, em seguida, J passa a ter um comportamento não linear até atingir um máximo quando $J = J_s$ (valor de saturação), denominado magnetização de saturação, quando todos os momentos magnéticos da amostra estão orientados em paralelo. Se posteriormente o campo é gradualmente diminuído, J não se torna zero quando $H = 0$, mas uma magnetização remanescente $J = J_r$ permanece na amostra. Um campo magnético adicional H_c é necessário para remover a magnetização $J = J_r$, fazendo, novamente, $J = 0$. O campo magnético H_c é chamado de campo coercivo (CORNELL & SCHWERTMANN, 2003).

Pelo exposto, a curva de magnetização pode ser utilizada para caracterizar matérias magnéticas, como por exemplo, os óxidos de ferro existentes nos solos de Roraima, mostrado através da Figura 9.

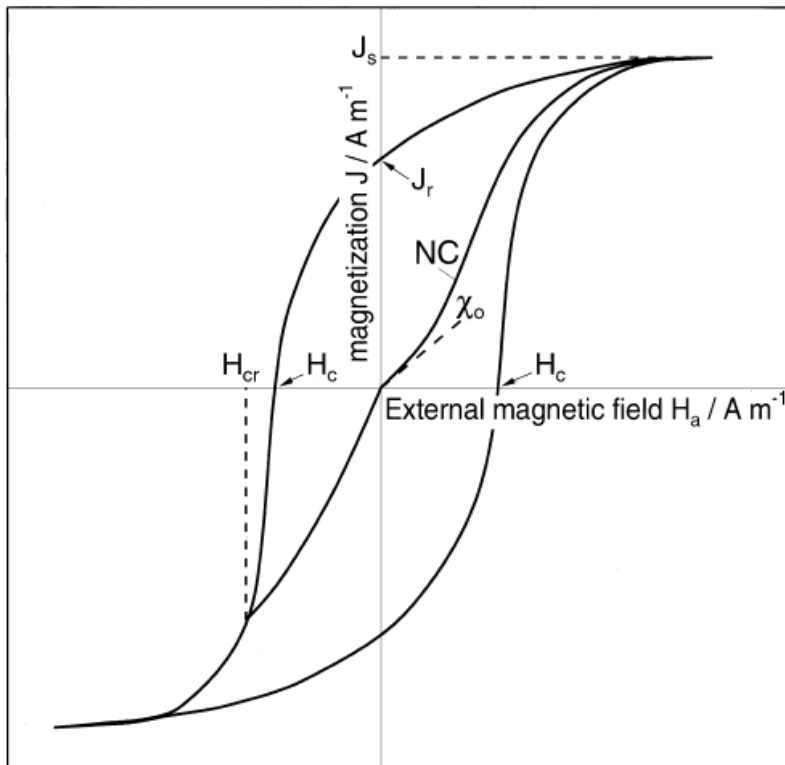


Figura 8: Esquema representativo de uma curva de magnetização.

2. GEOLOGIA E PEDOLOGIA DE RORAIMA

2.1 – Solos.

A pedologia (ciência que estuda os solos) foi criada a partir da necessidade de melhoramento da produtividade das lavouras, pelo russo Dokuchaev entre os anos de 1877 e 1878. Movido pela curiosidade ele observou as diferenças existentes entre as camadas do solo e concluiu que essas diferenças estavam ligadas ao clima e a vegetação (Rev. Ci. Hoje, 2010).

Sob o ponto de vista da Engenharia Civil, solo é todo material da crosta terrestre que não oferece resistência intransponível à escavação e que não perde totalmente sua resistência, quando em contato prolongado com a água e a rocha é aquele material permanente e sua

resistência ao desmonte, acontece apenas por processo geológico de decomposição ou por meio de explosivos. (Vargas, 1978)

O solo é originado de uma forma direta ou indireta pela decomposição de rochas, através da ação do intemperismo. Sua formação será de forma direta quando o produto desse processo permanece no local e este solo recebe o nome de “residual”. Mas será de forma indireta aquele que resulta do transporte de vários materiais das partes mais elevadas do relevo podendo resultar através da ação isolada ou combinada de vários fatores como água, vento, gravidade. Existem solos que além desses fatores também recebem a ação decorrente da decomposição orgânica que se junta ao solo transportado, tais como os solos de aluviões e por fim existem os solos formados por carapaças de algas ou infusórios e aqueles que se constituem da evolução pedogenética.

O mapeamento geológico, desenvolvido pelo órgão federal oficial CPRM (Serviço Geológico do Brasil), através da superintendência regional de Manaus (SUREG/MA), realizados na década de setenta, da porção centro- nordeste de Roraima permitiu grandes avanços na compreensão da formação do solo da nossa região. Novas unidades que buscavam informações a respeito da formação do solo sedimentar foram individualizadas, enquanto outras foram redefinidas.

A CPRM através do Projeto Roraima Central promoveu a retomada das pesquisas na porção central do estado, que resultou na disponibilização de um enorme acervo de mapas que mostram o tipo de solo a partir da sua formação. Cabe mencionar que a região mapeada, em grande parte coberta por campos naturais, constitui um exemplo único de condições favoráveis às investigações geológicas na Amazônia Ocidental, área coberta por densa floresta tropical. Sendo assim, o aprofundamento das investigações na área proposta se reveste de importância estratégica para elaboração de modelos que detalhem os minerais existentes em toda a Amazônia. Como nos mostra a figura a seguir:

Levantamentos Geológicos Básicos do Brasil

Coluna Estratigráfica				Domínio Cinturão Guiana Central	Domínio Urariquêra
Era	Período				
CENOZÓICO	Quaternário			Depósitos aluvionares e coluvionares Areias bem selecionadas	
	Terciário			Formação Boavista Areias, argilas e cascalhos semi-consolidados, e camadas lateríticas	
MESOZÓICO	Cretáceo	Superior		Formação Serra do Tucano Quartzos arenitos, arenitos arcoseanos, arenitos conglomeráticos e subordinados siltitos	
		Inferior		Formação Pirara Siltitos, folhelhos e calcários	
	Triássico		Médio	Complexo Alcalino Apiaú Sienitos, monzonitos e traquitos	
MESOPROTEROZÓICO				Complexo Vulcânico Apoteri Basaltos, andesitos e diques de diabásio (db)	
					Formação Tepequém Arenitos, arenitos conglomeráticos, siltitos, argilitos e conglomerados com seixos de rochas vulcânicas
				Suíte Intrusiva Mucajaí Sieno a monzogranitos, quartzos monzonitos e quartzos sienitos (gr), e hornblenda-biotita gnaisses monzograníticos e granodioríticos (gn)	
PALEOPROTEROZÓICO				Suíte Intrusiva Serra da Prata Hiperstênio monzogranitos e subordinados hiperstênio monzonitos, hiperstênio granodioritos e hiperstênio tonalitos	
				Anortosito Repartimento	
				Suíte Máfica-Ultramáfica Urariquêra Gabros e gabros noríticos, piroxênio hornblenditos e hornblenditos	
					Granito Morro do Bezerra Muscovita leucomonzogranitos e leucogranodioritos
					Suíte Intrusiva Saracura Sieno a monzogranitos
					Grupo Summu Dacitos, traquidacitos, riolitos e andesitos
					Suíte Intrusiva Pedra Pintada Monzogranitos, sienogranitos, granodioritos e tonalitos e leucogranito (1)
ARQUEOZÓICO				Suíte Metamórfica Rio Urubu Biotita gnaisses, biotita hornblenda gnaisses e metagranitoides graníticos, granodioríticos e tonalíticos; leucognaisses (1); e lentes de hiperstênio gnaisses (2)	
				Granito Tipo S Muscovita-biotita-granada leucosienogranitos biotita-muscovita leucomonzogranitos	
				Grupo Cauarane Talco-clorita-tremolita xistos, clorita-tremolita xistos, actinolita xistos, anfibolitos, metacherts ferríferos, gneissos, rochas calcissilicáticas e subordinados paragneissos (m); paragneissos subordinados rochas calcissilicáticas, xistos e anfibolitos (p); e gneissos kinzigiticos (k)	
				Suíte Metamórfica Urariquêra Ortogneissos e migmatitos	

FIGURA 9 – Levantamento Geológico Básico do Brasil.

O início do que hoje conhecemos como planeta Terra, passou por muitas transformações até chegar a forma como conhecemos.

Seguindo a figura de baixo para cima, temos apontado como o início desse estudo uma era que houve a mudança química da maior parte do dióxido de carbono e o depósito desses no fundo do oceano como calcário. A atmosfera passou a ser composta em sua grande parte de nitrogênio e vapor de água que permite aparecer as nuvens.

No período citado pela figura como Orosiriano se completa o processo de formação de montanhas do período anterior e se inicia tantos outros, o que dá origem a um ciclo de colagem de placas e a partir daí temos a formação de duas grandes regiões continentais que é a África e a América do Sul (Rogers, 1996).

No período Estateriano, que após o aumento do tamanho dos continentes, surge à fase de quebra, dando origem a vários continentes menores.

Na nossa região ocorrem ainda eventos compressivos, como por exemplo, Rio Negro – Jurema (Brito Neves, 1991).

A era Mesoproterozóica é caracterizada pela extensa faixa de rochas formadas a partir de outras, através de processos de metamorfismo, que são as transformações em decorrência da variação de temperatura, pressão e pressão de fluidos, que acontece em profundidade estando as rochas em estado sólido e assim alterando sua composição química ou estrutural, gerando rochas com minerais, textura e estrutura diferentes das rochas antecessoras.

No período Jurássico, temos o início do processo de separação do Pangeia e da formação de reservas de petróleo.

No período final da era Mesozoica, temos a separação da América com a África.

No tempo que a referida figura nos mostra como era Cenozoica, a Terra assume a forma que temos, com atividades vulcânicas e cadeias montanhosas.

2.2 Classificação dos solos:

Para classificarmos o solo devemos ter como princípio a formação original desse solo e isto depende de 5(cinco) fatores fundamentais, que são:

A rocha-mãe; O clima da região do solo; Agente intempérico de transporte; Ambiente topográfico e; Processos orgânicos envolvidos.

Levando-se em consideração todos esses fatores envolvidos, podemos dividir os solos em 4 (quatro) grupos: Residuais; Transportados; Orgânicos e Pedogenéticos.

2.3 Propriedades físicas dos solos:

É preciso conhecer as propriedades técnicas dos solos, do que são feitos e como se dá o procedimento. Mas tal conhecimento além de difícil é muito demorado e fugiria do nosso estudo em questão, por isso é que vamos nos ater a apenas algumas propriedades mais simples, as chamadas “propriedades índices”, como textura, plasticidade e as propriedades da fração argilosa do solo.

2.4 Textura, granulometria e forma dos grãos:

As agregações dos grãos de solos são feitas de maneira que mesmo estando juntos há espaços preenchidos por ar ou água e chamados de poros.

