

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS

WELLINGTON LUIS DE ALMEIDA

ANÁLISE, CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO MINERAL DE DOIS PERFIS DE
SOLOS DO PARQUE ESTADUAL DA SERRA DOURADA: estudo de caso

PONTA GROSSA

2025

WELLINGTON LUIS DE ALMEIDA

ANÁLISE, CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO MINERAL DE DOIS PERFIS DE
SOLOS DO PARQUE ESTADUAL DA SERRA DOURADA: estudo de caso

Tese apresentada para obtenção do título de doutor na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no programa de Pós-Graduação em Ciências, área de concentração: Física.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti

PONTA GROSSA

2025

A447 Almeida, Wellington Luis de
Análise, caracterização e quantificação mineral de dois perfis de solos do
Parque Estadual da Serra Dourada: estudo de caso / Wellington Luis de Almeida.
Ponta Grossa, 2025.
94 f.

Tese (Doutorado em Ciências - Área de Concentração: Física), Universidade
Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. André Maurício Brinatti.

1. Haloisita. 2. Goethita. 3. Cambissolo. 4. Neossolo regolítico. 5. Método de
rietveld. I. Brinatti, André Maurício. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa.
Física. III.T.

CDD: 550

TERMO DE APROVAÇÃO

WELLINGTON LUIS DE ALMEIDA

ANÁLISE, CARACTERIZAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO MINERAL DE DOIS PERFIS DE SOLOS DO PARQUE ESTADUAL DA SERRA DOURADA: estudo de caso

Tese aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Ciências, no Programa de Pós-Graduação em Ciências, Área de Concentração Física Ambiental, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Documento assinado digitalmente
 **ANDRE MAURICIO BRINATTI**
Data: 29/04/2025 17:52:52-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientador- _____

Dr. André Maurício Brinatti – UEPG –

Titular/Presidente

Documento assinado digitalmente
 **KELLY CRISTIANE IAROSZ**
Data: 06/05/2025 09:57:51-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Kelly Cristiane Iarosz– UNIFATEB – Titular

Documento assinado digitalmente
 **ADRIANA SCOTON ANTONIO CHINELATTO**
Data: 04/05/2025 22:11:46-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dra. Adriana Scoton Antonio Chinelatto – UEPG – Titular

Documento assinado digitalmente
 **GUILHERME TAITSON BUENO**
Data: 30/04/2025 09:21:17-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. Guilherme Taitson Bueno – UFG – Titular

Documento assinado digitalmente
 **ANDRE CARLOS AULER**
Data: 30/04/2025 18:38:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Dr. André Carlos Auler – UFPR – Titular

Ponta Grossa, 29 de abril de 2025.

Dedico este trabalho à minha mãe, Margaret de Almeida e à
minha amada esposa, Daiane Götttert

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus colegas de laboratório, professores Luiz Fernando Pires, Sergio da Costa Saab, do grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais (FASCA) e aos professores dos cursos de Bacharelado em Física e Licenciatura em Física e do Programa de Pós-Graduação em Ciências/Física, em especial ao professor Antonio Marcos Batista.

Agradeço à CAPES e ao CNPQ. Apesar de não receber a bolsa no doutorado, as instituições foram essenciais ao longo de toda a minha trajetória acadêmica.

À equipe de laboratoristas do CLABMU, sempre disponíveis e atenciosos.

Às professoras Vladia Correchel e Renata Santos Momoli pelas discussões contribuições para o trabalho.

Agradeço a minha família pelo apoio ao longo da vida. Aos meus irmãos, Diego Manosso, Luis Edson de Almeida Junior, Milena Manosso, e à minha mãe, Margaret de Almeida, a mulher mais forte que já conheci, que apesar de todos os problemas de saúde nunca se deixou abater e venceu todas as vezes a doença que teima em aparecer.

Agradeço ao meu orientador, amigo e padrinho André Maurício Brinatti, que sempre me apoiou nas minhas escolhas de carreira e teve uma paciência muito grande para me orientar no trabalho de doutorado e não me deixou desistir da busca da conquista do título, nunca poderei retribuir toda ajuda que me deu.

Agradeço à minha amada esposa, Daiane Göttert. Sem a sua ajuda, carinho, amor, paciência, a entrega desse trabalho não seria possível. Obrigado pelo apoio, por não deixar que eu desistisse mesmo nos momentos em que parecia que não seria possível entregar, sempre me incentivando com o “vai dar certo, tente mais um pouco”.

RESUMO

De maneira geral, o solo é um elemento complexo e dinâmico que fornece o suporte essencial para a vida na Terra. A sua geodiversidade desempenha um papel crucial na formação de paisagens, na regulação do clima e na provisão de recursos naturais, como água, minerais e solo fértil. Então, a preservação da geodiversidade é essencial para a sustentabilidade ambiental e para a mitigação dos impactos das mudanças climáticas, portanto, entender e conservar a geodiversidade é vital para garantir um futuro equilibrado e saudável para o planeta. Desta forma, uma estratégia para geoconservação é a inventariação, caracterização, conservação, divulgação e monitoramento de geossítios, baseada nos aspectos geocientíficos. Os perfis dos solos estudados provenientes do Parque Estadual da Serra Dourada, classificados como Cambissolos e Neossolos Regolíticos, refletem as características da sua formação, composta por metassedimentos associados a um histórico de intemperismo e alteração mineral. A utilização das técnicas Difração de Raios X associada ao Método de Rietveld (MR-DRX), Fluorescência de Raios X (FRX), Espectroscopia no Infravermelho (FTIR/IV), Espalhamento Dinâmico de Luz (DLS) e Microscopia Eletrônica de Varredura (FEG-SEM), possibilitaram a identificação e caracterização dos minerais presentes e suas proporções, revelando a presença de caulinita, biotita, gibbsita, goethita, muscovita, haloisita, quartzo, illita e rutilo. A partir da técnica de MR-DRX foi possível quantificar os minerais presentes nas frações e relacionar o transporte de minerais da região mais superficial para a de maior profundidade ao longo do perfil do solo e pela FEG-SEM foi possível identificar a morfologia da haloisita e goethita.

Palavras-chave: Haloisita, Goethita, Cambissolo, Neossolo Regolítico, Grupo Araxá, Método de Rietveld.

ABSTRACT

In general, soil is a complex and dynamic element that is an essential basis for life on earth. Its geological diversity plays a crucial role in shaping landscapes, regulating the climate and providing natural resources such as water, minerals and fertile soil. Therefore, the conservation of geological diversity is vital for environmental sustainability and mitigating the effects of climate change. Understanding and preserving geodiversity is crucial to ensure a balanced and healthy future for our planet. Thus, a geoconservation strategy involves the inventory, characterization, conservation, dissemination and monitoring of geosites based on geoscientific aspects. The studied soil profiles provided from the Serra Dourada State Park, classified as Cambisol (Inceptisol) and Neossolo Regolítico (Psamment), reflect the characteristics of their formation, composed of metasediments associated with a history of weathering and mineral alteration. The use of techniques such as X-ray diffraction in combined with the Rietveld method (MR-DRX), X-ray fluorescence (FRX), infrared spectroscopy (FTIR), dynamic light scattering (DLS) and field electron scanning electron microscopy (FEG-SEM) allowed identify and characterize the minerals present and their proportions, establishing the presence of kaolinite, biotite, gibbsite, goethite, muscovite, halloysite, quartz, illite and rutile. Through MR-DRX technique, it was possible to quantify the minerals present in the fractions and relate the transport of minerals from the most superficial region to the deepest region along the soil profile while FEG-SEM enabled the identification of the morphology of halloysite and goethite.

Key-words: Halloysite, Goethite, Inceptisol, Psamment, Araxá Group, Rietveld Method.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 Modelo estrutural cristalino da haloisita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio e as esferas em azul representam os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Mehmel (1934). 19
- Figura 2 Modelo estrutural cristalino da goethita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as esferas em marrom os átomos de ferro. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma e Izumi, 2011) a partir de Hazemann e Hazemann (1991). 20
- Figura 3 Modelo estrutural cristalino da caulinita, na direção c. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio e as esferas em azul representam os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Gruner (1932). 21
- Figura 4 Modelo estrutural cristalino da biotita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em laranja representam os átomos de magnésio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as esferas em azul representam os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Takeda e Ross (1975). 22
- Figura 5 Modelo estrutural cristalino da gibbsita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro os átomos de alumínio e as em rosa os átomos de hidrogênio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Balan *et al.* (1975). 23
- Figura 6 Modelo estrutural cristalino do Quartzo, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as esferas em azul os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma, Izumi, 2011) a partir de Levien, Prewitt e Weidner (1980). 24
- Figura 7 Modelo estrutural cristalino do rutilo, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as em azul claro os átomos de titânio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Swope, Smyth e Larson (1995). 24
- Figura 8 Modelo estrutural cristalino da illita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as azuis os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Gualtieri (2000). 25
- Figura 9 Modelo estrutural cristalino da muscovita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as azuis os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Birle e Tettenhorst (1968). 26

Figura 10 Planos de reflexão e condição para interferência construtiva.	37
Figura 11 Imagens da região da amostra coletada. (a) é uma visualização superior da região da Serra Dourada, (b) uma vista em perspectiva e (c) e (d) imagens aproximadas da região de coleta.	41
Figura 12 Perfis dos solos.	42
Figura 13 Esquema de preparação e análises realizadas.	44
Figura 14 Diagrama de classes texturais.	49
Figura 15 Análise de IV para a AF das profundidades de 0-3 cm, 3-55 cm e 55-144 cm.	52
Figura 16 Resultado da análise de IV para a AF V4 nas três profundidades.	53
Figura 17 Resultado da análise por IV para a TFSA V2.	53
Figura 18 Resultado da análise por IV para a TFSA V4.	54
Figura 19 DRX da fração AF V2 0-3 nas suas respectivas profundidades.	55
Figura 20 Comparação dos resultados de DRX das frações finas na argila para o perfil V2.	55
Figura 21 DXR da fração AF do perfil V4 nas suas respectivas profundidades.	56
Figura 22 DXR da fração TFSA do perfil V2 nas suas respectivas profundidades.	57
Figura 23 DXR da fração TFSA do perfil V4 nas suas respectivas profundidades.	58
Figura 24 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 0-3.	59
Figura 25 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 3-55.	60
Figura 26 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 55-144.	60
Figura 27 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 0-10. Em (a) tem-se uma ampliação do plano {002} e {001} dos minerais Caulinita e Haloisita em torno de $2\theta=12,3^\circ$ e em (b) uma ampliação do plano {112} do mineral Haloisita em torno de $2\theta=33,7^\circ$	61
Figura 28 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 10-34.	62
Figura 29 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 34+.	63
Figura 30 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 0-3.	64
Figura 31 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 3-55.	64
Figura 32 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 55-144.	65
Figura 33 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 0-10.	66
Figura 34 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 10-34.	66
Figura 35 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 34+.	67
Figura 36 Resultado da análise de FEG-SEM para a AF V4 0-10.	70

Figura 37 Análise elementar para a AF V4 0-10. As áreas em verde representam a concentração de ferro, em rosa, titânio, em amarelo, silício e em azul, oxigênio. O resultado mostra uma predominância de estruturas com formato de bastões.	71
Figura 38 Resultado da análise elementar por elemento individual na AF V4 0-10. .	71
Figura 39 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V2 0-3, região 1. O resultado mostra uma distribuição de estruturas tipo bastão sobre um grão de quartzo.	72
Figura 40 Ampliação da amostra TFSA V2 0-3. O resultado mostra concentração de estruturas tipo bastão bem como estruturas tio-flor, localizada no lado direito da figura.....	73
Figura 41 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V2 55-144.	73
Figura 42 Análise elementar na micrografia da amostra TFSA V2 55-144, região 1.	74
Figura 43 Resultado da análise elementar individual na TFSA V2 55-144 a partir da figura 42.....	74
Figura 44 TFSA V2 55-144, região 2. O resultado mostra a estrutura tipo bastão de forma mais evidente e isolada.	75
Figura 45 Análise elementar para a região 2 da TFSA V2 55-144. O resultado mostra grande concentração de alumínio e ferro e silício, representados pelas cores amarelo, verde e rosa, respectivamente.	75
Figura 46 Análise elementar por elemento individual da TFSA V2 55-144, região 2.	76
Figura 47 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V4 34+, região 1.....	77
Figura 48 Ampliação (circulada em vermelho) da região 1 da TFSA V4 34+. Em (a) é possível visualizar as estruturas em forma de tubos, assim como as estruturas tipo flor. (b) é uma ampliação de (a).	77
Figura 49 FEG-SEM para a amostra TFSA V4 34+, região 1. Em (a) o resultado da análise elementar sobre a micrografia.....	78
Figura 50 Ampliação (circulada em azul) da região 1 da TFSA V4 34+. Na figura, (b) é uma ampliação de (a).	79
Figura 51 Análise elementar para a região 1 da TFSA V4 34+.	80
Figura 52 Análise elementar por elemento individual da TFSA V4 34+.	80
Figura 53 Resultado da análise por FEG-SEM pontual para a amostra AF V4 34+..	81
Figura 54 AF V4 34+ região 2.	82
Figura 55 TFSA V4 34+.....	83
Figura 56 Resultado da micrografia para a amostra AF V2 3-55. (b) é uma ampliação de (a). O resultado mostra uma grande concentração da morfologia semelhante aos bastões, que pode ser associada à haloisita. A morfologia tipo-flor também aparece em grande quantidade.	84
Figura 57 Análise elementar por elemento individualmente da AF V2 3-55.....	84

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Siglas utilizadas para as amostras.	43
Tabela 2	Resultados da análise de densidade de partículas.	47
Tabela 3	Resultados da análise por DLS das amostras. Os desvios padrão estão indicados em parênteses.	48
Tabela 4	Resultado da análise textural.	49
Tabela 5	Resultados da análise de FRX.	50
Tabela 6	Resultados do refinamento pelo MR.	69
Tabela 7	Resultado da análise elementar realizada a partir da imagem de FEG-SEM (figura 53(b)).	81
Tabela 8	Resultado da análise elementar pontual para a região 2 da AF V4 34+. ...	82
Tabela 9	TFSA V4 34+. Resultado normalizado, retirando o elemento carbono, presente devido ao substrato sobre o qual a amostra foi depositada.	83

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AF	Fração Fina da Argila
Bt	Biotita
C-Labmu	Complexo de Laboratório Multiusuários
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CIF	<i>Cystalographic Informarion File</i>
DLS	<i>Dynamic Light Scattering</i> (Espalhamento Dinâmico de Luz)
DRX	Difração de Raios X
FASCA	Grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais)
Gbs	Gibbsita
Gth	Goetita
FEG-SEM	Microscopia Eletrônica de Varredura
FRX	Fluorescência de Raios X
FTIR/IV	Infravermelho por Transformada de Fourier
GSAS	<i>General Structure Analysis System</i>
Hly	Haloisita
Illt	Illita
Kln	Caulinita
Ms	Muscovita
MR	Método de Rietveld
PDI	Índice de Polidisperssividade
Qz	Quartzo
Rt	Rútilo
TFSA	Terra Fina Seca ao Ar
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	13
2.	SOLOS, MINERAIS E TÉCNICAS: breve revisão	17
2.1	Fluorescência de Raios X	26
2.2	Espectroscopia de infravermelho	28
2.3	Espalhamento Dinâmico de Luz	29
2.4	Densidade de partícula – Picnometria de gás He	33
2.5	Microscopia Eletrônica de Varredura	35
2.6	Método de Rietveld com dados da Difração de Raios X	36
3.	MATERIAL E MÉTODOS	41
3.1	Informações dos solos	41
3.2	Preparação das amostras	44
3.3	Condições de Análise	45
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
4.1	Densidade de partículas	47
4.2	Espalhamento Dinâmico de Luz	47
4.3	Análise textural	49
4.4	Resultados da técnica de FRX	50
4.5	Resultados da técnica de IV	51
4.6	Resultados da técnica de DRX	54
4.7	Resultado da técnica de MR-DRX	58
4.8	Resultados da técnica de FEG-SEM	70
5.	CONCLUSÃO	85
	REFERÊNCIAS	87

1. INTRODUÇÃO

O solo é um componente fundamental do meio ambiente, atuando como um sistema dinâmico e complexamente organizado. Ele serve como um habitat para uma vasta gama de organismos vivos e desempenha um papel crucial no crescimento e desenvolvimento das plantas e fornece não apenas suporte físico, mas também recursos vitais, como água, oxigênio e nutrientes, que são essenciais para a sobrevivência e a saúde das plantas (Brady, 2009).

A classificação dos solos pode ser realizada de diversas maneiras, uma das mais comuns sendo a divisão por tamanho de partículas, que inclui areia, silte e argila. Cada um desses componentes possui características distintas que influenciam suas funções e interações no ecossistema. A areia, por exemplo, é composta por partículas maiores que permitem uma boa drenagem, enquanto o silte, com suas partículas de tamanho intermediário, retém mais água, e a argila, com suas partículas muito finas, possui uma alta capacidade de retenção de nutrientes (Santos *et. Al*, 2018.; Brady, 2009).

As argilas, em particular, são de grande interesse devido às suas propriedades físicas e químicas. Com uma granulometria inferior a 2 μm , as partículas de argila têm uma elevada área superficial, o que lhes confere a capacidade de interagir com diversas substâncias. Essa interação é facilitada por ligações químicas não saturadas presentes na superfície das partículas, permitindo que as argilas absorvam água e nutrientes de maneira eficiente (Lepsch, 2002).

Os minerais presentes nos solos podem ser classificados em dois grupos principais: minerais primários e minerais secundários. Os minerais primários são aqueles que se formaram diretamente a partir da cristalização de magma e, portanto, estão associados a um estado menos evoluído do solo. A presença desses minerais pode fornecer indicações sobre a formação e a evolução do solo ao longo do tempo, refletindo seu grau de desenvolvimento e a diversidade mineral disponível. Por outro lado, os minerais secundários resultam de processos de intemperismo e alteração dos minerais primários. A composição mineralógica do solo pode ter um impacto significativo na fertilidade, afetando a disponibilidade de nutrientes essenciais para as plantas (Brady, 2009; Melo; Wypych, 2009).

Em relação à mineralogia, a maioria dos solos é composto por minerais como quartzo, óxidos de ferro e argilominerais como filossilicatos, que são caracterizados por suas camadas em estrutura em folhas (Velde, 1992).

Em resumo, o solo é um elemento complexo e dinâmico que fornece o suporte essencial para a vida na Terra. Sua diversidade mineral e estrutura influenciam diretamente a fertilidade e a saúde dos ecossistemas, destacando a importância de entendermos sua composição e funcionamento para garantir a sustentabilidade ambiental. A pesquisa contínua sobre os solos e seus componentes é fundamental para promover práticas sustentáveis que preservem esse recurso vital para as futuras gerações.

Os solos, objetos de estudo deste trabalho, são provenientes do Parque Estadual da Serra Dourada – GO e são classificados como: Cambissolo e Neossolo Regolítico, segundo o Sistema Brasileiro de Classificação de Solos (SiBCS) (Santos *et al.*, 2018). O Parque foi criado por meio do Decreto Nº 5.768, DE 05 DE JUNHO DE 2003 que em seu artigo segundo diz:

Art. 2º O Parque ora criado destina-se a preservar as nascentes, os mananciais, a flora, a fauna, as belezas cênicas, bem como a controlar a ocupação do solo da região, podendo conciliar a proteção da fauna, da flora e das belezas naturais com a utilização para fins científicos, econômicos, técnicos e sociais (Brasil, 2003).

Trabalhos, como o de Pinto Filho (2014), mostram o potencial turístico para a área do parque respeitando a geodiversidade e a preservação das áreas nativas e outros trabalhos, como o de Oliveira *et al.* (2018), mostram um interesse pela redelimitação do Parque Estadual da Serra Dourada mantendo grande parte da área preservada com abertura de algumas áreas para cultivo.

A geodiversidade refere-se à variedade de formas geológicas, solos, minerais, fósseis e processos que compõem a estrutura física da Terra, não estando relacionada apenas à diversidade dos materiais geológicos, mas também às interações entre esses elementos e os ecossistemas que deles dependem, sendo dessa forma, fundamental para a biodiversidade, pois fornece os habitats e os recursos necessários para a vida (Brilha, 2018). Para Sharples (2002) os componentes não vivos, como os minerais, são tão importantes quanto os componentes vivos para a geoconservação, portanto o entendimento amplo do solo,

da parte orgânica e inorgânica, de uma região é de suma importância para a sua geoconservação.

Contribuindo com essa linha de pensamento, Brilha (2009) propõe que uma estratégia para geoconservação é a inventariação, caracterização, conservação, divulgação e monitoramento de geossítios, baseada nos aspectos geocientíficos.

Além disso, a geodiversidade desempenha um papel crucial na formação de paisagens, na regulação do clima e na provisão de recursos naturais, como água, minerais e solo fértil. A preservação da geodiversidade é essencial para a sustentabilidade ambiental e para a mitigação dos impactos das mudanças climáticas, portanto, entender e conservar a geodiversidade é vital para garantir um futuro equilibrado e saudável para o planeta (Brilha, 2009).

Oliveira e Almeida (2024) realizaram um estudo de identificação das áreas suscetíveis à erosão e perda de solo no Parque Estadual da Serra Dourada e seu entorno. O estudo analisa dados de 1985, 2003 e 2022, períodos antes e após a criação do parque em 2003. Os resultados indicam que a maioria dos solos no Parque é classificada como de alta erodibilidade, o que aumenta a vulnerabilidade à erosão, especialmente em áreas com Cambissolos Háplicos. Apesar da criação do Parque Estadual, que visava a preservação ambiental, a erosão e a degradação do solo continuaram a ser um problema significativo na região.

Buscando investigar se a mineralogia determinada para as amostras coletadas é coerente com a formação geológica da região e dessa forma contribuir com estratégias para geoconservação: inventariação, caracterização, conservação, divulgação e monitoramento de geossítios, baseada nos aspectos geocientíficos, realizou-se a análise mineralógica de dois solos provenientes de uma área de preservação ambiental do Parque Estadual da Serra Dourada e, para entender o comportamento do solo, foram empregadas diversas técnicas, cada uma contribuindo para uma compreensão detalhada do solo. E como objetivos específicos tem-se:

- i. Obter a Terra fina Seca ao ar (TFSA) das porções de solos coletadas dos dois perfis em análise neste estudo;
- ii. Separar a Fração Fina da Argila (AF) da TFSA destes dois perfis;
- iii. Obter, de forma semiquantitativa por meio da Fluorescência de Raios X, os elementos presentes nas amostras da TFSA e respectivas AF.

- iv. Identificar por meio da técnica de Infravermelho por Transformada de Fourier as bandas de vibração dos grupos funcionais que compõem os prováveis minerais nas amostras da TFSA e AF.
- v. Identificar, de forma qualitativa, por meio da técnica de Difração de Raios X, os prováveis minerais nas amostras da TFSA e respectivas AF.
- vi. Quantificar utilizando o Método de Rietveld com o uso de dados de Difração de Raios X os minerais das amostras da TFSA e respectivas AF.

No capítulo 2, será apresentada uma revisão sobre os solos estudados, origem e formação, bem como a descrição das técnicas de análises utilizadas nesse trabalho.

2. SOLOS, MINERAIS E TÉCNICAS: breve revisão

O termo Cambissolo vem do latim *cambiare*, “trocar”, “mudar”; conotativo de solos em formação (transformação), com a presença de argila de baixa atividade,

possuindo horizonte B incipiente o qual é um horizonte subsuperficial, subjacente ao A, Ap ou AB, que sofreu alteração física e química em grau não muito avançado, porém suficiente para o desenvolvimento de cor ou de unidades estruturais, e no qual mais da metade do volume de todos os sub-horizontes não deve consistir em estrutura da rocha original possuindo, portanto, uma pedogênese pouco avançada (Santos *et al.*, 2018).

Já os Neosolos Regolíticos são um grupamento de solos pouco evoluídos, sem horizonte B diagnóstico definido, que são suscetíveis a erosão (Cavalcante *et al.* 2005) e constituídos por material mineral ou por material orgânico pouco espesso que apresentam pouca mudança em relação ao material de origem não possuem contato lítico ou lítico fragmentário dentro de 50 cm a partir da superfície, apresentando horizonte A ou hístico sobrejacente a horizonte C (Santos *et al.*, 2018).

O Cambissolo e Neossolo Regolítico utilizados no trabalho são provenientes da unidade geológica Grupo Araxá que é composto por uma sequência de metassedimentos que inclui xistos e gnaisses, como granada-biotita-quartzo xistos e paragnaisses (Navarro; Zanardo; Conceição, 2013). Paragnaisses são rochas metamórficas que se formam a partir de sedimentos argilosos ou pelíticos, caracterizados por uma composição mineralógica que geralmente inclui quartzo, feldspato, mica (como biotita e muscovita) (Lisboa, 2019). Há intercalações de rochas metaultramáficas (serpentina, actinolita xisto) e metamáficas (anfibolito, anfibólio xisto). As rochas metaultramáficas são um tipo de rocha metamórfica que se formam a partir de rochas ultramáficas pré-existentes, como peridotitos e serpentinitos, são ricas em minerais máficos (ferro e magnésio), os minerais estão interligados em uma matriz, ou texturas folheadas, dependendo do grau de metamorfismo e das condições de pressão (Jordt-Evangelista; Silva, 2005). Essas rochas foram depositadas em bacias tipo antearco, desenvolvidas nas margens de arcos de ilhas neoproterozoicas. A Faixa Brasília, onde está localizado o Grupo Araxá, é um cinturão orogênico que resulta da convergência de três blocos continentais e se estende por mais de 1.100 km (Navarro; Zanardo; Conceição, 2013).

O estudo da região da formação do Grupo Araxá, feito por Simões (1984), mostrou que essa unidade é composta por quartzito, muscovita e quartzo xisto, com intercalações de microconglomerados de quartzito fedspático. Os quartzitos da Serra Dourada estão associados à Série Pirenópolis, a qual é uma unidade geológica do Pré-Cambriano, composta principalmente por rochas sedimentares e metavulcanoclásticas, incluindo quartzitos e xistos, destacando a ocasional impregnação de turmalina que ocorre nessas rochas (Lacerda Filho; Rezende; Silva, 1999). Além dos minerais citados anteriormente, a presença de caulinita e illita é notada nos solos dessa região (Rêgo *et al.*, 2015). Os metassedimentos da Serra Dourada e os micaxistos foram agrupados em uma só unidade denominada Grupo Araxá (Simões, 1984 *apud* Schobbenhaus *et al.* 1975).

Segundo Silva (2022) e Franco e Carneiro (2020), o Grupo Araxá é caracterizado por uma litologia composta principalmente por micaxistos e quartzitos. A Serra Dourada, que faz parte dessa formação, é conhecida por sua biodiversidade e riqueza mineral, sendo um berço de várias nascentes que alimentam diferentes bacias hidrográficas. Os solos da formação Araxá, como os Cambissolos, são sujeitos a processos de intemperismo, que influenciam sua composição química e características físicas, sendo essenciais para a preservação ambiental e o ecoturismo na região. A Serra Dourada serve como divisor de águas entre as bacias Platina e Amazônica, e as características geológicas variam entre granito e gnaiss.

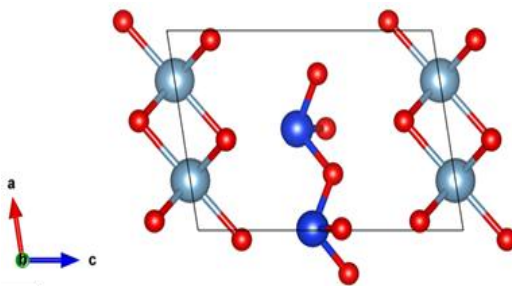
Furtado, Valtati e Gomes (2023) e Mendonça, Santos e Carneiro (2020), afirmam que o Grupo Araxá é composto predominantemente por rochas metamórficas e na formação do relevo, destaca-se o tipo hogback, que é resultado de processos de epirogênese positiva, onde o magma eleva o material ao encontrar falhas geológicas, segundo os autores essa formação geológica é fundamental para entender a diversidade de paisagens e a interação entre os elementos geológicos e geomorfológicos na região.