Podemos entender textura como sendo o tamanho relativo dos grãos e granulometria como sendo a sua medida que será efetuada a partir de um método simples de peneiramento, feito a partir de peneiras padronizadas. Ao peneirar o solo a parte maior que as aberturas das malhas, ficarão retidas e será chamada de areia, a parte que passa pela peneira é constituída de duas partes chamadas de silte e argila, que para separar é preciso uso do método de sedimentação. Todos esses processos de separação do solo, nós estaremos tratando posteriormente.

A forma dos grãos depende da forma da estrutura cristalina de cada espécie mineral que constitui o solo.

2.5 Plasticidade:

Podemos definir plasticidade como sendo a moldagem de certos sólidos sem variação de volume, devido à forma de seus grãos.

Cada espécie de mineral argila determinará a plasticidade do solo.

As propriedades mecânicas dos solos dependem diretamente do tamanho, da forma, da umidade e da estrutura de seus grãos.

Roraima foi mapeado por essas características pela CPRM, conforme descrito anteriormente e de forma resumida apresentado no seguinte mapa:

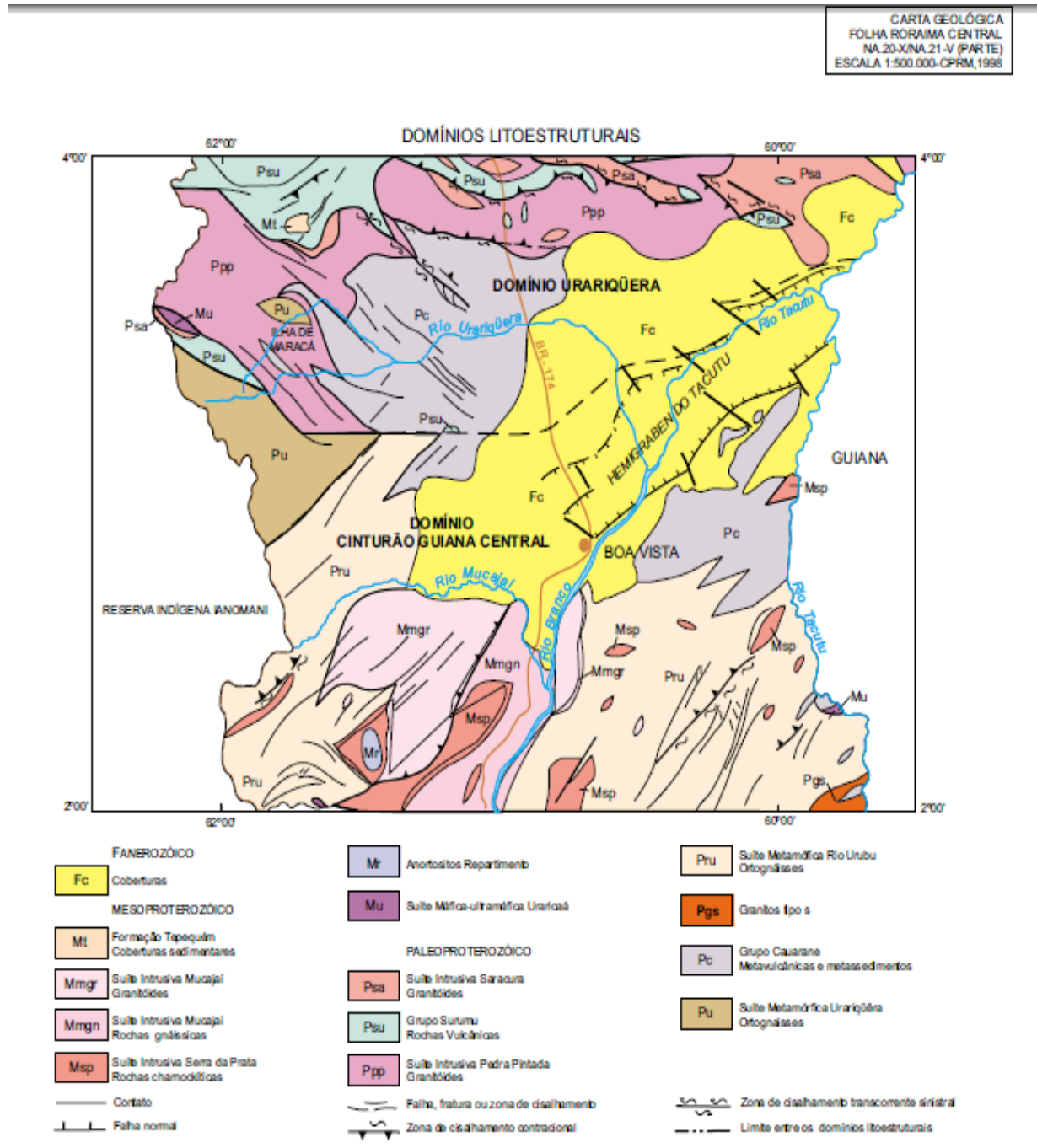


FIGURA 10 – Mapa Geológico de Roraima.

Em 2010, nosso grupo de pesquisa inicia a exploração do comportamento térmico de óxidos de ferro presentes no solo de Roraima e constatou a sua variedade e que esta está diretamente ligada à profundidade dos horizontes (RENDA, 2010).

Para desenvolver a pesquisa foram coletadas amostras representativas nos municípios de Amajari, Boa Vista, Bonfim e Alto Alegre, caracterizando a área de domínio da Guiana Central, que pela literatura é uma região de cobertura formada desde a Era Fanerozóica, que corresponde a nomenclatura Fc do gráfico acima.

Pela formação da nossa região, o esperado é encontrar quartzo monzonitos e sienitos, homblenda-biotita, gnaisses monzogranitos e grannodioríticos, que pela literatura fazem parte da formação do nosso solo.

Podemos acompanhar nesse gráfico que a evolução dos minerais constituintes do solo como foi detalhado na tabela anterior, originou em Roraima solos bem diversificados e que essa diversidade é mais bem observada em camadas mais profundas. No trabalho desenvolvido por Renda, ficou essa sugestão de trabalhos futuros.

Para esta pesquisa selecionamos amostras encontradas na região da Suíte Intrusiva Mucajaí, representada pelo gráfico por Mmgr e a região de Rochas Gnáissicas representadas por Mmgn.

Nossa região de estudo pode ser resumidamente apresentada pelas características conforme quadro a seguir:

QUADRO 1- Mapa Geológico de Roraima

AMOSTRA	CIDADE	COORDENADAS	CLASSIFICAÇÃO
MATA (0-10)	Mucajaí	02°23'24''N 60°59'03''W	Argissolo Amarelo
MATA(50-100)	Mucajaí	02°23'24''N 60°59'03''W	Argissolo Amarelo
MATA(100-170)	Mucajaí	02°23'24''N 60°59'03''W	Argissolo Amarelo
PASTO (0-10)	Mucajaí	02°23'37''N 60°58'45''W	Argissolo Amarelo
PASTO (50-100)	Mucajaí	02°23'37''N 60°58'45''W	Argissolo Amarelo
BF61 (0-10)	Bonfim	03°07'04''N 60°18'4,5''O	Latossolo Vermelho Distrófico
BF61 (60-100)	Bonfim	03°07'04''N 60°18'4,5''O	Latossolo Vermelho Distrófico
BV (0-10)	Boa Vista	02°55'36,3''N60°42'43,5''O	Latossolo Vermelho Distrófico
BV (80-100)	Boa Vista	02°55'36,3''N60°42'43,5''O	Latossolo Vermelho Distrófico
AJ (0-10)	Amajari	03°35'34,2''N60°57'5,3''O	Latossolo Vermelho Distroférico
AJ (80-100)	Amajari	03°35'34,2''N60°57'5,3''O	Latossolo Vermelho
BF114 (0-10)	Bonfim	03°21'47,1''N59°54'11,1''O	Cambissolo Háplico
BF114 (60-100)	Bonfim	03°21'47,1''N59°54'11,1''O	Cambissolo Háplico

FONTE: o autor

3. MATERIAL E MÉTODOS EXPERIMENTAIS.

3.1. PONTOS DE COLETA.

Partes das amostras deste trabalho foram coletadas no campo experimental da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) de Roraima; ver coordenadas dos pontos de coleta na Figura 11 e Figura 13; também, apresentamos a Figura 12 mostrando o tamanho da cova utilizada durante a coleta destas amostras.

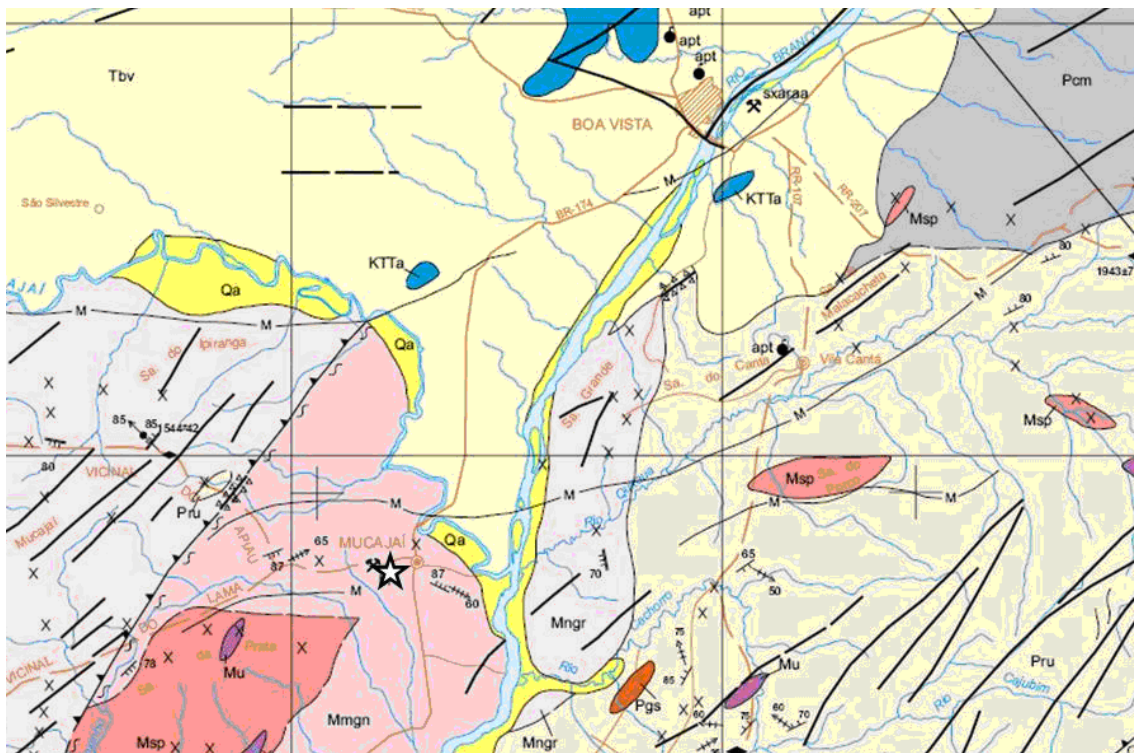


Figura 11: Ponto de coleta das amostras Mata e Pasto (estrela)

Campo Experimental Serra da Prata (CEEP)
 Mata CEEP: 2° 23' 24" N 60° 58' 03" W
 Pasto CEEP: 2° 23' 37" N 60° 58' 46" W





Figura 12: Tamanho de cova e coordenadas das amostras nos campos da EMPRAPA.

Adicionalmente utilizamos neste trabalho outras amostras coletadas em outros pontos do Estado de Roraima, nas regiões dos municípios de Boa Vista (BV), Bonfim – nos km 61 (BF61) e km 114 (BF114) – e Amajari (AJ). “Especificamente, a amostra BV foi coletada no km 519 da rodovia BR 174, coordenadas geográficas $02^{\circ}55'36,3''$ (Norte) e $60^{\circ}42'43,5''$ (Oeste); a amostra AJ, no km 594 da BR 174, $3^{\circ}35'34,2''$ (Norte) e $60^{\circ}57'5,3''$ (Oeste); e, na rodovia BR 401, coletamos as amostras BF61 ($03^{\circ}07'4''$ – Norte e $60^{\circ}18'4,5''$ – Oeste) e BF114 ($03^{\circ}21'47,1''$ – Norte, $59^{\circ}54'11,1''$ – Oeste).

Em cada ponto de coleta, recolhemos amostras em dois horizontes: Um horizonte superficial (0 – 10 cm) e outro mais profundo: entre (60 – 100 cm), para as amostras BF61 e BF114, e para BV e AJ de (80 – 100 cm). Os solos foram assim classificados (BRASIL, 1975): AJ – Latossolo Vermelho Distroférico, formado de sedimentos do grupo gnaiss Cauarane, que repousa discordantemente sobre a associação petrotectônica do Complexo Guianense; BV – Latossolo Vermelho Distrófico, formado de material da formação Boa Vista, de origem sedimentar, que mantém uma interface com a Formação Apoteri, com

predominância de Basalto; BF61 – Latossolo Vermelho Distrófico; e BF114 – Cambissolo Háplico Tb Eutrófico.

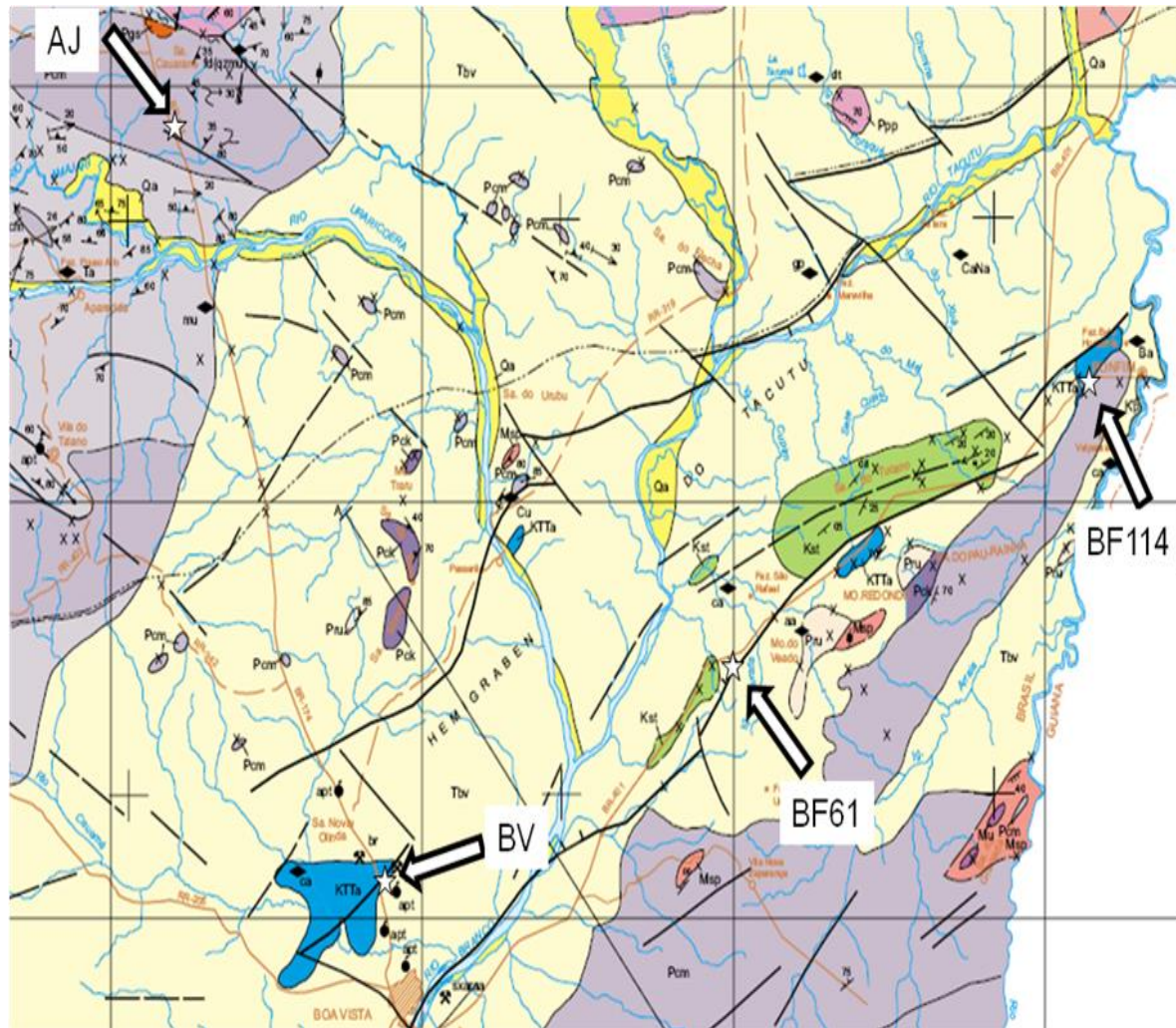


Figura 13: Pontos de coleta (estrelas). Tbv: Formação Boa Vista; Kst: Formação Serra do Tucano; KTTa: Formação Apoteri.

3.2. TRATAMENTO

O tratamento das amostras foi feito em várias etapas. Sendo a primeira no laboratório de física constituída dos seguintes passos:

3.2.1 Secagem:

Após ser identificada, a amostra foi espalhada e protegida por um papel para que não tivesse contaminação e secasse ao ar livre.

Depois de seca, a terra passa pelo processo de quebra dos agregados, ou seja, é destorroada e a partir daí está pronta para a separação magnética.

3.2.2 Separação Magnética:

Retirar, o quanto possível, resíduos vegetais com o as mãos e o auxílio de uma peneira de 85 μm , deixando a amostra o mais uniforme possível e realizar os seguintes procedimentos:

- Cobrir o ímã com um pedaço de papel ou plástico;
- Passar esse ímã envolvido pelo papel ou plástico sobre o solo;
- Levar o ímã cheio de composto magnético até um recipiente;
- Retirar o ímã do papel, permitindo que a parte do composto caísse sobre o recipiente;
- Repetir esta operação até que o ímã não atraia mais composto, tendo como resultado o material mostrado na Figura 14:



Figura 14: Amostra de solo com magnetização espontânea.

3.2.3 Procedimento para separação do solo:

Para fazermos a separação do silte, da argila e da areia, no laboratório de sedimentologia, procedemos da seguinte maneira:

- Coloca-se por volta 100ml de solo em um Becker;
- Preenche-se até o dobro da medida com água destilada;
- Leva-se o Becker para a lavadora ultrassônica;
- Liga-se a lavadora e mexe-se a amostra com a ajuda de um bastão de vidro, por volta de 10min (que é o tempo estipulado pela própria lavadora);

Após esse processo, passa-se a amostra por uma peneira de malha de 230 de abertura 63 μ m;

A parte mais líquida é o silte e a argila, a parte mais pesada que ficar na parte inferior do Becker, é a areia. Devemos repetir esse processo por três ou quatro vezes, até que a água do Becker que se encontra a areia, ao ser colocado, esteja com o aspecto de limpa. Podemos verificar a quantidade de vezes também pela cor da areia, que quando já está limpa, não apresenta uma parte escura na parte inferior do Becker.

Para separar o silte da argila, devemos deixar o recipiente em repouso por algumas horas e temos que ir trocando a água escura e colocar em um novo recipiente. O material colocado em um novo recipiente é a argila. A parte mais densa que fica no recipiente anterior é o silte. Cada vez que se coloca uma nova água destilada, devemos mexer até que se desprenda todo o material do recipiente. Devemos repetir esse processo até que a água fique de cor clara.

Outra maneira de fazermos a separação do silte e a argila é colocar o material peneirado na centrífuga, para o nosso trabalho usamos a Centribio 80-2B de velocidade 1000 rpm, em seus respectivos tubos pvc (não podemos deixá-los completamente cheios, por causa da rotação), por 10min;

Ao retirar os tubos da centrífuga, teremos o silte de forma mais densa e a argila líquida;

Colocamos a argila em um Becker;

Retiramos o silte com a ajuda de um bastão de vidro e um pouco de água destilada (quando necessário) e colocamos em outro recipiente;

Deixamos ao ar livre para o processo de secagem, tendo a ajuda de um condicionador de ar em temperatura por volta de 22°. C e janelas fechadas para que se evite contaminação.

3.3. ARRANJO EXPERIEMNTAL

A caracterização cristalográfica foi realizada por difratometria de raios X (DRX), num equipamento Shimadzu, modelo XRD 6000 (Figura 16), com radiação de cobre ($\text{CuK}\alpha$), na montagem em pó, em porta-amostra de alumínio, pressionando o material na lâmina apenas o suficiente para a fixação, evitando assim possível orientação. Foram obtidos os difratogramas das amostras naturais de TFSA e dos concentrados magnéticos das TFSA naturais. A varredura foi realizada no intervalo de 6 a $70^\circ 2\theta$, com um espaçamento entre leituras de $0,05^\circ 2\theta$, e tempo de leitura em cada passo de 10 segundos (velocidade de $0,005^\circ 2\theta/\text{s}$). Os minerais foram identificados pelos padrões do Joint Committee on Powder Diffraction Standarts (JCPDS), fichas 14-164 (Caulinita – Ct), 21-1272 (Anatásio – An), 13-534 (Hematita – Hm), 17-536 (Goethita – Gt), 4-755 (Maghemita – Mh) e 19-629 (Magnetita – Mg). A posição das reflexões foi corrigida pela posição do pico em $0,334 \text{ nm}$ ($26,6^\circ 2\theta$) do quartzo – Qz.