Baseado nas informações mineralógicas dos autores citados anteriormente, a seguir tem-se uma breve descrição dos minerais frequentemente encontrados em solos.

A haloisita é um mineral argiloso do grupo das esmectitas, amplamente reconhecido por sua estrutura lamelar e por ser um silicato de alumínio hidratado. Sua

fórmula química reflete sua composição rica em alumínio e silício, elementos fundamentais na formação de muitos minerais (Joussein *et al.*, 2005). A haloisita é geralmente formada a partir do intemperismo de feldspatos e outros minerais aluminosos como a caulinita (Singh; Gilkes, 1992), especialmente em climas tropicais e subtropicais, onde as condições de temperatura e umidade favorecem a alteração química e mineralógica (Fitzpatrick, 1984). Uma das características da haloisita é sua capacidade de absorção e troca catiônica. Isso significa que ela pode reter e liberar íons, tornando-se um componente importante em várias aplicações como a retenção de água e nutrientes no solo, ajudando a aumentar a fertilidade e a produtividade das culturas. Esse mineral é um indicador importante das condições ambientais que originam sua formação pois pode revelar informações sobre a evolução dos solos e os processos biogeoquímicos que ocorrem na natureza. Pela sua origem, a qual ocorre a partir da intemperização de outros minerais, a haloisita também pode fornecer informações sobre a história geológica de uma região, ajudando a entender a dinâmica dos ciclos de intemperismo e sedimentação. A figura 1 mostra o modelo estrutural da haloisita.

Figura 1 Modelo estrutural cristalino da haloisita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio e as esferas em azul representam os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Mehmel (1934).



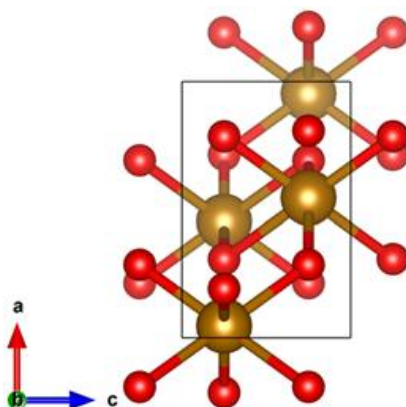
Fonte: O autor.

Em termos de características físicas, a haloisita apresenta uma coloração que pode variar do branco ao amarelo pálido, e sua textura é macia e plástica, permitindo que seja moldada com facilidade. A capacidade da haloisita de se dispersar em água e formar suspensões é uma propriedade que a distingue de outros minerais argilosos (Azevedo *et al.*, 2012; Al-Ani; Sarapaa, 2018).

A goethita é um mineral do grupo dos óxidos, que consiste principalmente de hidróxido de ferro e possui grande relevância em contextos geológicos e industriais.

A goethita é frequentemente encontrada em solos e rochas como resultado da intemperização de minerais de ferro, como a magnetita e a hematita, especialmente em ambientes tropicais e subtropicais, onde a alta umidade e temperatura favorecem a formação de óxidos de ferro. A goethita é geralmente formada pela lenta cristalização de hidróxido de ferro ou pode crescer como cristais em várias superfícies a partir de águas percolantes contendo compostos de ferro dissolvidos (Fitzpatrick, 1984). Esse mineral apresenta uma coloração que varia do amarelo ao marrom e, em alguns casos, até mesmo ao preto, dependendo da quantidade de impurezas e da forma como se apresenta, é frequentemente encontrado em formas fibrosas ou em massas compactas, podendo também se apresentar em agregados ou crostas. Do ponto de vista geológico, a goethita é um indicador importante de condições ambientais, pois sua formação está associada ao intemperismo e à oxidação de minerais de ferro em solos (Schwertmann, 1991). A presença de goethita em uma amostra de solo pode indicar um ambiente de alta umidade e temperatura, além de fornecer informações sobre o histórico de formação do solo. É frequentemente utilizada como um dos parâmetros para o estudo da pedologia e da geologia de solos e tem relevância em estudos ambientais, pois pode atuar como um indicador de contaminação em solos e sedimentos. Sua capacidade de absorver contaminantes, como metais pesados, a torna um elemento importante na remediação de áreas afetadas pela poluição (Ribon *et al.*, 2015; Inda Junior, 2002). A figura 2 mostra o modelo estrutural cristalino da goethita.

Figura 2 Modelo estrutural cristalino da goethita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as esferas em marrom os átomos de ferro. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma e Izumi, 2011) a partir de Hazemann e Hazemann (1991).

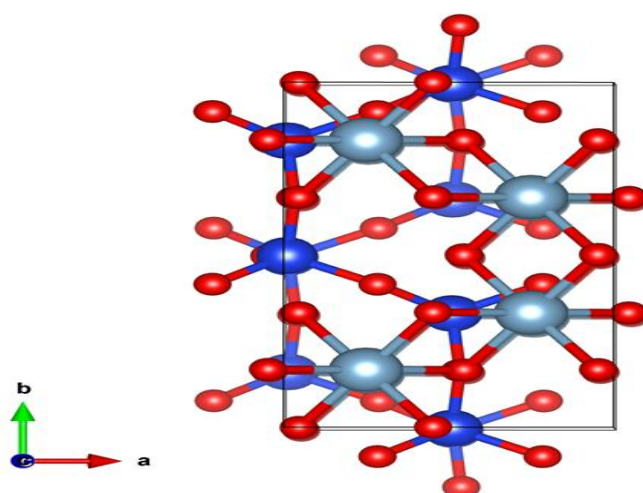


Fonte: O autor.

A caulinita é um mineral argiloso pertencente ao grupo dos silicatos, sendo um dos principais constituintes das argilas, é composta por alumínio, silício e oxigênio, além de grupos hidroxila.

A caulinita é formada principalmente pela alteração de feldspatos e outros minerais aluminosos em processos de intemperismo, especialmente em ambientes tropicais e subtropicais em condições de alta temperatura e humidade. Este mineral é conhecido por suas propriedades plásticas, que permitem moldá-lo facilmente quando hidratado, e por sua capacidade de se dispersar em água, formando suspensões (Pereira *et al.*, 2020). A caulinita tem uma coloração que pode variar do branco ao amarelo, passando por tons de cinza e rosa, dependendo das impurezas presentes. Sua estrutura lamelar e a presença de partículas finas conferem à caulinita uma textura macia e sedosa. Desempenhando um papel importante na agricultura, ela é frequentemente utilizada como um condicionador de solo, melhorando a estrutura e a capacidade de retenção de água. Essa propriedade é especialmente valiosa em solos arenosos, onde a caulinita pode ajudar a aumentar a fertilidade, promovendo um ambiente mais favorável para o crescimento das plantas. Sua presença em solos e rochas pode indicar processos de formação que ocorreram ao longo de milhões de anos, refletindo as mudanças climáticas e ambientais (Al-Ani; Sarapaa, 2018). A figura 3 mostra o modelo estrutural cristalino da caulinita.

Figura 3 Modelo estrutural cristalino da caulinita, na direção c. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio e as esferas em azul representam os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Gruner (1932).

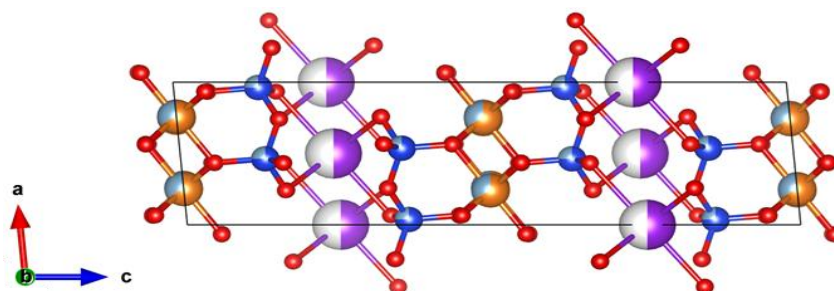


Fonte: O autor.

A biotita é um mineral do grupo dos silicatos, especificamente pertencente à classe dos filossilicatos, sendo uma das principais micas encontradas na natureza. É composta por potássio, magnésio, ferro, alumínio, silício e oxigênio, além de grupos hidroxila. A biotita é geralmente caracterizada por sua coloração que varia de marrom a preto, embora também possa apresentar tons esverdeados (Bonewitz, 2012). Esse mineral é comumente encontrado em rochas ígneas, metamórficas e sedimentares, sendo um componente significativo de granitos, gnaisses e rochas vulcânicas. A biotita se forma em ambientes de alta temperatura e pressão, e sua presença pode fornecer informações sobre a formação do solo a partir da rocha. Devido à sua resistência ao intemperismo, a biotita é frequentemente um dos minerais que permanece nas rochas após processos de intemperismo (Martins; Martins; Reatto, 2004). A figura 4 mostra o modelo estrutural cristalino da biotita.

A gibbsita é um mineral do grupo dos hidróxidos e é uma das principais formas de minerais contendo alumínio encontrada na natureza. Este mineral é um componente importante em bauxitas, que são as principais fontes de alumínio comercial.

Figura 4 Modelo estrutural cristalino da biotita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em laranja representam os átomos de magnésio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as esferas em azul representam os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Takeda e Ross (1975).

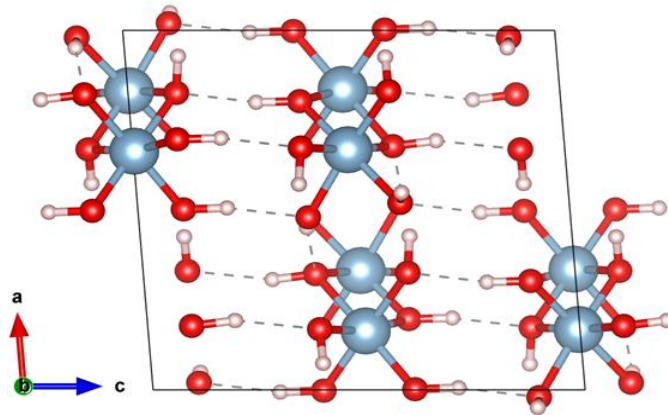


Fonte: O autor.

A gibbsita se forma principalmente em condições de intemperismo de rochas ricas em feldspato, especialmente em climas tropicais e subtropicais onde a temperatura e a umidade são elevadas, favorecendo a transformação de minerais primários em produtos de intemperismo (Pereira *et al.*, 2020). Além de sua importância na produção de alumínio, a gibbsita também possui aplicações em indústrias, como um agente de enchimento em produtos plásticos, tintas e papéis, devido à sua leveza

e propriedades de brancura. Do ponto de vista ambiental, a gibbsita pode ocorrer em solos e sedimentos, onde sua presença pode influenciar a mobilidade de alumínio e outros nutrientes no ambiente (Pedrotti *et al.*, 2003). A figura 5 mostra o modelo estrutural cristalino da gibbsita.

Figura 5 Modelo estrutural cristalino da gibbsita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro os átomos de alumínio e as em rosa os átomos de hidrogênio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Balan *et al.* (1975).

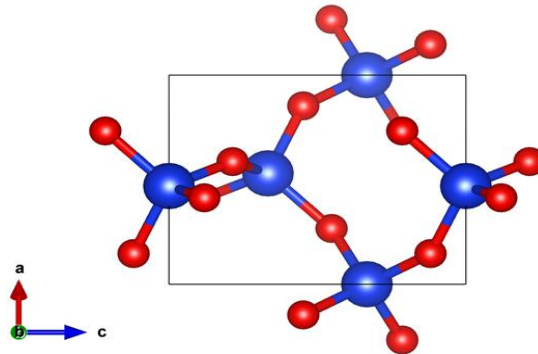


Fonte: O autor.

O quartzo é formado a partir da combinação de silício e oxigênio e pode surgir em uma variedade de ambientes geológicos, desde rochas ígneas e metamórficas até sedimentos, sendo um dos minerais mais abundantes e amplamente distribuídos na crosta terrestre (Guzzo, 2008). Ele pertence ao grupo dos silicatos e se apresenta em diversas formas e variedades, incluindo cristais transparentes, opacos, coloridos e até mesmo microcristalinos (Bonewitz, 2012). Devido a sua dureza, o quartzo é um mineral resistente ao intemperismo e à erosão, essa resistência é uma das razões pelas quais o quartzo é tão comum em rochas e solos, onde ele frequentemente aparece na forma de grãos. Sua presença, portanto, em rochas pode fornecer informações sobre processos de sedimentação, intemperismo e evolução geológica. O quartzo também possui uma estrutura cristalina hexagonal, que pode se manifestar em cristais bem formados, frequentemente encontrados em veios hidrotermais. Esse mineral também possui uma rica variedade de formas e cores, resultando em gemas como ametista, citrino, quartzo rosa e quartzo fumê, variedades essas que são valorizadas na joalheria e na ornamentação, sendo utilizadas em uma ampla gama de produtos decorativos e acessórios (Guzzo, 2008; Freitas; Carneiro, 2019). Do ponto

de vista geológico, o quartzo é um indicador importante das condições ambientais em que se formou. A figura 6 mostra o modelo estrutural cristalino do quartzo.

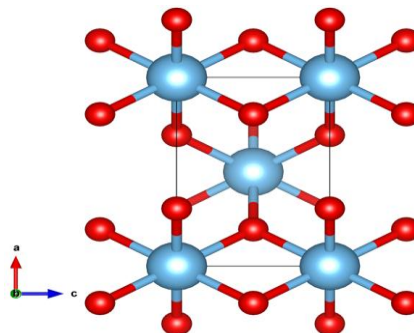
Figura 6. Modelo estrutural cristalino do Quartzo, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as esferas em azul os átomos de silício. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma, Izumi, 2011) a partir de Levien, Prewitt e Weidner (1980).



Fonte: O autor.