Figura 15: Equipamento de Raios X disponível no Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Federal de Roraima.

Já as medidas de magnetização foram realizadas em um equipamento home-made, calibrado com níquel e com campo magnético de até 1,5 teslas, na Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Física Teórica e Experimental, sob os cuidados do Prof. Dr. **Carlos Chesman**. Por outro lado, a análise dos dados foi realizada por este trabalho.

3.4. OBTENÇÃO DO DIFRATOGRAMA.

3.4.1 Primeira parte:

Após esse processo de separação do solo, passamos para a fase de análise, utilizando dois processos, o primeiro é o de medidas através da difratometria, no nosso laboratório de física, utilizamos o XRD 6000 e o seguinte é a parte da leitura das medidas através de programas específicos, para a primeira parte procedemos assim:

- Depositar o solo na porta-amostra, com o auxílio de uma lâmina de vidro (Quando o solo não está muito fino, ele não fixa bem, o que indica que devemos afiná-lo no pilão);
- Depositar o porta-amostra no aparelho (pegamos na lateral e mantemos a parte do solo voltada para cima e ao colocar devemos ter o cuidado para que o encaixe seja perfeito e só assim e que podemos fechar o aparelho);
- Ligamos a fonte na posição 2, sempre verificando se está bem fechada e esperamos que seja estabilizada;
- Depois da fonte estabilizada, liga-se o exaustor no botão ON/AUT/OFF (última tecla abaixo à direita);
- Liga-se o disjuntor dos raios X (no botão lateral POWER, para cima e devemos observar que fica ligada a lâmpada verde frontal e a fluorescente interna);

A partir daí, devemos passar para o computador, como segue:

Abrimos o programa que tem a mesma referência do aparelho;

- Clicamos no display & setup (que deve estar fechado e verde);

- Abrimos o Right Gonio Conditional;
- Abrimos o XG Control e verificamos se está tudo verde;
- Clicamos no Right System Analysis e verificamos se está funcionando;
- Voltamos para Right Gonio Conditional e ajustamos o ângulo para o período de 10 a 70, no Step e no Scan damos OK, a voltage deve ser de 30Kv e a corrente de 30mA.
- Onde se lê Group name deve ser o nome da pasta a ser trabalhada e File name deve ser a referência da amostra;
- Clicamos em new e damos OK;
- Modific;
- Close;
- Append;
- Start;
- Click no lado direito (branco) e dê start.

O aparelho começará a funcionar (a luz amarela é ligada e a verde apaga) e esse passo leva em torno de 40 minutos. Para uma nova amostra, devemos repetir os últimos 4 (quatro) passos.

3.4.2 Segunda parte:

Fazer o dump que transforma a linguagem dos raios X em linguagem de tabela e deve ser feito ainda no computador dos raios X, procedendo da seguinte maneira:

Fazer um back-up do txt, dentro do mesmo arquivo;

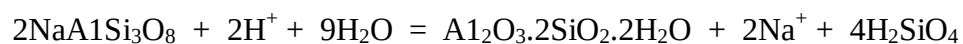
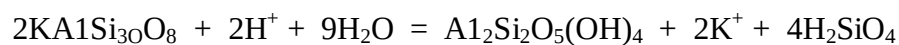
- Abrir o bloco de notas;
- Selecionar todas as linhas anteriores a tabela;

- Deletar a parte selecionada;
- Salvar as medidas da tabela que restaram, no mesmo arquivo;
- Retirar o txt e colocar dat, para que o programa possa ler.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.

4.1. ESTUDO DA CAULINITA.

A caulinita (Ct) pode ser considerada um dos argilominerais de mais ampla ocorrência em solo, sobretudo em solos tropicais, como de Roraima. Esta frequência de distribuição é atribuída à sua formação a partir de uma grande variedade de material de origem. Por exemplo, a hidrólise de um K-feldspato ou de um Na-feldspato (Albita) produz Ct (Resende, 2005):



Como se vê, a caulinita é produto do intemperismo ácido, onde se prevê-se uma expressiva retirada de sílica e base do sistema.

A estrutura básica da caulinita é composta pelo arranjo de lâminas contendo o tetraedro de silício e um octaedro de alumínio (estrutura 1:1), e moléculas de água entre as camadas (Resende, 2005).

Sendo o solo um sistema complexo, não é incomum a ocorrência de Ct pobremente cristalizadas. A Ct com largura de pico à meia altura (LMA) maior, assimetria de picos, é mal cristalizada e tem **menor** diâmetro médio de cristal (DMC). Este estudo visa determinar o grau de cristalinidade das caulinitas através da determinação dos seus DMC, através da fórmula de Scherrer.

Difratogramas das amostras denominadas por Mata e Pasto são apresentados nas Figuras 16 e 17 (ver capítulo material e métodos). A Tabela 1 apresenta as características destas amostras e os minerais identificados pelas medidas de Raios X.

A Figura 16 mostra somente a parte relativa às reflexões principais da Ct nas amostras BV, BF61, BF114 e AJ.

TABELA 1: Característica das amostras Mata e Pasto.

AMOSTRAS DA MATA	CARACTERÍSTICA	MINERAIS
M1	Concentrado magnético 0 - 10 cm	Qz, Ct, Mh
M2	Concentrado magnético 50 - 100 cm	Qz, Ct, Mh
M3	Concentrado magnético 100 - 170 cm	Qz, Ct, Mh
AMOSTRAS DO PASTO	CARACTERÍSTICA	MINERAIS
P1	Concentrado magnético 0 - 10 cm	Qz, Ct, Mh
P2	Concentrado magnético 50 - 100 cm	Qz, Ct, Mh

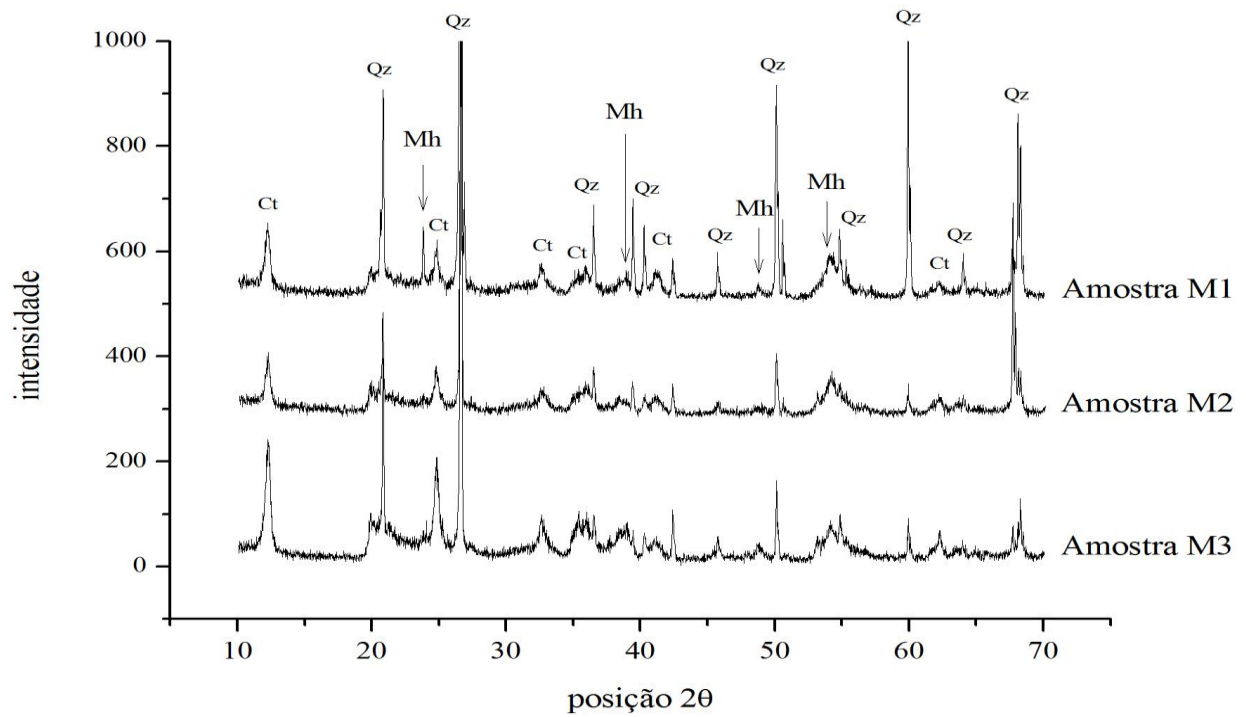


Figura 16: Difratomogramas de Raios X das amostras Mata (concentrado magnético). Ct: caulinita. Qz: quartzo. Mh: maghemita. Montagem em pó. CuK α .

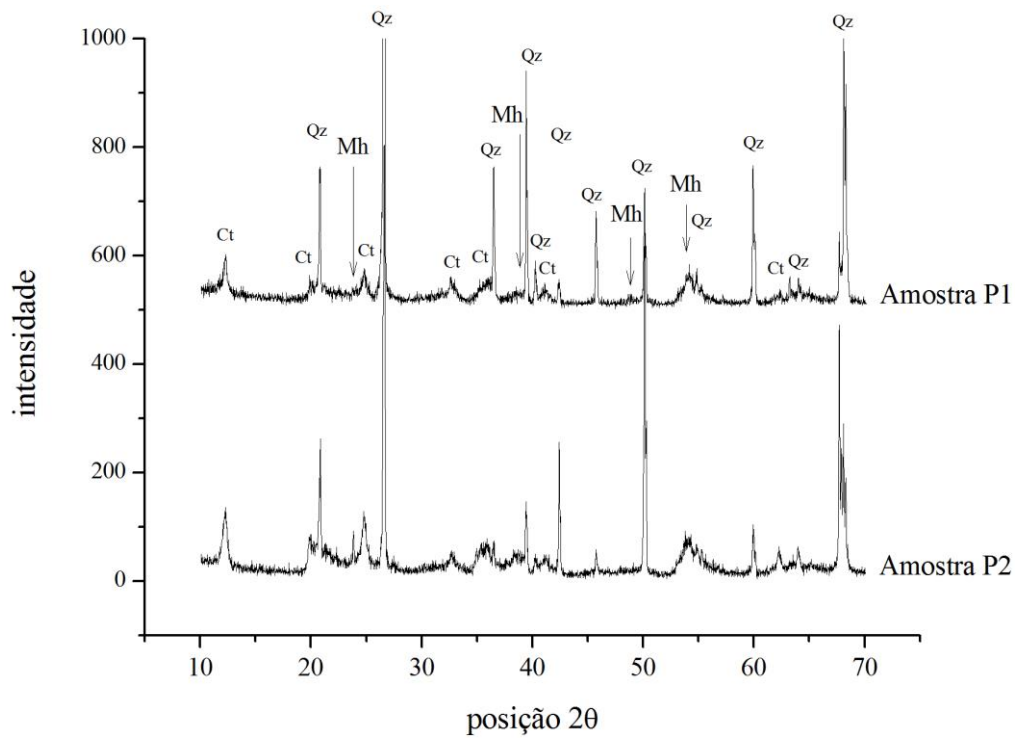


Figura 17: Difratomogramas de Raios X das amostras Pasto (concentrado magnético). Ct: caulinita. Qz: quartzo. Mh: maghemita. Montagem em pó. CuK α .

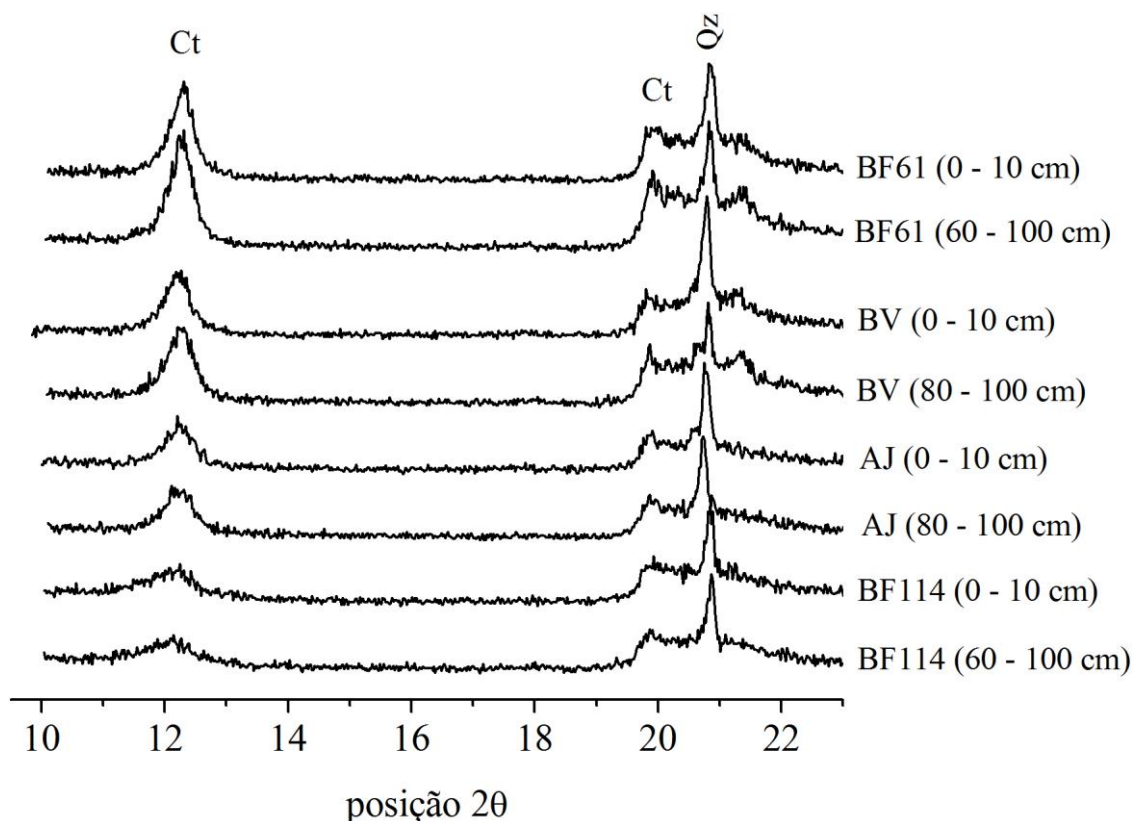


Figura 18: Difrátogramas de Raios X das amostras BV, BF61, BF114 e AJ (naturais). Ct: caulinita. Qz: quartzo. Montagem em pó. CuK α .

Através de análise do pico em 12^o2θ destes difratogramas, determinamos os valores DMC das amostras e construímos a Tabela 1. Os dados desta tabela foram plotados na Figura 20.

Observamos que exceto a amostra BF114, todas as outras tiveram valores de DMC no intervalo de 20 a 25 nm. O menor valor DMC da amostra BF114 (aproximadamente 2 vezes menor) indica uma região com grau de intemperismo maior em relação às outras regiões estudadas. Por estar mais ao nordeste do Estado de Roraima, Bonfim é região tropical de temperaturas elevadas, proporcionando condições para a produção de caulinitas desorientadas.

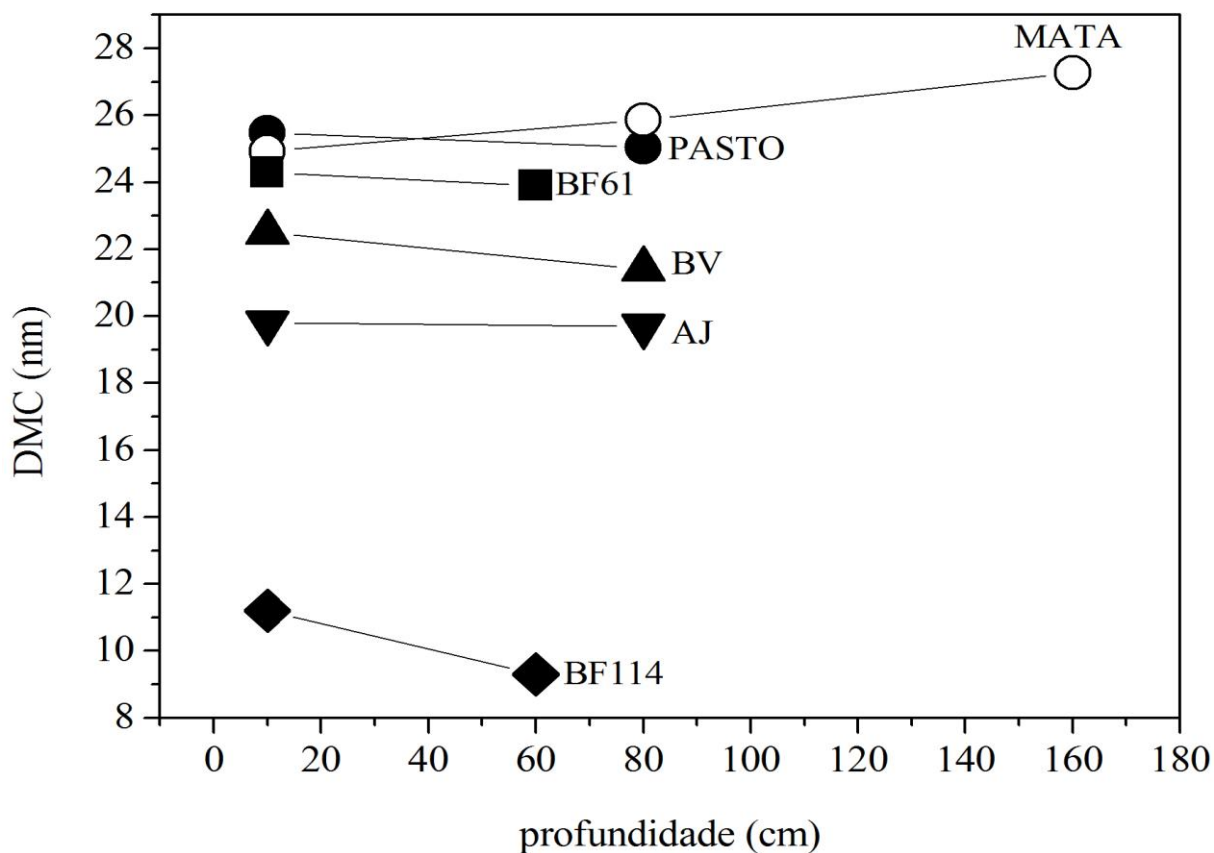


Figura 19: Diâmetro médio dos cristais (DMC) da caulinita em função da profundidade dos pontos de coleta.

Observamos que a tendência dos valores é que no solo profundo, em relação ao horizonte superficial, se alojam as Ct de menor tamanho. Exceção ocorreu com a amostra Mata que teve seu valor de DMC aumentado em cerca de 10% no profundo em relação à superfície.

4.2. ESTUDO DOS ÓXIDOS DE FERRO.

Grande parte do Brasil, incluindo Roraima, é coberta por solos altamente intemperizados, ricos em óxidos de ferro (Fe), denominados Latossolos (SCHAEFER, 2008). Os Latossolos que manifestam pouca magnetização, apresentam alto teor de goethita-Gt (α -FeOOH) e hematita-Hm (α -Fe₂O₃), minerais antiferromagnético e fracamente ferromagnético, responsáveis pela cor amarelada e avermelhada dos solos tropicais e subtropicais, respectivamente.

Tabela 2: Dados do DMC da reflexão $12^{0}2\theta$ da caulinita, referentes aos difratogramas das Figuras 16, 17 e 18.

Amostra natural	Profundidade	Ct: DMC (nm)
Mata	0 - 10 cm	24,9
Mata	50 - 100 cm	25,9
Mata	100 - 170 cm	27,3
Pasto	0 - 10 cm	25,5
Pasto	50 - 100 cm	25,0
BF61	0 - 10 cm	24,3
BF61	60 - 100 cm	23,9
BV	0 - 10 cm	22,5
BV	80 - 100 cm	21,4
AJ	0 - 10 cm	19,8
AJ	80 - 100 cm	19,7
BF114	0 - 10 cm	11,2
BF114	60 - 100 cm	9,3

Os Latossolos que apresentam magnetização espontânea tendem a acumular magnetita-Mg (Fe_3O_4) e maghemita-Mh ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), minerais ferrimagnéticos (SOUZA JUNIOR, 2010). A magnetita é um mineral litogênico, herdada do material de origem de rochas básicas, como o basalto. Já a maghemita é um mineral pedogênico, formada principalmente por dois caminhos: (1) pela oxidação da magnetita litogênica presente nas rochas e nos solos; (2) pela queima de outros óxidos de ferro presentes nos solos, como a goethita e a hematita, na presença de material orgânico. Tal processo é comum em solos de regiões tropicais, pela alta frequência de queimadas (Sergio, 2006). Ambos os caminhos sugerem ocorrer com mais facilidade em solos superficiais, visto que em solos mais profundos, pode ser que não haja oxigênio suficiente para ocorrer oxidação da magnetita e, fisicamente, é um local mais difícil do fogo atingir. Esta última hipótese, e o fato de se verificar a presença de consideráveis quantidades de Mh em profundidade, tem levado alguns autores a contestarem o caminho (2). (FONTES & WEED, 1991)

Entre os principais fatores que influenciam as propriedades magnéticas dos óxidos ferrimagnéticos encontra-se o tamanho dos grãos cristalinos (Batista, 2008). Grãos maiores podem apresentar muitos domínios magnéticos (MD), por outro lado, grãos pequenos podem possuir apenas um único domínio magnético (SD) (Silva, 2010). Outro fator é a substituição isomórfica. O sinal magnético pode diminuir com a substituição do Fe da estrutura cristalina do mineral por outro elemento químico diamagnético (Batista, 2008). Day e colaboradores (Day, 1977) estudaram a influência do tamanho do grão de ferrimagnéticos nas propriedades de histerese, e sugeriram valores para se caracterizar um grão MD: $(H_{RC}/H_C) = 5.0$; e $(M_{RS}/M_S) = 0.05$.