O rutilo é considerado uma das principais fontes de titânio na natureza. Esse mineral se apresenta tipicamente em forma de cristais prismáticos, que podem ser finos e alongados, ou em agregados em forma de grãos (Bonewitz, 2012). É formado em ambientes geológicos variados, incluindo rochas ígneas, metamórficas e sedimentares e é frequentemente encontrado associado a outros minerais, como quartzo, mica, granada e zircão, sendo comum em rochas vulcânicas e depósitos aluviais (Anthony *et al.* 2025). A formação do rutilo pode ocorrer através de processos de cristalização em condições de alta temperatura e pressão, além de processos de intemperismo que liberam o titânio de outros minerais. A figura 7 mostra o modelo estrutural cristalino do rutilo.

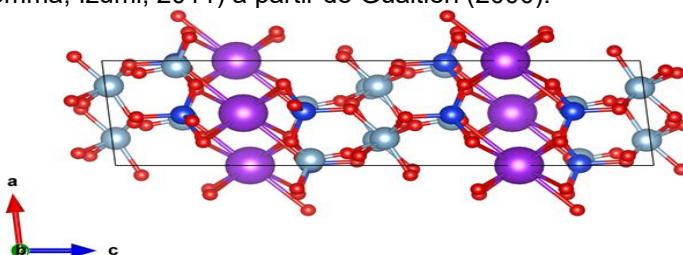
Figura 7 Modelo estrutural cristalino do rutilo, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio e as em azul claro os átomos de titânio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Swope, Smyth e Larson (1995).



Fonte: O autor.

A illita é um mineral argiloso, composto principalmente por silicatos de alumínio e potássio. Ela se caracteriza por uma estrutura lamelar que a torna semelhante a outros minerais do grupo das micas. A illita é comum em solos e sedimentos, sendo uma fase importante na composição de argilas, especialmente em ambientes sedimentares e em rochas metamórficas (Bonewitz, 2012). Esse mineral se forma a partir da alteração de feldspatos e outros minerais silicatados e é um produto de intemperismo, indicando condições de formação que variam de moderadas a baixas temperaturas e pressões (Bonewitz, 2012). Sua presença é um indicador geológico de uma região, pois pode refletir processos de formação de solo, sedimentação e evolução mineral. Uma das características mais marcantes da illita é sua capacidade de reter água e nutrientes, o que a torna um componente essencial em solos. A figura 8 mostra o modelo estrutural da illita.

Figura 8 Modelo estrutural cristalino da illita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as azuis os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Gualtieri (2000).

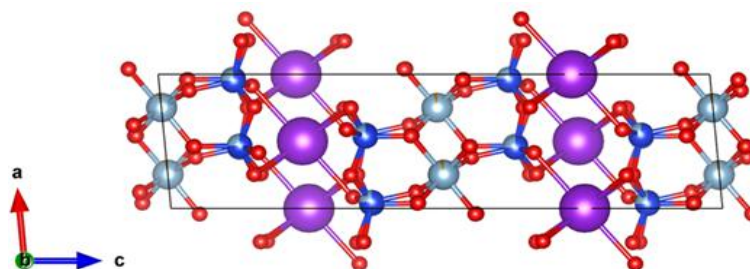


Fonte: O autor.

A muscovita é um mineral pertencente ao grupo das micas, caracterizada por sua estrutura lamelar e sua cor que varia de incolor a verde e marrom. É composta principalmente de potássio, alumínio, silício e oxigênio, além de conter hidroxilas em sua estrutura. Este mineral é frequentemente encontrado em rochas ígneas, metamórficas e sedimentares, sendo um componente comum em granitos e gnaisses (Bonewitz, 2012). A formação da muscovita ocorre em condições de alta temperatura e pressão, típicas de ambientes metamórficos. Uma fonte importante de muscovita é a alteração de feldspatos sob condições hidrotermais, onde a água quente e rica em minerais promove a formação de camadas. A estrutura lamelar da muscovita permite que as camadas se separem facilmente, contribuindo para a textura e a estrutura do

solo (Martins; Martins; Reatto, 2004; Pereira *et al.*, 2020). A figura 9 mostra o modelo estrutural da muscovita.

Figura 9 Modelo estrutural cristalino da muscovita, na direção b. As esferas em vermelho representam os átomos de oxigênio, as esferas em azul claro representam os átomos de alumínio, as azuis os átomos de silício e as esferas em roxo representam os átomos de potássio. Estrutura gerada com o auxílio do programa VESTA (Momma; Izumi, 2011) a partir de Birle e Tettendorf (1968).



Fonte: O autor.

Para compreender a mineralogia dos perfis estudados, utilizou-se as técnicas descritas a seguir.

2.1 Fluorescência de Raios X

A fluorescência de raios X acontece quando um feixe de raios X incide sobre a matéria e há excitação eletrônica (Beckhoff *et al.*, 2006). Elétrons presentes nas camadas inferiores são arrancados e elétrons presentes nas camadas de maior energia ocupam seus lugares o que acaba gerando uma energia de raios X característicos (Jones, 1982).

A energia do fóton de raios X emitidos depende da diferença de energia entre a energia do elétron no orbital que foi arrancado e a energia do elétron no orbital da camada mais externa que ocupou seu lugar. A energia do fóton é inversamente proporcional ao comprimento de onda característico λ e a intensidade da emissão dos fótons depende da quantidade do elemento presente na amostra (Jones, 1982).

A técnica de Fluorescência de Raios X (FRX) por energia dispersiva consiste em excitar todos os elementos na amostra simultaneamente, e o detector de energia dispersiva combinado com um analisador multicanal é usado para coletar a radiação fluorescente emitida da amostra e separar as energias das diferentes radiações características dos diferentes elementos contidos na amostra (Beckhoff, 2006).

A FRX é aplicada para uma análise qualitativa e quantitativa dos elementos químicos do solo. Essa técnica fornece dados cruciais sobre a composição elementar

do solo, permitindo identificar potenciais riscos ambientais, como a presença de elementos tóxicos, e avaliar a capacidade do solo de sustentar a vida vegetal e animal na área de preservação. Trabalhos como o de Krishna *et al.* (2008) comparam duas técnicas analíticas, a FRX e a espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado, para a determinação de metais pesados em amostras de solo de locais industriais. Os autores destacam que a primeira é um método não destrutivo que permite a análise de amostras sem preparação complexa, enquanto a segunda requer a digestão das amostras para a análise em solução. Os resultados mostram boa correlação entre as concentrações elementares obtidas por ambas as técnicas, com a FRX apresentando vantagens em termos de tempo e simplicidade de preparação de amostras. O estudo conclui que ambas as técnicas têm seus méritos e podem ser escolhidas com base nas necessidades específicas da análise. Karathanasis e Hajek (1996) discutem sobre as aplicações da FRX em ciências ambientais, incluindo sua eficácia na análise de poluentes em solos e plantas, mostrando a diferença das análises por comprimento de onda e dispersão de energia.

Yu *et al.* (2002). mostram que, embora muitos elementos apresentem valores semelhantes entre os tipos de solo analisados, algumas concentrações são específicas para cada tipo: os solos sedimentares têm menores concentrações de Fe e maiores de Pb, enquanto os vulcânicos mostram menores concentrações de Rb e Y, mas maiores de Ti, Sr e Zr. E por meio da análise estatística de componentes principais demonstraram que os dados de solo podem ser agrupados de acordo com a distribuição das concentrações elementares.

Prandel *et al.* (2014) investigaram as propriedades mineralógicas de solos que apresentam horizontes coesos utilizando FRX e o Método de Rietveld (MR) com o uso de dados de Difração de Raios X (DRX). O estudo analisou amostras de diferentes solos brasileiros, incluindo latossolos e argissolos, coletadas em regiões do Nordeste e Sudeste do Brasil. Os resultados mostraram altas concentrações de óxidos de Si e Al, com predominância de minerais do grupo da caulinita, como caulinita e haloisita, nas frações de argila. A análise de FRX revelou a composição química elementar dos solos, enquanto a DRX, usando o Método Rietveld, permitiu a quantificação mineral.

Trabalhos como de Silva *et al.* (2018), Weindorf e Chakraborty (2012), Shand e Wendler (2014) utilizaram aparelhos portáteis de FRX em solos da região do

Cerrado no Brasil, em Louisiana nos Estados Unidos e em solos da Escócia. O primeiro trabalho avaliou o potencial da técnica para caracterização de perfis de solo, investigando a quantificação de elementos nas frações de areia, silte e argila, a fim de avaliar a variação espacial da composição química elementar ao longo do perfil do solo. O segundo trabalho explorou a aplicação da espectrometria da FRX portátil para a diferenciação de horizontes em perfis de solo na Louisiana buscando avaliar a viabilidade do uso da técnica na caracterização de frações do solo, comparando sua eficiência com técnicas tradicionais de laboratório. Já o último, realiza a análise em solos minerais e orgânicos, com foco em como a matéria orgânica influencia os resultados.

Rocha, Melquíades e Thomaz (2019) coletaram amostras de solo de um Cambissolo haplico e realizaram simulações de queimadas em um forno, variando a temperatura de 50 °C a 750 °C. Após as simulações, as amostras foram analisadas por FRX para quantificação dos elementos químicos, especialmente o ferro, cuja concentração foi correlacionada com a temperatura máxima atingida. Os resultados indicaram que a relação entre a concentração de ferro e a temperatura foi eficaz. O modelo que utilizou a razão entre os picos de ferro e os de espalhamento de Rayleigh mostrou-se particularmente preciso na previsão das temperaturas.

2.2 Espectroscopia de infravermelho

Apesar de ser destrutiva, a técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR ou IV) pode ser utilizada para identificar ligações do tipo silício-oxigênio e alumínio-oxigênio, possibilitando a identificação mineralógica baseada nessas ligações, grupos funcionais, que pertencem a minerais específicos. Para os filossilicatos, por exemplo, o estiramento da hidroxila ocorre na região de 3750 a 3400 cm^{-1} e 950 a 600 cm^{-1} e o estiramento para a ligação Si-O ocorre na região de 1200 a 700 cm^{-1} e 700 a 400 cm^{-1} . E nos óxidos de ferro, a ligação Fe-O tem absorção na região de 340 a 300 cm^{-1} . A análise por IV pode ser feita por absorção ou transmissão (Wilson, 1994).

Quando uma amostra absorve certo comprimento de onda no infravermelho significa que ela possui um grupo molecular específico que contém a energia hf do fóton incidente (Wilson, 1994), gerando, assim, um sinal no equipamento que identifica

a região do espectro em que ocorreu a absorção. Quando é feita a análise por transmissão é detectado a energia dos fótons liberados após a excitação das moléculas formando um espectro que pode ser convertido por meio de uma transformada de Fourier (Wilson, 1994).

A intensidade correspondente a transição entre os estados é determinada por três fatores: a probabilidade de ocorrer a transição, o número de estados ocupados e a concentração da amostra (Wilson, 1994).

O resultado do espectro realizado por transmitância pode também ser convertido para absorbância utilizando a equação:

$$Abs = 2 - \log(\%T) \quad (1)$$

Na literatura, trabalhos como de Langford, Hodson e Banwart (2011) investigam a diversidade mineralógica e geoquímica dos granulares de crioconitas, substância escura e densa formada por poeira, fuligem e micro-organismos que se acumula em neve, geleiras e calotes de gelo, coletados na geleira Aldegondabreen, na Noruega, utilizando a técnica de IV. Os resultados mostraram espectros significativamente diferentes, destacando picos associados a dolomita, calcita e grupos funcionais carbonílicos.

Especificamente em solos, Peternella e Da Costa (2021) utilizaram a espectroscopia de infravermelho como ferramenta analítica, buscando analisar a toposequência de quatro classes de solos no município de Maringá, Paraná, Brasil. avaliação dos grupos funcionais dos minerais da fração argilosa através da técnica de IV, comparando-os com padrões internacionais de caulinita e montmorilonita. Os resultados mostraram que a análise por infravermelho é uma boa ferramenta para identificar minerais de argila, como gibbsita, caulinita e esmectitas, e para observar os processos de separação das frações de interesse. No trabalho foi observada maior concentração de óxidos de ferro e alumínio nos Latossolos, indicando um estado avançado de intemperismo.

2.3 Espalhamento Dinâmico de Luz

Na técnica de Espalhamento Dinâmico de Luz, do inglês Dynamic Light Scattering (DLS), inicialmente mede-se o movimento Browniano de macromoléculas

em solução aquosa, o qual depende do tamanho, temperatura e viscosidade do solvente, e, posteriormente, relaciona-se o movimento ao tamanho das partículas que compõem a amostra (Leong *et al.*, 2018).

Quando um feixe de luz monocromática incide sobre as moléculas em movimento na amostra ocorre o alargamento Doppler, causando um aumento da largura das raias espectrais associado a velocidade das moléculas resultado da interferência construtiva ou destrutiva no detector. A relação é feita com base na flutuação da intensidade da luz espalhada em função do tempo a qual é relacionada ao comportamento da difusão das macromoléculas. A equação 2 mostra a relação com o movimento das partículas ao longo do tempo e a difusão dessas quando submetidos a um campo elétrico externo (Stetefeld; Mackenna; Patel, 2016).

$$g(\tau) = 1 + \beta e^{-2Dq^2\tau} \quad (2)$$

Onde β é o fator de coerência, que depende da área do detector, alinhamento óptico e propriedades do espalhamento das macromoléculas, D é o coeficiente de difusão o qual está relacionado ao raio, q é o vetor de onda, que depende do índice de refração do solvente, do comprimento de onda do feixe incidente e do ângulo da posição do detector ($q = \frac{4\pi n}{\lambda} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$).

A técnica DLS é utilizada para determinar o tamanho das partículas do solo e a distribuição granulométrica, informações essenciais para avaliar a textura do solo, sua capacidade de retenção de água e a porosidade, características que afetam diretamente o comportamento hidrológico e a dinâmica da água no ecossistema Li, Shi e Yang (2021).

Na literatura tem-se trabalhos como Lopez (2017) que exploram a importância da análise do tamanho de grãos em contextos geocientíficos e arqueológicos. A autora destacou que a análise granulométrica é uma técnica fundamental para determinar as características dos sedimentos e suas origens. Xu (2014) revisou os avanços nas aplicações de espalhamento de luz na caracterização de partículas na última década. Ele discutiu três técnicas principais: espalhamento de luz estático, que mede intensidades de espalhamento em diferentes locais; DLS, que analisa a interação luz-partícula ao longo do tempo; e análise de rastreamento de partículas, que rastreia o movimento de partículas através de medições de espalhamento. O trabalho destacou

a evolução dos instrumentos de espalhamento de luz, como a difração a laser e a eletroforese, além das aplicações em áreas como nanotecnologia e monitoramento ambiental. O autor conclui que, com o crescimento da demanda por medições mais precisas e rápidas, a tecnologia de espalhamento de luz continua a se desenvolver, enfrentando novos desafios e ampliando suas aplicações.

Palmer e Wandruszka (2001) investigaram as mudanças no tamanho de agregados de materiais húmicos aquosos em função de diferentes propriedades da solução, como temperatura, concentração de cátions, teor de etanol e pH. Utilizando a técnica DLS, os autores observaram que ácidos húmicos e fúlvicos, dissolvidos em baixas concentrações ($15\text{--}30\text{ mg.L}^{-1}$), apresentaram comportamentos distintos em relação à contração intramolecular e agregação intermolecular. A adição de cátions resultou em contração ou expansão das partículas, dependendo da carga e concentração do íon, bem como da natureza do material húmico. Os autores destacam que as características das substâncias húmicas, como sua natureza anfifílica, permitem a formação de estruturas semelhantes a micelas em solução. Essas descobertas têm implicações significativas para a compreensão da capacidade de sorção e comportamento ambiental das substâncias húmicas.

Li, Shi e Yang (2021) apresentam um método para medir a energia potencial de van der Waals nas interações de partículas de argila do solo, utilizando a técnica de (DLS). A interação entre partículas de solo é crucial para processos como agregação e dispersão, influenciando a estabilidade dos agregados e a movimentação da água no solo. Os autores estabeleceram uma relação matemática entre a taxa média de agregação e a energia potencial de van der Waals, permitindo a determinação dessa energia a partir das medições de DLS. O estudo foi validado ao usar suspensões de montmorilonita em diferentes soluções eletrolíticas (NaCl , KCl , MgCl_2 e CaCl_2), resultando em valores consistentes para a energia potencial. Os resultados mostraram que a energia potencial de van der Waals é independente do tipo de eletrólito e sugere que a abordagem pode ser aplicada a diferentes tipos de argilas e outros materiais, não se limitando apenas à montmorilonita.

Artemyeva *et al.* (2013) discutiram a estabilidade dos agregados de um Gleissolo Háptico em diferentes usos do solo utilizando técnicas de (DLS) e dispersão de luz por análise de fase. Os autores analisaram a dinâmica das complexas

interações entre a matéria orgânica e a argila. Os resultados mostraram que, após 45 anos de reflorestamento, o diâmetro efetivo dos complexos organo-argilosos diminuiu em comparação com o solo arável, mas ainda era maior do que o encontrado em florestas mais antigas. A pesquisa identificou uma forte correlação entre a concentração de carbono na argila, o teor de ferro total e as coordenadas de cor do solo, demonstrando que a matéria orgânica desempenha um papel crucial na agregação dos solos. Os autores também discutem a influência de práticas agrícolas e a importância da preservação da matéria orgânica para a estabilidade do solo. As análises de DLS revelaram que o potencial zeta dos complexos organo-argilos variou, refletindo a variação nas condições de uso da terra. A pesquisa mostra que o método empregado é eficaz para caracterizar a estabilidade dos agregados em sistemas complexos, contribuindo para uma melhor compreensão da dinâmica do solo sob diferentes condições de uso.

A partir do resultado da análise por DLS é possível obter o potencial zeta, que indica a repulsão ou atração entre partículas. Para partículas em dispersão, valores acima de ± 30 mV a forte força de repulsão impede que as partículas se agreguem, ajudando a manter a suspensão estável, se os valores forem inferiores a ± 30 mV, a suspensão é considerada instável. O valor do potencial zeta pode ser afetado por fatores como pH, concentração de íons e tipo de solvente, fornecendo informações sobre as condições do sistema (Karmakar, 2019).

Além do potencial zeta, outra informação que se pode obter pela análise por DLS é o PDI, que é o índice de polidispersidade, que refere-se à distribuição de tamanhos das partículas em uma amostra. Ele é uma medida da uniformidade do tamanho das partículas e expressa o quão dispersas as partículas estão em relação ao tamanho médio. O índice é geralmente calculado como a razão entre o desvio padrão do tamanho das partículas e o tamanho médio. Um PDI baixo indica que a maioria das partículas é de tamanho semelhante, enquanto um PDI alto indica uma ampla variação nos tamanhos. PDI maior que 0,7 é considerado polidispersivo, e valores menores que 0,05 são puramente monodispersivos (Karmakar, 2019).

2.4 Densidade de partícula – Picnometria de gás He

O picnômetro de gás He é utilizado para determinar a densidade de partícula a partir a determinação do volume de um corpo. O picnômetro é constituído de duas câmaras, a câmara de referência é preenchida com gás He pressurizando-a com uma pressão de aproximadamente 17 psi (p_1) (QUANTACHROME INSTRUMENTS, 2009; Moura; Figueiredo, 2002; Flint; Flint, 2002). Após a estabilização a válvula que preenche a câmara de referência é fechada e abre-se a válvula de expansão para preencher os espaços vazios na câmara onde encontra-se a amostra e a pressão é novamente medida (p_2). A partir da equação dos gases ideais pode-se determinar a densidade da amostra a qual é expressa por:

$$d = \frac{m}{V_{cel} - V_{ref} \left(\frac{p_1}{p_2} - 1 \right)} \quad (3)$$

onde, na equação 3, V_{cel} é o volume da célula, V_{ref} é o volume de referência, p_1 e p_2 são as pressões medidas na câmara.

Biielders, De Backer e Delvaux (1990) examinaram a densidade das partículas de solos vulcânicos, utilizando a picnometria por gás hélio como método principal de medição. A densidade das partículas é uma propriedade crucial para a compreensão das características físicas do solo, sendo frequentemente assumida como 2,65 g/cm³. No entanto, este estudo visou verificar a validade dessa suposição para diferentes tipos de solos derivados de materiais vulcânicos. Os autores coletaram 39 amostras, medindo a densidade das partículas por meio do picnômetro de gás hélio. Os resultados mostraram que a densidade das partículas variou entre 2,38 e 2,72 g/cm³. A picnometria por gás hélio revelou-se eficaz, apresentando boa reprodutibilidade e resultados confiáveis, enquanto medições realizadas com ar mostraram valores distorcidos devido a fenômenos de adsorção de gás. Os resultados indicam que a densidade das partículas não deve ser considerada constante, e recomenda-se que medições sejam realizadas sempre que necessário. A picnometria por gás hélio é destacada como um método confiável e rápido para a determinação da densidade de partículas em solos, permitindo uma melhor compreensão das propriedades dos solos vulcânicos.

Matko (2003) utilizou a picnometria por gás hélio, no estudo da análise digital de imagens e da difração a laser como métodos complementares para a caracterização da porosidade. A combinação dessas técnicas oferece uma abordagem abrangente para a análise da estrutura do solo, permitindo uma melhor compreensão das propriedades físicas e mecânicas dos materiais.

Bertagnolli, Kleinubing e Silva (2011) analisaram a preparação e caracterização de argila bentonita visando sua aplicação na adsorção de cobre em leitos porosos. Os autores realizam tratamentos térmicos em amostras de argila a 400 °C e 500 °C, analisando suas características físicas e químicas. Uma das técnicas de caracterização destacadas é a picnometria por gás hélio, utilizada para medir a densidade das partículas da argila. Os resultados da técnica indicam que não houve alterações significativas na densidade das amostras após o tratamento térmico, o que era esperado, uma vez que a composição química da argila não sofreu variações significativas.

Schadosin *et al.* (2023) caracterizaram as frações granulométricas do solo por meio de métodos de separação física, como triagem e sedimentação, e avaliaram a eficiência dessas técnicas através da picnometria. A utilização da picnometria a gás hélio permitiu a determinação da densidade das partículas, oferecendo uma referência confiável para a caracterização das frações de solo, especialmente a fração argilosa. Os resultados mostraram que o solo analisado apresentava uma alta porcentagem de argila, seguido de areia fina, silte e areia grossa. Além da picnometria, foram empregadas técnicas como DLS, espectroscopia de Infravermelho e Microscopia Eletrônica de Varredura com Emissão de Campo para complementar a análise granulométrica.

Amoonzegar, Heitman e Kranz (2023) estudam a densidade das partículas do solo utilizando picnometria de gás hélio, nitrogênio e ar. O estudo analisou 36 amostras de solo, abrangendo 12 classes texturais, além de esferas de vidro e rocha granítica moída. A picnometria por gás hélio foi utilizada como método principal devido à sua eficácia em medir a densidade das partículas sem a interferência de adsorção de gás, que pode afetar resultados em medições com ar ou nitrogênio. Os resultados mostraram que a densidade das partículas medida com hélio variou de 2,53 a 3,49 g/cm³, com uma média de 2,65 g/cm³. Em contraste, as densidades determinadas com

ar e nitrogênio apresentaram médias mais altas, 2,93 g/cm³ e 2,97 g/cm³, respectivamente, indicando que esses gases podem levar a superestimações da densidade devido à adsorção. Além disso, o estudo encontrou uma forte relação entre a densidade das partículas e o conteúdo de argila do solo, especialmente nas medições realizadas com ar e nitrogênio. No entanto, a relação foi menos significativa quando o hélio foi utilizado, sugerindo que o hélio é mais apropriado para a medição de solos de textura média e fina, enquanto o ar e o nitrogênio podem ser utilizados em solos de textura mais grossa.

2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura

A técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (FEG-SEM, do inglês Field Emission Gun Scanning Electron Microscope) é uma ferramenta poderosa utilizada em diversos campos da ciência e da tecnologia, que permite a visualização de superfícies com alta resolução. Ao contrário dos microscópios ópticos, que utilizam luz visível, a FEG-SEM emprega feixes de elétrons e proporciona imagens com uma definição muito superior.

O funcionamento da FEG-SEM baseia-se na emissão de elétrons de uma fonte chamada canhão de emissão de campo. Esse canhão utiliza uma técnica emissão, onde um campo elétrico intenso é aplicado a uma ponta, resultando na emissão de elétrons com alta densidade de corrente.

Os elétrons emitidos são acelerados por uma diferença de potencial aplicada entre o canhão de emissão e um eletrodo anódico. A energia cinética dos elétrons aumenta proporcionalmente à tensão aplicada, permitindo que eles atinjam a amostra com uma alta velocidade, geralmente na faixa de 5 a 30 keV (Goldstein, 2003).

Após a aceleração, o feixe de elétrons é focalizado em um ponto muito pequeno na amostra por meio de lentes eletromagnéticas, que utilizam campos magnéticos para convergir os elétrons, assim como as lentes ópticas fazem com a luz. A resolução da FEG-SEM é em grande parte determinada pela qualidade desse foco (Goldstein, 2003).

Uma vez gerado, o feixe de elétrons é dirigido para a amostra. A FEG-SEM geralmente opera em um ambiente de alto vácuo para minimizar a interação dos elétrons com moléculas de ar, o que garantiria a precisão e a qualidade das imagens.

Quando o feixe de elétrons atinge a superfície da amostra, ocorre uma série de interações. A amostra deve ser condutora ou, caso contrário, pode ser revestida com uma camada fina de metal para evitar o acúmulo de carga. A interação dos elétrons com a amostra gera diferentes tipos de sinais. Elétrons Secundários são liberados da superfície da amostra e são utilizados para criar imagens com alta resolução topográfica, já os elétrons retroespalhados são elétrons que, ao colidirem com a amostra, são refletidos de volta fornecendo informações sobre a composição e a densidade da amostra e a interação também pode gerar raios X, que podem ser analisados para determinar a composição química da amostra (Goldstein, 2003).

Os sinais gerados são coletados por detectores específicos que convertem a informação em um sinal elétrico. Esse sinal é então processado por um sistema de controle e transformado em uma imagem digital. A imagem resultante revela detalhes da superfície da amostra em escalas que podem chegar até nanômetros, permitindo observações de estruturas finas, como a morfologia de células, nanopartículas e materiais compostos (Goldstein, 2003).

Uma das principais vantagens do FEG-SEM é sua alta resolução, que pode atingir níveis de 1 nanômetro, dependendo das condições de operação. Além disso, a técnica oferece uma profundidade de campo maior em comparação com outras técnicas de microscopia, permitindo que mais detalhes da superfície sejam visualizados em uma única imagem.

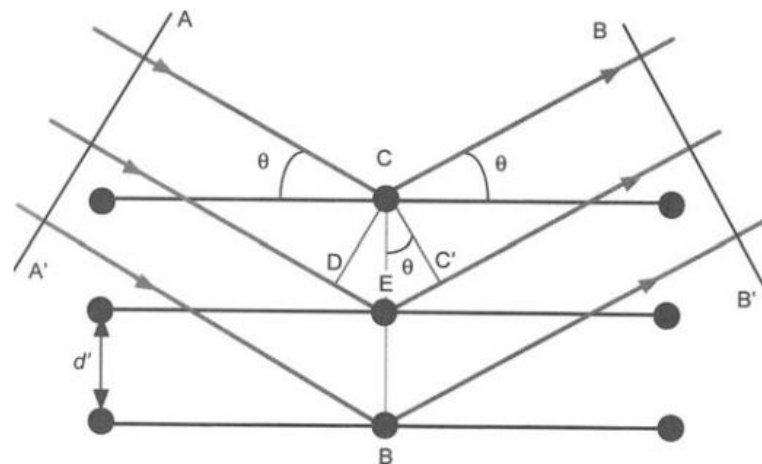
2.6 Método de Rietveld com dados da Difração de Raios X

Antes de 1920, o estudo dos minerais era feito exclusivamente por meio de análises químicas. Em 1925, Thiebaud fez a primeira tentativa de relacionar a composição argilomineral com a rocha de origem, e com Ross e Shannon iniciou-se uma série de trabalhos sobre os argilominerais. Logo em seguida, iniciou-se o estudo das argilas e argilominerais utilizando a Difração de Raios X (Moore; Reynolds, 1989a). A vantagem na utilização da técnica de análise dos argilominerais utilizando a DRX está no fato de ser uma técnica não destrutiva a qual fornece informações que possibilitam a identificação dos minerais corroborando com dados de outras técnicas como Infravermelho e Fluorescência de Raios X e vice-versa.