Sendo H_C , a coercive force; H_{RC} , a remanent coercive force; M_S , a magnetização de saturação; e M_{RS} , a magnetização de saturação remanescente.

O presente trabalho teve como objetivo determinar os parâmetros de histerese de solos magnéticos do Estado de Roraima, e estudar a variação destes parâmetros ao longo do perfil dos solos.

Nosso estudo se efetivou nos concentrados magnéticos das amostras de terra fina seca ao ar – TFSA, coletadas em solos superficiais (até 10 cm) e profundos (até 100 cm). Na Tabela 4-C, apresentamos as propriedades de histerese. A seguir, discutiremos os resultados, amostra por amostra.

TABELA 3: Parâmetros de histerese das amostras de concentrados magnéticos.

Amostra	Profundidade	H_{RC} (mT)	H_C (mT)	H_{RC}/ H_C	M_S (emu/g)	M_{RS}/ M_S	Domínio
BF61	(0–10 cm)	14	4	3.5	6.3	0.05	MD
	(60–100 cm)	25	5	5.0	2.8	0.04	MD
BV	(0–10 cm)	8	2	4.0	13.0	0.05	MD
	(80–100 cm)	14	14	1.0	26.7	0.30	PSD
AJ	(0–10cm)	13	10	1.3	1.0	0.15	PSD
	(80–100 cm)	14	14	1.0	32.6	0.15	PSD
BF114	(0–10cm)	36	6	6.0	23.3	0.05	MD
	(60–100 cm)	30	13	2.3	25.2	0.10	PSD

Amostra BV:

Os resultados da histerese mostram que grãos de pseudo-domínio simples (PSD) se acumulam na base do perfil (80 – 100 cm), enquanto que grãos de domínio múltiplo (MD) se

alojam no topo (0 – 10 cm). A Figura 4-E auxilia na interpretação. Isto sugere que no horizonte superficial há partículas grosseiras, enquanto que no horizonte mais profundo, as partículas são menores.

Os autores em (Silva, 2010) comentam que partículas pequenas apresentam apenas um domínio magnético, como é o caso da maghemita presente na fração argila dos solos, já as partículas maiores, como a magnetita, tende a acumular-se nas frações mais grosseiras dos solos e podem apresentar zonas múltiplas de magnetização.

O alto valor de M_S na base do perfil (26.7 emu/g, Figura 20) indica acúmulo de maghemita na região mais profunda do solo. Como mencionados na introdução, maghemita ocorre como (1) produto do intemperismo da magnetita ou como (2) produto da queima de outros óxidos de Fe, usualmente na presença de matéria orgânica. Outra hipótese para explicar o acúmulo de Mh no profundo, poderia levar em conta o caminho (1) e o movimento dentro do solo de partículas pequenas com o auxílio da água (CORNELL & SCHWERTMANN, 2003).

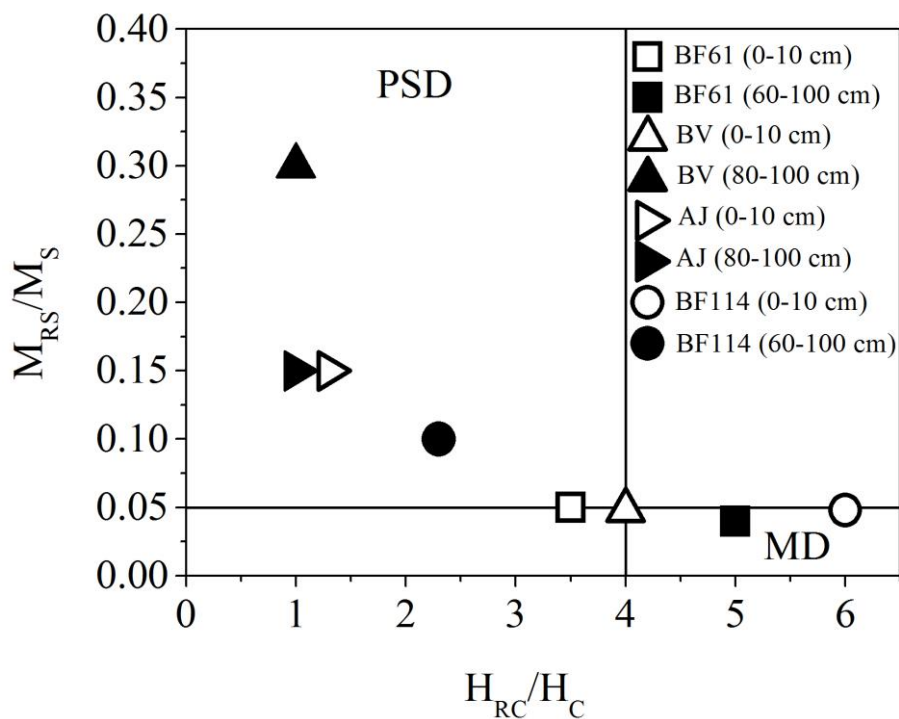


FIGURA 20: Parâmetros de histerese em um diagrama de Day (Day et al., 1977), para as amostras dos concentrados magnéticos. MD: domínio múltiplo; PSD: pseudo-domínio simples.

Amostra BF61:

A histerese propõe grãos MD na base do perfil (60 – 100 cm), enquanto que no topo (0 – 10 cm), os valores indicam que os grãos são PSD, apesar de alguns autores deslocarem o início do comportamento MD para $(H_{RC}/H_C) = 3.0$ (Day, 1977).

A quase uniformidade de grãos MD no perfil, o acúmulo de Mh no profundo e os baixos valores de M_S (6.3 e 2.8 emu/g, Figura 4-F), sugerem grãos Mh maus cristalizados, podendo possuir muitos defeitos ou substituição isomórfica de impurezas diamagnéticas, como o Al.

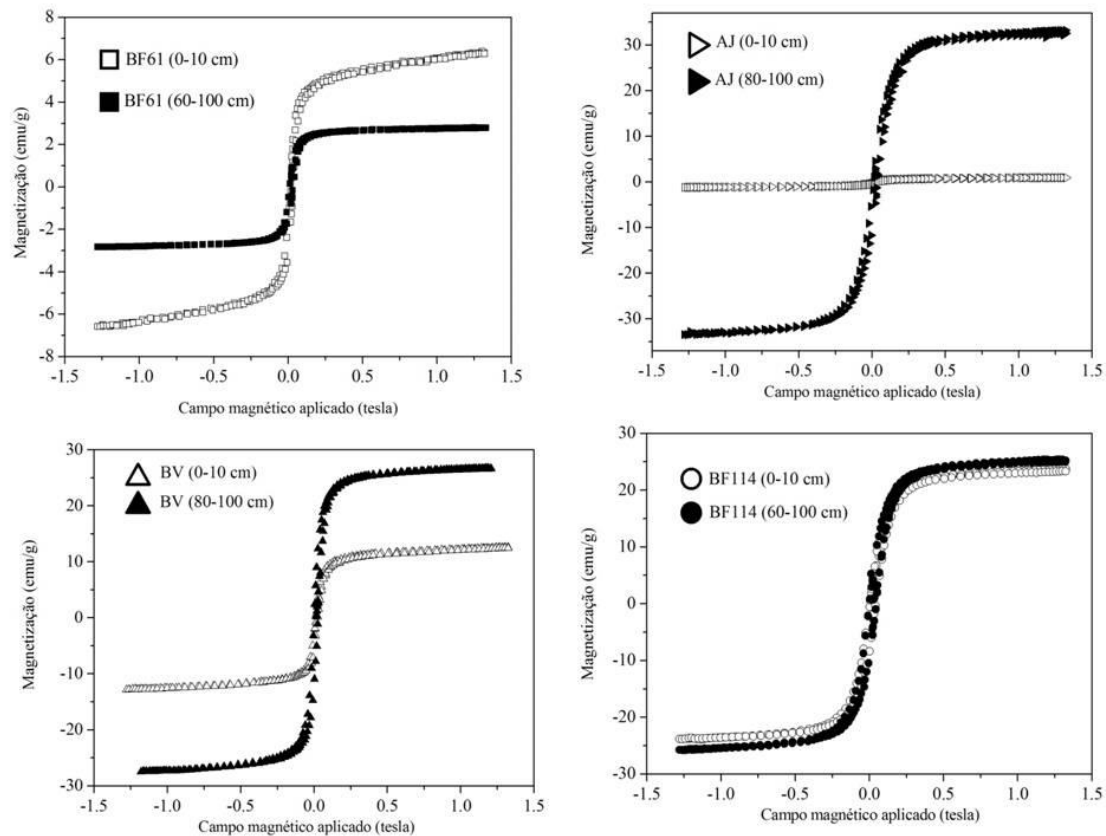


FIGURA 21. Curvas de magnetização das amostras dos concentrados magnéticos.

Amostra BF114:

Apresentou no raso (0 – 10 cm) característica acentuada de grãos MD. No profundo (60 – 100 cm), os resultados da histerese mostram grãos menores, que caem na região de transição entre MD e SD, denominada pseudo-domínio simples (PSD). A composição desta amostra difere das anteriores.

A hematita é produto final de vários caminhos de transformação (Van Klinken, 2001). De um modo geral, as curvas de magnetização do topo e da base do perfil são muito semelhantes, com magnetização de saturação alta (23.3 e 25.2 emu/g, Figura 21), fato que confirma a presença de óxido ferrimagnético no perfil.

Amostra AJ:

As curvas de magnetização deste perfil (Figura 4-F) indicam que provavelmente há acúmulo de hematita em relação à magnetita, pelo fato dos valores de $M_s = 32,6$ emu/g (profundo) e $M_s = 1,0$ emu/g (raso). A histerese mostra valores bem próximos para os dois pontos de coleta (Figura 4-E), com domínios PSD em todo perfil. É mais provável que o acúmulo de Hm no topo do solo AJ envolva transformação através de queimadas. Neste caso, além de outros óxidos de Fe precursores, sugerimos: Mg (MD) $\rightarrow$ Hm (PSD).

Os autores em (FONTES, 2000) estudaram solos magnéticos de vários Estados do Brasil e encontraram que a magnetita se transformou diretamente em um mineral antiferromagnético, provavelmente hematita, por oxidação. Para tal, as partículas deveriam ser grandes, pois partículas pequenas se oxidariam diretamente em Mh. Se este for o caso para o acúmulo de Hm no topo do solo, então grãos de Mg (MD) se oxidariam diretamente em Hm (PSD). Outra explicação envolve calor e matéria orgânica, em um processo que é alimentado pelas queimadas (CORNELL & SCHWERTMANN, 2003).