Logo após a descoberta dos Raios X, a teoria eletromagnética previu que uma partícula carregada produz radiação quando é rapidamente desacelerada. Os Raios X são produzidos no ponto de impacto e são irradiados em todas as direções. Na produção dos Raios X é usado um tubo de vidro com filamento metálico, catodo, o qual quando submetido a uma diferença de potencial é aquecido emitindo elétrons, os quais colidem com um alvo, anodo, também metálico produzindo assim os Raios X. A energia dos fótons emergentes pode ser calculada utilizando a equação de Plank $E = hf$ onde h é a constante de Plank e f é a frequência do fóton. Como $c = \lambda f$ é possível determinar o comprimento de onda correspondente aos raios X característico das linhas $K\alpha$ que são da ordem de $10^{-10} m$ o qual é proporcional ao espaçamento interplanar dos cristais, sendo assim podendo ser utilizados para estudar sua estrutura interna por meio da difração (Suyanarayana, 1998).

A figura 10 mostra uma representação de difração de raios X por um cristal. As linhas com setas indicam a direção do feixe de raios X incidente e difratado, sendo a direção indicada pelo ângulo de Bragg θ e respectivos planos de reflexão presentes em um cristal, esses representados pelas linhas horizontais cujos índices de Miller são hkl .

Figura 10 Planos de reflexão e condição para interferência construtiva.



Fonte: Adaptado de Suyanarayana (1998).

Para que haja uma interferência construtiva dos raios X, o caminho que a onda deve percorrer de $AC + CB$ deve ser igual a um múltiplo inteiro n do comprimento de onda λ para que as ondas estejam em fase, satisfazendo a lei de Bragg, expressa por:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta_B) \quad (4)$$

Os detectores captam as intensidades das ondas $I(hkl)$, relativas às direções e respectivos planos que satisfazem a condição de Bragg.

A DRX permite identificar os minerais presentes, fornecendo informações sobre a estrutura cristalina e a composição mineralógica do solo. Esta técnica é fundamental para mapear os minerais primários e secundários e entender sua distribuição e comportamento, aspectos essenciais para a avaliação do solo.

Associado à difratometria de raios x, pode-se utilizar o Método de Rietveld (MR), desenvolvido por Hugo Rietveld em 1967, que se trata de um método que faz um ajuste do padrão de difração calculado a partir de estruturas cristalográficas de partida com o padrão obtido experimentalmente. Esse ajuste é feito por meio de uma função minimização da soma dos quadrados das diferenças entre as intensidades observadas e calculadas, conforme expressão dada pela equação 5 (Young, 2002; Larson; Von Dreele, 2004),

$$S_y = \sum w_i (y_{obs} - y_{calc})^2 \quad (5)$$

Onde

$w_i = 1/\sqrt{y_{obs}}$, função peso;

y_{obs} , intensidade observada no i-ésimo passo;

y_{calc} , intensidade calculada no i-ésimo passo.

O cálculo da intensidade calculada y_{calc} , é feito com base em Young (2002); Larson; Von Dreele (2004).

O cálculo da intensidade calculada y_{calc} é feito por meio da equação 6 (Young, 2002; Larson; Von Dreele, 2004),

$$y_{calc} = S_R \sum_p S_p Ab \sum_k |F(hk)|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) As L_k P_k + y_{BKG} \quad (6)$$

onde,

S_R é a função de ajuste dos efeitos de rugosidade de superfície da amostra;

S_p é a função de ajuste de escala para cada fase p;

Ab é a função de ajuste do fator de absorção;

$F(hkl)$ é o fator de estrutura;

$\phi(2\theta_i - 2\theta_k)$ é a função de ajuste do perfil;

A_s é a função de ajuste de assimetria de perfil;

L_k contém os fatores de Lorentz, polarização e multiplicidade;

P_k é a função de ajuste de orientação preferencial;

γ_{BKG} é a contribuição da radiação de fundo.

No programa General Structure Analysis System (GSAS) (Larson; Von Dreele, 2004) plataforma interface EXPGUI (Toby, 2001). GSAS+EXPGUI, utilizado nesse trabalho, é possível realizar o ajuste por meio de 6 funções, sendo que a função escolhida foi a Pseudo-Voigt modificada dada pela equação 7, (Young, 1995; Larson; Von Dreele, 2004),

$$\phi = \eta L(\Gamma) + (1 - \eta)G(\Gamma) \quad (7)$$

O método de Rietveld, aplicado à análise de DRX, permite uma quantificação precisa das fases minerais, oferecendo uma visão detalhada da abundância relativa de cada mineral no solo, o que é crucial para compreender as dinâmicas geológicas da região.

Para verificar a qualidade do refinamento, pode-se utilizar índice R_F^2 , que está relacionado com a qualidade do ajuste da estrutura, na média, para todos os minerais refinados, e o índice $\sqrt{\chi^2}$, ou GoF (goodness of fit), que é um parâmetro geralmente utilizado em trabalhos o qual relacionada a qualidade geral do refinamento (Toby, 2006).

Lorentz et al. (2018) investigaram a caracterização de argilas da Flórida, utilizando a difração de raios X e o método de Rietveld, o trabalho buscou quantificar a quantidade de caulinita e o total de material amorfo nas frações argilas. Segundo os autores, o MR é especialmente útil em estudos de argilas, pois permite modelar a estrutura cristalina, incluindo a presença de substituições isomórficas e falhas de empilhamento, que são comuns em argilas.

Clabel Huamán *et al.* (2021) investigaram a caracterização de fases minerais em um perfil de Espodossolo humilúvicos na Amazônia, utilizam a difração de raios X e o método de Rietveld para identificar as fases minerais presentes e quantificar essas fases. A análise por DRX revelou a presença de diferentes minerais ao longo do perfil do solo, como quartzo, caulinita, gibbsita, anatásio e muscovita.

Nitzsche et al. (2008) aborda, a caracterização mineral de Latossolos do Brasil central e sudeste, com ênfase na análise de óxidos de ferro e na aplicação de técnicas de Infravermelho, difração de raios X (DXR) e o método de Rietveld. Os autores estudaram onze amostras de latossolos, que apresentavam altos teores de argila e continham minerais como hematita, goethita, magnetita e maghemita. Os resultados mostraram que o quartzo dominava em algumas amostras, enquanto outros minerais, como caulinita e gibbsita, estavam presentes em quantidades variáveis. Os óxidos de ferro, especialmente goethita e hematita, foram identificados como componentes significativos na maioria das amostras.

O trabalho de Singh e Mackinnon (1996) investigou as transformações de caulinita em haloisita, utilizando técnicas de caracterização mineral, incluindo difração de raios X e o método de Rietveld. O método de Rietveld foi utilizado para refinar os dados de difração de raios X, permitindo a determinação precisa das estruturas cristalinas da caulinita intercalada e dos produtos resultantes após a hidratação do material. A aplicação do Método de Rietveld facilitou a identificação de estados intermediários e a caracterização das fases formadas durante a transformação da caulinita em haloisita. Além disso, a combinação das técnicas de difração de raios x e Rietveld permitiu a observação de como a hidratação e a intercalação afetaram a morfologia da caulinita, resultando em tubos que se assemelham a haloisitas naturais. Os resultados da técnica MR-DRX corroboraram a hipótese de que a caulinita pode se transformar em haloisita por meio de processos de hidratação que levam ao rolamento das placas, resultando em tubos.

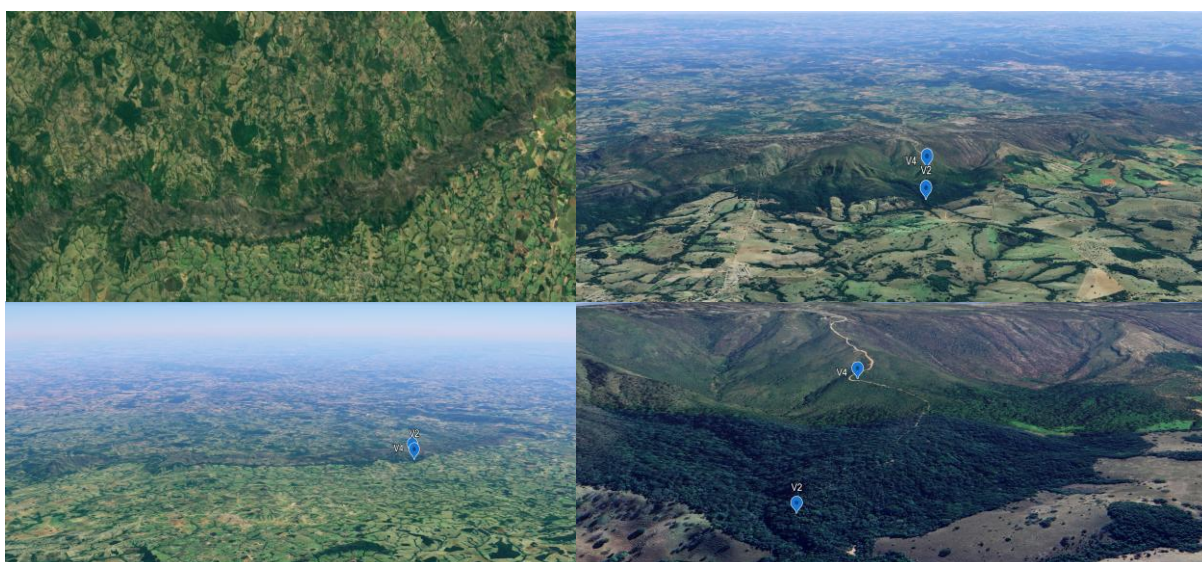
3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Informações dos solos

Os dois perfis dos solos escolhidos para o estudo são classificados como Cambissolos e Neossolo Reglólítico de acordo com o SiBCS (Santos *et al.*, 2018), ambos oriundos do Parque Estadual da Serra Dourada e que se localiza entre os municípios da Cidade de Goiás e Mossâmedes, a 140 km da capital, Goiânia, Goiás. O clima na região é classificado como tropical de savana (Cerrado), Aw segundo Köppen, com pluviosidade anual média de 1695 mm e temperatura média de 24 °C, variando entre 10 °C e 39 °C. Foram utilizadas amostras de solo de dois pontos de coleta, V2 e V4, de regiões do parque as quais foram disponibilizadas para os estudos.

A coleta foi realizada pelo Grupo de Solos da Universidade Federal de Goiás (UFG), liderados pelas pesquisadoras e professoras Prof. Dra. Vlândia Correchel e Profa. Dra. Renata Santos Momoli. A figura 11 mostra a região da Serra Dourada e a posição de coleta das amostras utilizadas no trabalho.

Figura 11 Imagens da região da amostra coletada. (a) é uma visualização superior da região da Serra Dourada, (b) uma vista em perspectiva e (c) e (d) imagens aproximadas da região de coleta.

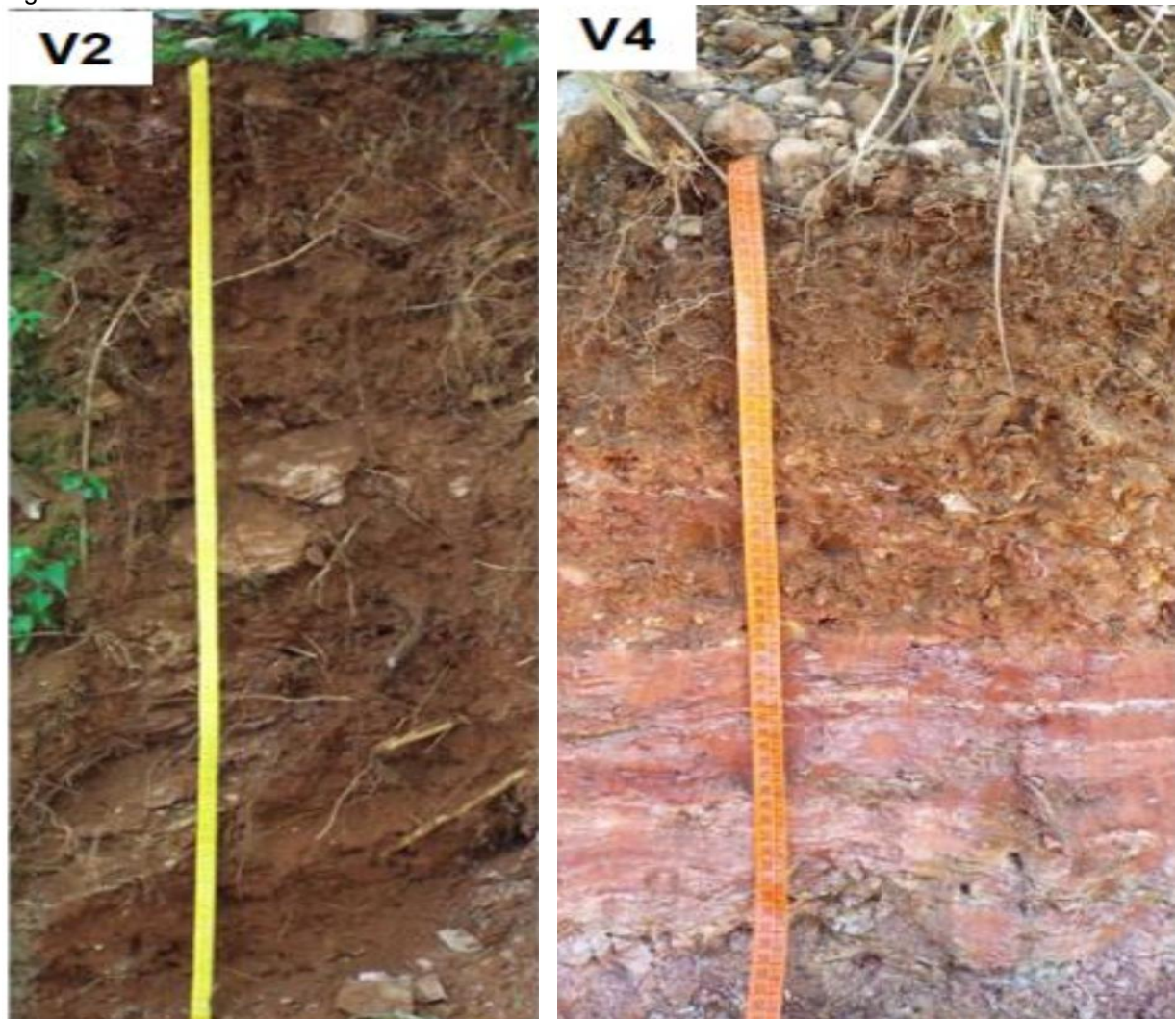


Fonte: O autor, realizada com o auxílio do programa Google Earth.