Amostras Mata e Pasto:

Não há medidas de magnetização das amostras Mata e Pasto. Por este motivo não realizamos o estudo dos domínios magnéticos nestas amostras. Realizamos, sim, a identificação dos minerais magnéticos através dos difratogramas das Figuras 4-A e 4-B.

O ombro da região entre $53^\circ 20'$ e $55^\circ 20'$, não pertence ao Quartzo e Caulinita. Durante o processo de preparação da amostra, o solo foi atraído pelo ímã, o que nos mostra que a

presença de material magnético, provavelmente magnetita, maghemita e óxidos de Fe ferrimagnético.

Os picos $53,4^{\circ}2\theta$ (Mg) e $53,9^{\circ}2\theta$ (Mh) da JCPDS 19-629 coincidem na região deste ombro, que tem sua maior intensidade no mesmo valor da reflexão $54,1^{\circ}2\theta$ da goethita (JCPDS, 17-536).

O ombro em $39^{\circ}2\theta$ lança luz sobre o qual o material ferrimagnético deve fazer parte desta amostra: Apenas o reflexo $38,8^{\circ}2\theta$ da Maghemita (Mh) cai dentro deste ombro. A maghemita é um óxido de Fe pedogenético, pertencente a solos intemperizado. Como esta amostra foi coletada em solos de região de pasto, que é um local de vegetação rasteira e não tem a cobertura de árvores, o que facilita o intemperismo da região. O mesmo se repete na posição $48,8^{\circ}2\theta$. Ali também aparece uma reflexão da Mh, conforme padrão JCPDS 19-629. Apesar dessa condição, não podemos afirmar apenas com as medidas dos raios X, que a Mg não faz parte deste solo, pois no ombro entre $53^{\circ}2\theta$ e $55^{\circ}2\theta$, a reflexão da Mg ($53,8^{\circ}2\theta$) aparece.

Verificamos que as amostras Pastos possuem as mesmas características mineralógicas, pois seus difratogramas de raios X são semelhantes. Isso reflete o fato deles terem sido coletados em pontos próximos, conforme mostra o mapa de coleta no capítulo materiais e métodos. Estas amostras revelam reflexão da Mh ($23,85^{\circ}2\theta$), com razoável nitidez, o nos reforça a identificação de Mh na região do pasto.

CONCLUSÕES.

1. Concluimos que o intemperismo local sobrepõe à influência das Formações Apoteri, Serra do Tucano, Grupo Cauarane e Mucajai como fator predominante para a cristalização da caulinita, pois as amostras coletadas ao Sul de Roraima (BV, BF61, AJ, Mata e Pasto) possuem caulinitas mais cristalizadas que a amostra coletada mais ao Nordeste (BF114).

2. Partículas de domínio múltiplo (MD) se acumulam na superfície das amostras BV, BF61 e AJ, que atribuímos serem de magnetita, pois este mineral geralmente é maior que a maghemita. Nestas amostras, observamos que partículas de pseudo-domínio simples (PSD) se acumulam na base das amostras coletadas. Aqui, atribuímos este acúmulo a um depósito maior de maghemita em relação à magnetita. A maghemita é um mineral pedogênico, formada principalmente por dois caminhos: (1) pela oxidação da magnetita litogênica presente nas rochas e nos solos; e (2) pela queima de outros óxidos de ferro presentes nos solos, como a goethita e a hematita, na presença de material orgânico. Então, para explicar o acúmulo de Mh no profundo, poderia levar em conta o caminho (1) e o movimento dentro do solo de partículas pequenas (como a maghemita) com o auxílio da água.

3. A distribuição MD na superfície e PSD na subsuperfície é quebrada pela amostra AJ que apresentou partículas de pseudo-domínio simples (PSD) em todo o perfil. É mais provável que o acúmulo de Hm no topo deste solo envolva transformação de magnetita em hematita através de queimadas. Neste caso, sugerimos a transformação: magnetita (MD) → hematita (PSD).

PERSPECTIVAS.

Amostras coletadas na região de Mucajaí apresentaram difratogramas com características distintas das analisadas anteriormente neste trabalho (ver Figura 5-A). A análise por programa de identificação de minerais apresentou grande possibilidade de a amostra possuir elementos de terras raras (TR), através de composição do Nitrato hidratado de Európio Estrôncio, cuja fórmula química é: $\text{SrEu}(\text{NO}_3)_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Observamos a presença de Európio, um elemento de TR (Lista completa: Európio, Lantânio, Cério, Praseodímio, Neodímio, Promécio, Samário, Gadolínio, Térbio, Disprósio, Hólmio, Érbio, Túlio, Itérbio, Lutécio).

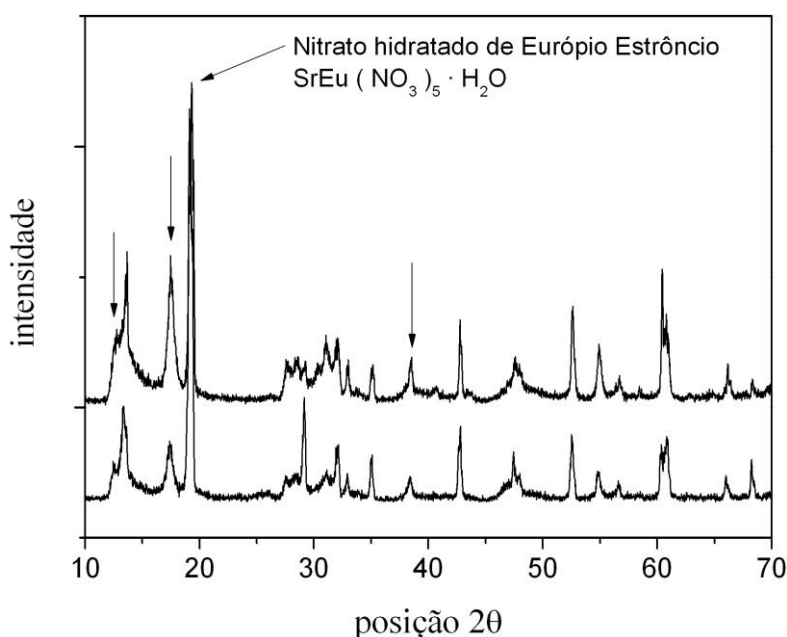


Fig 22: Difratogramas de raios X de possível amostra contendo elementos de terras raras. Montagem em pó. $\text{CuK}\alpha$.

Para confirmar a presença de Európio, haveria necessidade de medidas adicionais, como por MEV-EDS, ou fluorescência de raios X; técnicas não disponíveis no Estado de Roraima.

Diante do poderio econômico que as TR despertam, acreditamos ser um assunto muito promissor para futuras investigações.

REFERÊNCIAS.

BATISTA, M.A.; COSTA, A.C.S.; SOUZA JUNIOR, I.G. & BIGHAM, J.M. **Cristallochemical characterization of synthetic Zn-substituted maghemite** ($\gamma\text{-Fe}_{2-x}\text{Zn}_x\text{O}_3$). R. Bras. Ci. Solo, 32:561-568, 2008.

BLEICHER, L; SASAKI, J. **Introdução à difração de raios X em cristais**. Universidade Federal do Ceará, 2000.

BRANDÃO, R.L. & FREITAS, A.F. **Programa de levantamentos geológicos básicos. Serra do Ajarani**. Folha NA. 20-X-C-VI, Estado de Roraima. Brasília, CPRM, 1994. 164p

BRITO NEVES, B.B. & CORDANI, U.G. Tectonic evolution of South America during the late Proterozoic. **Precambrian Research**, Vol. 53 , p. 23 – 40, 1991.

CARRON, W; GUIMARÃES, O. **As faces da física**. 2. ed. São Paulo: Moderna, 2002.

CORNELL, R.M. & SCHWERTMANN, U. The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurences and Uses. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003. 694p.

DAY, R., FULLER, M. & SCHIMIDT, V.A. **Hysteresis Properties of Titanomagnetites: Grain-Size and Compositional Dependence**. **Physics of the Earth and Planetary Interiors** 13, 260-267, 1977.

FONTES, M.P.F & WEED, S.B. **Iron oxides in selected brazilian Oxisols: I. mineralogy.**

Soil Sci. Soc. Am. J., 55: 1143-1149, 1991.

FONTES, M.P.F.; OLIVEIRA, T.S.; COSTA, L.M. & CAMPOS, A.A.G. **Magnetic separation and evaluation of magnetization of Brazilian soils from different parent materials.** *Geoderma* 96: 81-99, 2000.

HALLIDAY, D; RESNICK, R; WALKER, J. **Fundamentals of Physics.** 8. ed. John Wiley & Sons., 2009.

HALLIDAY, D; RESNICK, R; WALKER, J. **Fundamentos da Física.** 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007. 4 v.

KLUG, H.P. & ALEXANDER, L.E. **X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials.** New York, J, Wiley Sons, 966, 1974.

NITSKE, R. **A Vida de Röntgen WC, descobridor do raio X.** Imprensa da Universidade de Arizona, 1971.

RENDA, J. L. C., **Comportamento Térmico de Óxidos de Ferro Presentes em Solos da Savana de Roraima** (dissertação), 2010.

Revista Ciência Hoje, ano 23, no. 210, 2010.

RESENDE, M.; CURI, N.; KER, J.C. & REZENDE, S.B. **Mineralogia de Solos Brasileiros - Interpretações e Aplicações**-2ª Edição. Editora UFLA, 2005.

SCHAEFER, C.E.G.R. et al. **Minerals in the clay fraction of brazilian latosols (oxisols): a review. Clay Minerals**, v.43, p.137-154, 2008.

SERGIO, C.S.; SANTANA, G.P.; COSTA, G.M. & HORBE, A.M.C. **Identification and Characterization of Maghemite in Ceramic Artifacts and Archaeological Black Earth of Amazon Region**. Soil Sci., 171: 59-64, 2006.

SILVA, A.R.; SOUZA JUNIOR, I.G. & COSTA, A.C.S. **Susceptibilidade magnética do horizonte B de solos do estado do Paraná**. R. Bras. Ci. Solo, 34:329-337, 2010.

SOUZA JUNIOR, I.G.; COSTA, A.C.S.; VILAR, C.C.; HOEPERS, A. **Mineralogia e susceptibilidade magnética dos óxidos de ferro do horizonte B de solos do Estado do Paraná**. Ciência Rural, Santa Maria, v.40, n.3, p.513-519, 2010.

VAN KLINKEN, J. **Magnetization of Ancient Ceramics.** University of Oxford. Archaeometry 43: 49-57, 2001.

VARGAS. **Introdução à Mecânica dos Solos.** Editora McGRAW-HILL do Brasil LTDA, 1978.

YOUNG, H; FREEDMAN, R. **Física IV: ótica e física moderna.** 10. ed. São Paulo: Pearson Addison Wesley, 2004

ANEXOS

ANEXO A – Picos diagnósticos de minerais de óxidos de ferro quando submetidos à difração de raios-X.

Mineral	Picos mais intensos (nm)
Goethita	0,418; 0,245; 0,269
Hematita	0,270; 0,368; 0,252
Maghemita	0,252; 0,295
Magnetita	0,253; 0,297

Fonte: SCHWERTMANN E TAYLOR, 1989.

ANEXO B – Relações entre intensidade das relações de picos de goethita e hematita.

	I110/I130	I111/I130	Fonte	Gt / (Gt + Hm)
–	----- Sinética -----			
X	3,18	1,73	A	0,3145 I110/I130
N	44	44	A	
CV	17	8	A	
–	----- Natural -----			

X	2,31	1,29	A	0,429 I110/I130
N	10	10	A	
CV	15	32	A	
$\bar{x}$	2,3	1,49	A	
N	6	6	a	
CV	16	9	b	0,307I110/I130
–	----- X>0,10 -----			

X	2,751		a	0,3636I110/I130
N	12		a	

X=substituição isomórfica [mol % (Al + Fe)].

a = SCHULZE(1982); b = JONES ET.al (1982)

ANEXO C – Características da rede cristalina e difratometria de raios-X de goethita, hematita e maghemita.

Mineral	Posição de pico ($^{\circ}\theta$)	d(nm)	Intensidade	Hkl
Goethita	21,25	0,418	100	110
	33,30	0,269	35	130
	36,67	0,245	50	111
	34,75	0,258	8	021
Hematita	24,25	0,367	25	012 (102)
	33,30	0,269	100	104
	35,77	0,252	50	110
	64,25	0,145	25	300
Maghemita	30,26	0,295	30	220
	35,76	0,251	100	313
	43,28	0,209	15	400

ANEXO D – Padrões (na forma de ficha) de ilmenita e magnetita.

3-078 Correção Menor						19-629					
FeTiO ₃			FeO. TiO ₂								
Óxido de Ferro e Titânio			FeO. TiO ₂			Fe ₃ O ₄		Magnetita			
D _Å	I/I _x	hkl	d _Å	I/I _x	hkl	d _Å	I/I _x	hkl	d _Å	I/I _x	Hkl
3,73	50	102	1,07	70	2110	4,85	8	111	0,8952	2	664
2,74	100	104	1,00	30	318	2,967	30	220	0,8862	6	931
2,54	85	110	0,978	50	1012	2,532	100	311	0,8569	8	844
2,23	70	113	0,970	70	2013	2,424	8	222	0,8233	4	1020
1,86	85	204			324	1,099	20	400	0,8117	6	951
1,72	100	116	0,921	85	3110	1,485	40	440			
1,63	50	108	0,913	70	2014	1,419	2	531			
1,47	85	300				1,281	10	533			
1,34	70	1010				1,266	4	622			
1,20	30	312				1,093	12	731			
1,18	60	2010				1,050	6	800			
1,15	70	314				0,9896	2	822			
1,12	70	226				0,9695	6	751			
						0,9632	4	662			
						0,9388	4	840			

FONTE: JOINT COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS, 1974.

Selected Powder Diffraction for Minerals, First Edition, JCPDS, Pennsylvania, U.S.A.

ANEXO E – Padrões (na forma de ficha) de Caulinita.

14-164					
Caulinita 1T					
D$\text{\AA}$	I/I₁	Hkl	d$\text{\AA}$	I/I₁	Hkl
7,170	100	001	2,338	40	13 $\bar{1}$; 11 $\bar{3}$
4,478	35	020	2,305	5	11 $\bar{3}$
4,366	60	11 $\bar{0}$	2,293	35	131
4,186	45	11 $\bar{1}$	2,253	20	13 $\bar{2}$
4,139	35	1 $\bar{1}$ $\bar{1}$	2,237	5	040; 22 $\bar{1}$
3,847	40	02 $\bar{1}$	2,218	10	22 $\bar{1}$
3,745	25	021	2,197	20	13 $\bar{2}$
3,579	80	002	2,186	20	201; 22 $\bar{0}$
3,420	5	11 $\bar{1}$	2,173	5	220
3,376	35	111	2,151	10	04 $\bar{1}$
3,155	20	11 $\bar{2}$	2,133	20	02 $\bar{3}$
3,107	20	1 $\bar{1}$ $\bar{2}$	2,116	10	041
2,754	20	022	2,093	10	22 $\bar{2}$
2,566	35	13 $\bar{0}$; 20 $\bar{1}$	2,080	5	023
2,553	25	130	2,064	20	22 $\bar{2}$
2,535	35	13 $\bar{1}$	1,997	35	20 $\bar{3}$
2,495	45	13 $\bar{1}$; 200+	1,974	20	22 $\bar{1}$
2,347	40	20 $\bar{2}$	1,939	35	132

FONTE: JOIN COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS, 1974. Selected Powder Diffraction Data Minerals, First Edition, JCPDS, Pennsylvania, U.S.A.

ANEXO F – Padrões (na forma de ficha) de maghemita.

4-755					
Maghemita			YFe ₂ O ₃		
D $\text{\AA}$	I/I ₁	Hkl	d $\text{\AA}$	I/I ₁	Hkl
5,90	2	110	1,32	7	620
4,82	5	111	1,27	11	533
4,18	1	200	1,26	3	622
3,73	5	210	1,21	5	444
3,41	2	211	1,12	7	642
2,95	34	220	1,09	19	552,731
2,78	19	221	1,07	1	650
2,64+	-	310	1,04	8	800
2,52	100	311	1,04	1	652,740+
2,41	1	222	1,03	1	554,741+
2,32	6	320			
2,23	<1	321			
2,08	24	400			
1,87	<1	420			
1,70	12	422			
1,61	33	511,333			
1,55	<1	432,520			
1,53	1	521			
1,48	53	440			

15-615					
Maghemita			YFe ₂ O ₃		
dÅ	I/I ₁	Hkl	dÅ	I/I ₁	Hkl
8,02	8	101	2,51s	100+	119,313
7,04	18	102	2,451	<1	305,314
6,35	8	004	2,414s	8	226
5,95	60	103,110	2,318	8	306,320
5,75	4	111	2,234	4	316,219
5,37	8	112	2,208	4	307
5,00	8	104,005	2,089s	100+	400
3,86	12	115	1,863	2	406,420
3,75	100	106,203	1,836	1	442
3,50	12	204	1,822	16	416,423
3,42	65	213,116	1,778	1	336
3,216	25	214,205	1,749	1	425
3,077	2	117	1,702s	100+	426
2,950s	100+	206,220	1,669	8	500,409
2,871	<1	222	1,638	4	510,503+
2,799	18	009,300	1,608s	100+	513,339
2,642	25	310,303	24 linhas para 1,068		

FONTE: JOIN COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARS, 1974. Select Powder Diffraction Data of Minerals, First Edition, JCPDS, Pennsylvania, U.S.A.

ANEXO G – Padrões (na forma ficha) de rutilo e anatásio.

21-1276					
TiO₂			Rutilo		
dÅ	I/I₁	Hkl	dÅ	I/I₁	Hkl
3,25	100	110	1,0425	6	411
2,487	50	101	1,0364	6	312
2,297	8	200	1,0271	4	420
2,188	25	111	0,9703	2	421
2,054	10	210	0,9644	2	103
1,6874	60	211	0,9438	2	113
1,6237	20	220	0,9072	4	402
1,4797	10	002	0,9009	4	510
1,4528	10	310	0,8892	8	213
1,4243	2	221	0,8774	8	431
1,3598	20	301	0,8738	8	332
1,3465	12	112	0,8437	6	422
1,3041	2	311	0,8292	8	303
1,2441	4	202	0,8196	12	521
1,2006	2	212	0,8120	2	440
1,1702	6	321	0,7877	2	530
1,1483	4	400			
1,1143	2	410			

21-1272					
TiO ₂			Anatásio		
dÅ	I/I ₁	Hkl	dÅ	I/I ₁	Hkl
3,52	100	101	1,0436	4	321
2,431	10	303	1,0182	2	109
2,378	20	004	1,0070	2	208
2,332	10	112	0,9967	2	323
1,892	35	200	0,9555	4	316
1,6999	20	104	0,9464	4	400
1,6665	20	211	0,9246	<2	307
1,4930	4	213	0,9192	2	325
1,4808	14	204	0,9138	2	411
1,3641	6	116	0,8966	4	219, 111 <u>0</u>
1,3378	6	220	0,8890	2	228
1,2795	<2	107	0,8819	<2	413
1,1664	6	224	0,8102	2	309
1,1608	4	312	0,7974	4	424
1,0600	2	217	0,7928	2	001 <u>2</u>
1,0517	4	305			

FONTE: JOINT COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS, 1974. Select Powder Diffraction Data of Minerals, First Edition, JCPDS, Pennsylvania, U.S.A.

ANEXO H – Padrões (na forma ficha) de hermatita e goethita.

13-534					
Hematita					
dÅ	I/I₁	Hkl	dÅ	I/I₁	Hkl
3,66	25	012	1,102	14	226
2,69	100	104	1,076	2	042
2,51	50	110	1,055	18	211 <u>2</u>
2,285	2	006	1,042	2	111 <u>2</u>
2,201	30	113	1,038	2	404
2,070	2	202	0,9890	10	232,328
1,838	40	024	0,9715	2	229
1,690	60	116	0,9601	18	324
1,634	4	211	0,9578	6	011 <u>4</u>
1,596	16	018	0,9512	12	140,021 <u>3</u>
1,484	35	214	0,9314	6	413
1,452	35	300	0,9204	6	048
1,349	4	208	0,9080	25	131 <u>0</u>
1,310	20	101 <u>0</u> , 119			
1,213	4	223			
1,189	8	128			
1,162	10	021 <u>0</u>			
1,141	12	134			

17-536					
Fe ₂ O ₃ H ₂ O			Goethita		
dÅ	I/I ₁	Hkl	dÅ	I/I ₁	Hkl
4,98	10	020	1,467	4	320
4,18	100	100	1,453	10	061
3,38	10	120	1,418	2	112
2,69	30	130	1,392	8	330
2,58	8	021	1,357	8	311
2,520	4	101	1,317	8	321
2,490	16	040	1,263	2	331
2,452	25	111	1,241	2	142
2,252	10	121	1,198	2	341
2,192	20	140			
2,009	2	131			
1,770	2	141			
1,721	20	221			
1,694	10	240			
1,661	4	060			
1,606	6	231			
1,564	16	151,160			
1,509	10	250,002			

FONTE: JOIN COMMITTEE ON POWDER DIFFRACTION STANDARDS, 1974. Select Powder Diffraction Data of Minerals, First Edition, JCPDS, Pennsylvania, U.S.A.