As amostras coletadas na posição 2, chamadas de perfil V2 (Cambissolo), (coordenadas UTM WGS 84 - 0586972; 8220094) possuem atividade biológica de

macrofauna no solo (Momoli, *et al.*, 2021). As amostras coletadas no ponto 4, perfil V4 (Neossolo Regolítico) (coordenadas UTM WGS 84 - 0587015; 8221004) possuem perfil bem definido, apresentando uma diferença clara entre seus horizontes. O perfil V2 está em uma região de altitude 727 m, com 30 % de declive e o material de origem é o micaxisto enquanto o V4 está em uma altitude de 813 m, com 50 % de declive e o material de origem é o quartzito e micaxisto (Momoli, *et al.*, 2021). A figura 12 mostra o perfil dos solos estudados.

Figura 12 Perfis dos solos



Fonte: Momoli *et al.* (2021).

Para cada um dos perfis, analisou-se três profundidades, com duas frações de tamanhos diferentes, as quais são apresentadas na tabela 1 com suas respectivas siglas.

Tabela 1 Siglas utilizadas para as amostras.

Amostra	Sigla
Terra Fina Seca ao Ar, perfil V2, profundidade de 0-3 cm	TFSA V2 0-3
Terra Fina Seca ao Ar, profundidade de 3-55 cm	TFSA V2 3-55
Terra Fina Seca ao Ar, perfil V2, profundidade de 55-144 cm	TFSA V2 55-144
Terra Fina Seca ao Ar, perfil V4, profundidade de 0-10 cm	TFSA V4 0-10
Terra Fina Seca ao Ar, perfil V4, profundidade de 10-34 cm	TFSA V4 10-34
Terra Fina Seca ao Ar, perfil V4, profundidade acima de 34 cm	TFSA V4 34+
Fração Fina da Argila, perfil V2, profundidade 0-3 cm	AF V2 0-3
Fração Fina da Argila, perfil V2, profundidade 3-55 cm	AF V2 3-55
Fração Fina da Argila, perfil V2, profundidade 55-144 cm	AF V2 55-144
Fração Fina da Argila, perfil V4, profundidade 0-10 cm	AF V4 0-10
Fração Fina da Argila, perfil V4, profundidade 10-34 cm	AF V4 10-34
Fração Fina da Argila, perfil V4, profundidade acima de 34 cm	AF V4 34+

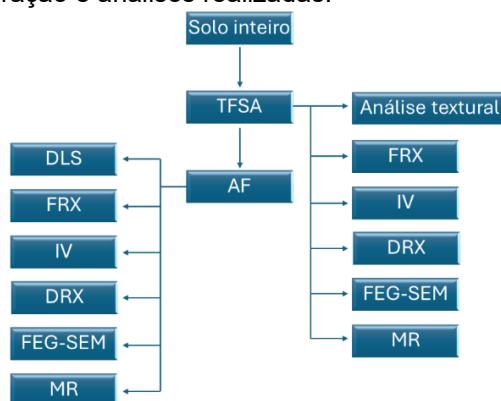
Fonte: O autor.

3.2 Preparação das amostras

Primeiramente, as amostras foram secas e peneiradas em peneira de 2 mm para obtenção da Terra Fina Seca ao Ar (TFSA). Para obtenção da fração fina da argila (AF) foram utilizado 10 mL de solução dispersante de NaOH (1 mol.L^{-1}) para 20 g de amostra, misturado com 200 mL de água destilada e deixado o dispersante agir durante 24 horas. Após 24 horas utilizou-se o ultrassom para desagregar as partículas, com uma potência de 14 W durante 1 hora, em seguida, as amostras foram lavadas em peneiras de 53 μm onde a fração areia do solo ficou retida, colocada então em placa de petri e, em seguida, levada para estufa a 40 °C para secagem. A suspensão restante da lavagem, a qual contém argila, silte, e areia fina, foi colocada em tubos para realizar a separação utilizando o método da separação granulométrica baseado na Lei de Stokes. Também foi realizada a análise textural pelo método da pipeta, o qual consiste nas mesmas etapas iniciais descritas anteriormente, porém a suspensão restante é colocada em uma proveta e a partir da coleta de uma alíquota de argila determina-se a porcentagem de argila, silte e areia presente na amostra (Christensen, 1992; Tanner; Embrapa, 1997). As análises da textura foram feitas em triplicata.

Para separação da AF colocada nos tubos foram realizadas 8 retiradas de alíquotas de suspensão de aproximadamente 100 mL cada, em um intervalo de 7 dias para cada coleta. Com a obtenção da TFSA e Argila Fina foram feitas as análises de densidade de partícula, análise textural, DLS, FRX, IV, DRX e FEG-SEM e o refinamento das estruturas dos minerais utilizando o MR. Na figura 12 tem-se um esquema de preparação e técnicas utilizadas em cada fração.

Figura 13 Esquema de preparação e análises realizadas.



Fonte: O autor.

Para realizar as análises por meio das técnicas apresentadas no capítulo 2, utilizou-se os aparelhos e condições de análise apresentadas em 3.3.

3.3 Condições de Análise

As análises de densidade de partículas por picnometria a gás He, foram realizadas utilizando o picnômetro MVP-D160-E - Quantachrome Instruments localizado no laboratório de Caracterização Físico-Química do Grupo de Pesquisa em Materiais Funcionais e Estruturais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (GPMFE/UEPG).

As análises por DLS foram feitas utilizando o aparelho Malvern Zetasizer Nano Zs90 utilizando a água como dispersante e com temperatura de análise de 20 °C. O aparelho está localizado no Complexo de Laboratórios Multiusuário (C-Labmu).

As análises qualitativas por FRX foram realizadas no Laboratório do grupo de Física Aplicada a Solos e Ciências Ambientais FASCA/UEPG, as amostras foram maceradas e passadas em peneira de 45 μm , para cada medida foi utilizado 2 g de amostra. As análises foram realizadas em triplicata com o aparelho EDX 720 Energy Dispersive X-ray Spectrometer - Shimadzu, de tubo de Ródio em atmosfera ar.

As análises por IV foram realizadas no Complexo de Laboratórios Multiusuário (C-Labmu). Foram utilizados 0,001 g de amostra peneirado em malha de 45 μm e 0,1 g de KBr, após a homogeneização da mistura, essa foi prensada a 80 KN. As análises foram realizadas no aparelho IRPrestige-21 - Shimadzu com extensão de 4000 a 400 cm^{-1} e 64 varreduras.

As análises microscópicas FEG-SEM foram realizadas no C-Labmu, utilizando o microscópio eletrônico de varredura MIRA3 – Tescan. As amostras foram preparadas depositado-as em uma fita de carbono de dupla face colada no porta-amostra do microscópio eletrônico, em seguida foram metalizadas com revestimento de ouro, onde foi utilizado metalizador/pulverizador modelo SC7620 – Quorum, a metalização ocorreu sob pressão de 2 mbar durante 6 minutos.

Para a coleta de dados por DRX, Método do Pó, foi usado um Difrátômetro RIGAKU, modelo: Ultima IV, com radiação de $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,541838 \text{ \AA}$), tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, no modo de varredura contínua, com passo em 2θ de $0,02^\circ$, na velocidade de $10^\circ/\text{min}$, na extensão em 2θ de 5° a 80° , e as seguintes configurações

de fendas: divergência horizontal, 10 mm; divergência, 0,5°; espalhamento, 8°; e recepção aberta. As amostras, na forma de pó, foram acomodadas no porta amostras e levemente pressionadas com uma lâmina de vidro para sua fixação. Após a obtenção dos difratogramas, os minerais presentes foram identificados por meio de seus três picos de difração mais intensos, quando possível, com base nos respectivos padrões de difração da literatura, utilizando o banco de dados da American Mineralogist Crystal Structure Database (Downs; Hall-Wallace, 2014). A quantificação foi feita com o auxílio do programa General Structure Analysis System (GSAS) (Larson; Von Dreele, 2004) plataforma interface EXPGUI (Toby, 2001).

No refinamento usando o GSAS+EXPGUI, foram refinados os parâmetros: fator de escala de cada fase, fator de escala geral, radiação de fundo, posição atômica, parâmetros do perfil, deslocamento térmico, rugosidade, absorção e, por último, orientação preferencial.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Densidade de partículas

A análise de densidade de partícula, geralmente assumida $2,65 \text{ g/cm}^3$ (Amoonzegar; Heitman; Kranz, 2023), devido à densidade do quartzo, mineral esse que está presente em grande quantidade para a maioria dos solos, é fundamental para preparar as amostras para outras análises pois esse valor influencia na determinação da textura do solo, bem como na determinação do tempo de sedimentação na separação das frações granulométricas. Utilizando o procedimento descrito em 3.3, a análise foi realizada para as frações TFSA e os resultados estão reunidos na tabela 2, em parênteses é apresentado o desvio padrão.

Tabela 2 Resultados da análise de densidade de partículas.

Amostra	Média
TFSA V2 0-3	2,46(3)
TFSA V2 3-55	2,64(3)
TFSA V2 55-144	2,64(7)
TFSA V4 0-10	2,62(1)
TFSA V4 10-34	2,61(6)
TFSA V4 34+	2,65(6)

Fonte: O autor.

Esses resultados são ligeiramente diferentes dos obtidos por Momoli *et al.* (2021). Essa diferença pode ser explicada devido à diferença da técnica utilizada na determinação da densidade de partículas, os autores utilizaram em seu trabalho o método do balão volumétrico e obtiveram os valores médios de $2,55 \text{ g/cm}^3$ para o perfil V2 e $2,47 \text{ g/cm}^3$ para o perfil V4.

4.2 Espalhamento Dinâmico de Luz

A escolha por utilizar uma fração menor que a tipicamente utilizada para a argila, fração com partículas menores ou iguais a $2 \mu\text{m}$, foi feita para tentar diminuir a quantidade de fases minerais e, dessa forma facilitar o uso do MR-DRX para o ajuste

do perfil de difração, a quantificação mineral na fração e o refinamento das estruturas cristalinas. Assim, para confirmar o tamanho das partículas obtidos no fracionamento utilizou-se a técnica de DLS e os resultados para as amostras AF são apresentados na tabela 3. É possível verificar que o diâmetro médio das partículas está dentro da faixa esperada para o tempo de queda calculado pela lei de Stokes, com base nas densidades de partículas dos solos.

Tabela 3 Resultados da análise por DLS das amostras. Os desvios padrão estão indicados em parênteses.

Amostra	Diâmetro (nm)	Potencial Zeta (mV)	PDI
AF V2 0-3	208(2)	-39(1)	0,20(1)
AF V2 3-55	215(2)	-41(1)	0,18(3)
AF V2 55-144	255(3)	-39(2)	0,20(3)
AF V4 0-10	188(3)	-41(1)	0,21(1)
AF V4 10-34	189(3)	-42(3)	0,17(8)
AF V4 34+	367(4)	-43(2)	0,35(5)

Fonte: O autor.

Trabalhos como o de Chorom e Rengasamy (1995) analisam os valores de potencial zeta para diferentes concentrações de cátions e variação de pH em soluções com os minerais caulinita, illita e esmectita. As condições de análise são diferentes das realizadas nesse trabalho, mas os valores para potenciais zeta são próximos dos obtidos e semelhantes a outros trabalhos que mostram os valores para o potencial zeta de caulinitas (Yukselen e Kaya, 2002).

A partir dos valores de PDI da literatura (Karmakar, 2019) pode-se observar que os resultados indicam que as amostras são monodispersivas, com maior índice obtido na amostra AF V4 34+, o que pode explicar o maior valor de diâmetro de partícula para essa amostra.

4.3 Análise textural

A análise textural foi realizada utilizando o método da pipeta (Christensen, 1992; Embrapa, 1997; Santos *et al.*, 2018). Os resultados estão indicados na tabela 4.

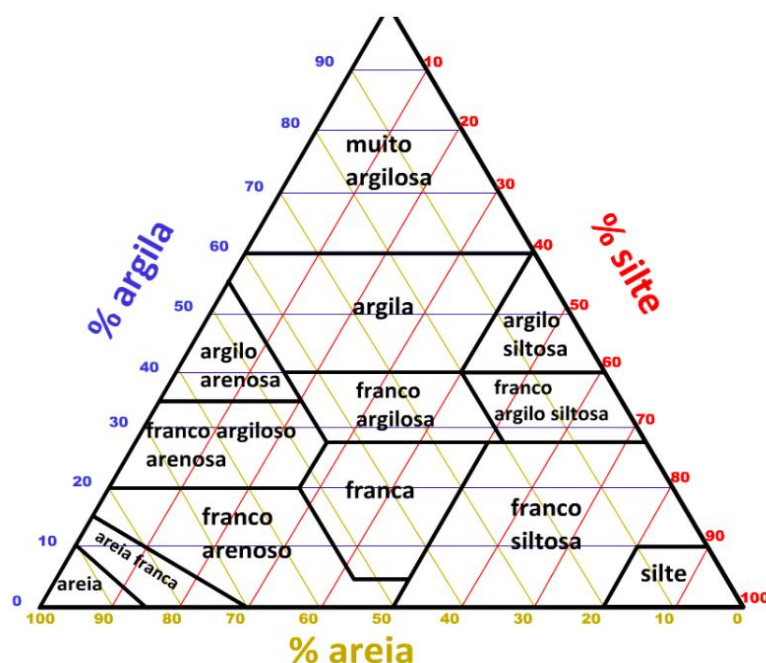
Tabela 4 Resultado da análise textural.

Amostra	%argila	%silte	%areia
TFSA V2 0-3	10,91(2)	24,34(6)	64,75(6)
TFSA V2 3-55	10,87(3)	31,68(4)	57,45(5)
TFSA V2 55-144	15,09(3)	31,34(7)	53,57(4)
TFSA V4 0-10	9,80(5)	24,93(4)	65,27(3)
TFSA V4 10-34	14,43(3)	22,55(3)	63,02(2)
TFSA V4 34+	8,87(6)	24,11(1)	73,02(1)

Fonte: O autor.

A partir das porcentagens de argila, silte e areia, utilizando o diagrama de classes indicado na figura 16, foi possível determinar a classe dos solos analisados. Apesar das diferenças nas quantidades de argila, principalmente para a amostra V2 55-144, pelo diagrama os solos são classificados como franco arenosos.

Figura 14 Diagrama de classes texturais.



Fonte: adaptado de VAN LIER (2010).

A diferença da classificação obtida pode ser explicada pelo fato de que Momolli *et al.* (2021) utilizaram o método do densímetro para a determinação da textura, com o valor de densidade padrão 2,65 g/cm³, obtendo uma textura média e média/argilosa, metodologia diferente em comparação com a utilizada nesse trabalho.

4.4 Resultados da técnica de FRX

Segundo os autores citados no Capítulo 2, minerais como a muscovita, clorita, biotita e quartzo que ocorrem nas rochas metamórficas da Serra Dourada podem ser encontrados nos solos em diferentes estágios de intemperismo. Buscou-se então confirmar os minerais presentes, inicialmente realizando a análise elementar por FRX.

Na tabela 5, estão reunidos os resultados em porcentagem, em parênteses estão representados os desvios padrão e os elementos com valores inferiores a 0,5% foram supridos.

Tabela 5 Resultados da análise de FRX.

	Si (%)	Al (%)	Fe (%)	K (%)	Ca (%)	Ti (%)
TFSA V2 0-3	56,33(3)	28,12(4)	6,43(2)	8,18(9)	1,02(4)	n.d
TFSA V2 3-55	43,08(4)	36,88(7)	13,58(9)	5,30(5)	n.d.	1,10(4)
TFSA V2 55-144	44,92(6)	34,99(9)	13,01(2)	4,96(9)	n.d.	0,92(8)
TFSA V4 0-10	52,85(6)	21,24(3)	12,19(5)	2,16(2)	n.d.	1,29(1)
TFSA V4 10-34	50,25(1)	32,79(5)	12,55(0)	2,74(2)	n.d.	1,38(5)
TFSA V4 34+	60,26(2)	19,92(2)	16,05(5)	2,54(6)	1,23(2)	1,56(4)
AF V2 0-3	20,33(3)	37,32(3)	30,85(8)	2,41(2)	4,10(1)	0,81(0)
AF V2 3-55	23,87(3)	39,73(6)	21,80(7)	1,25(7)	0,59(5)	0,71(7)
AF V2 55-144	27,62(1)	39,85(9)	28,42(1)	3,93(5)	n.d.	0,70(6)
AF V4 0-10	24,55(2)	43,30(3)	27,78(4)	3,27(1)	n.d.	0,73(1)
AF V4 10-34	22,73(6)	45,45(1)	28,57(8)	2,31(3)	0,13(3)	0,73(5)
AF V4 34+	34,52(3)	12,54(2)	45,81(4)	2,89(6)	2,63(8)	1,59(1)

Fonte: O autor.

Os minerais muscovita (Birle; Tettenhorst, 1962), caulinita (Gruner, 1932), possuem aproximadamente a mesma quantidade de alumínio e silício em suas

estruturas, 20 %. A gibssita (Balan, 2006) não possui silício em sua composição, mas possui aproximadamente 35 % de alumínio, já o quartzo (Levien; Prewitt; Weidner, 1980) é um mineral formado apenas por oxigênio e silício, sendo que o silício é responsável por aproximadamente 47%. Minerais como a goethita são constituídos de oxigênio e ferro, sendo o último responsável por aproximadamente 64% de sua estrutura.

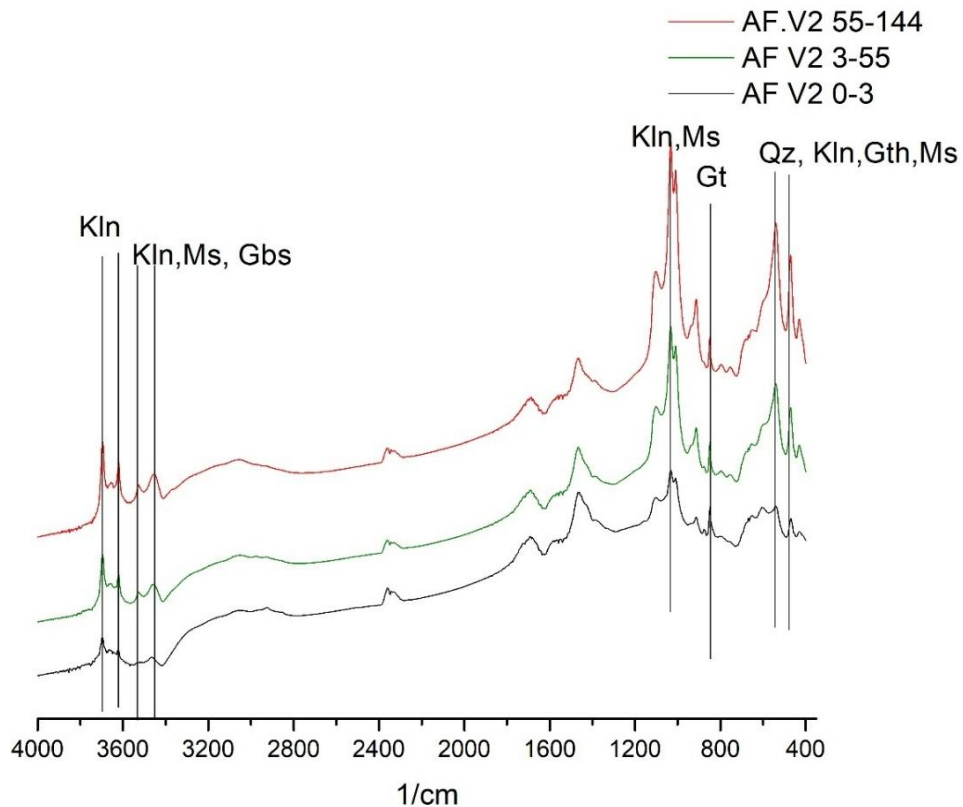
Com base nesses resultados é possível inferir que minerais como a muscovita, gibssita, goethita, quartzo e caulinita podem estar presentes nos solos analisados, assim como a illita, pois esse mineral também possui alumínio e silício em sua composição (Gualtieri, 2000).

4.5 Resultados da técnica de IV

Os elementos identificados pela FRX indicam a possibilidade de alguns minerais, mas para uma análise mais detalhada foram utilizadas as técnicas de IV e DRX.

Na figura 15 são apresentados os resultados da análise por infravermelho para as amostras AF das três profundidades,

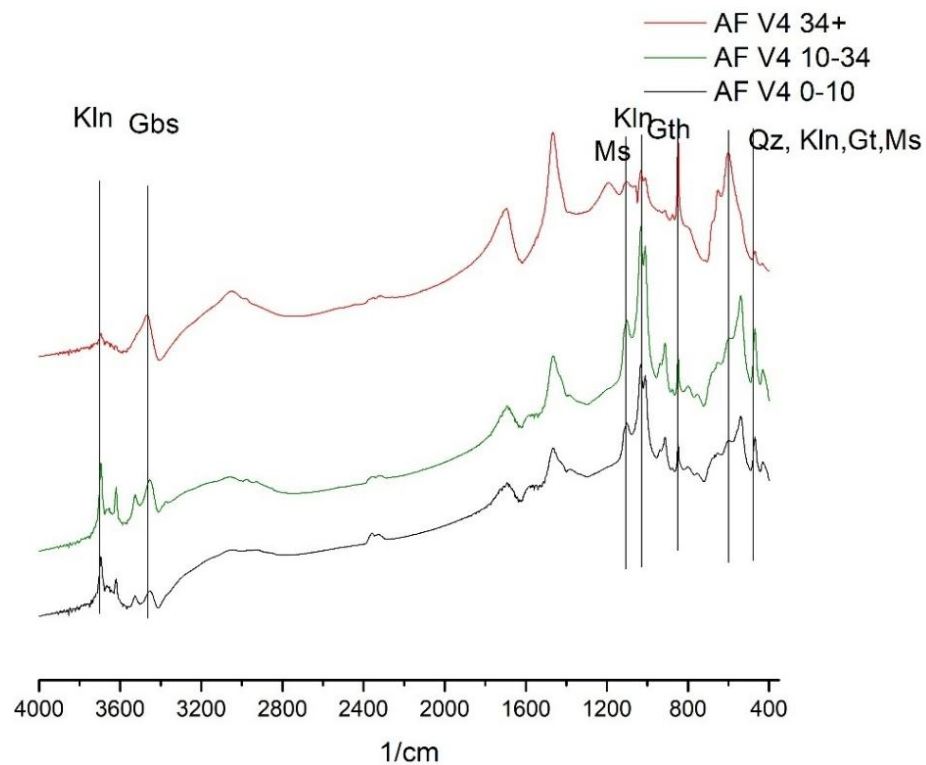
Figura 15 Análise de IV para a AF das profundidades de 0-3 cm, 3-55 cm e 55-144 cm.



Fonte: O autor.

É possível identificar as vibrações das ligações e dos grupos funcionais de constituem os minerais caulinita (Kln), muscovita (Ms), goethita (Gth), quartzo (Qz) e gibbsita (Gbs). Na figura 16 tem-se o resultado da análise por infravermelho para a AF V4 nas três profundidades, os minerais identificados e a região de vibração estão representadas no gráfico.

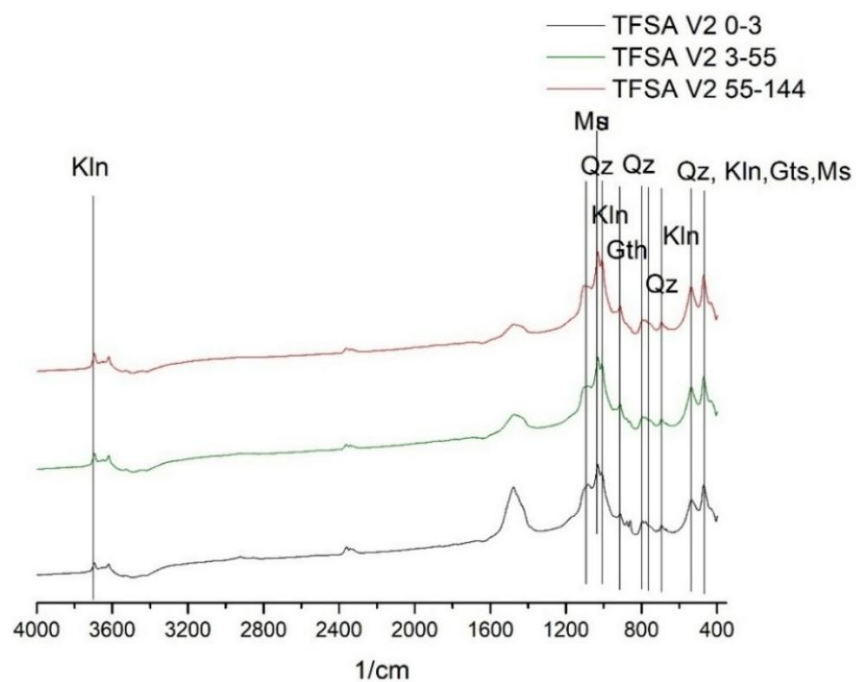
Figura 16 Resultado da análise de IV para a AF V4 nas três profundidades.



Fonte: O autor.

Na figura 17 são apresentados os resultados para a análise de IV para a TFSA V2 para as três profundidades.

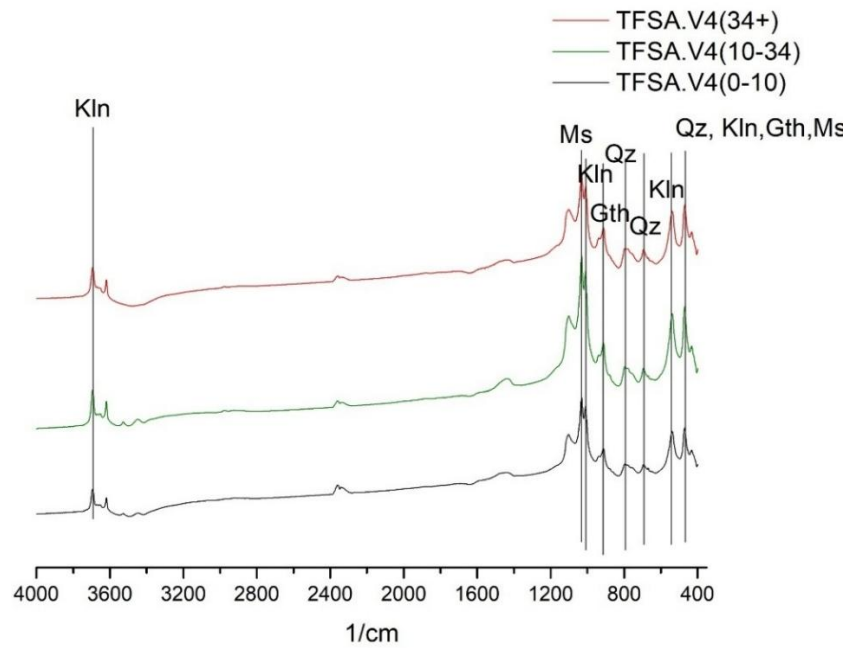
Figura 17 Resultado da análise por IV para a TFSA V2.



Fonte: O autor.

Os minerais identificados foram os mesmos da AF V2 e AF V4. De forma semelhante, na figura 18 é possível perceber que para a TFSA V4, a identificação dos minerais foi a mesma.

Figura 18 Resultado da análise por IV para a TFSA V4.



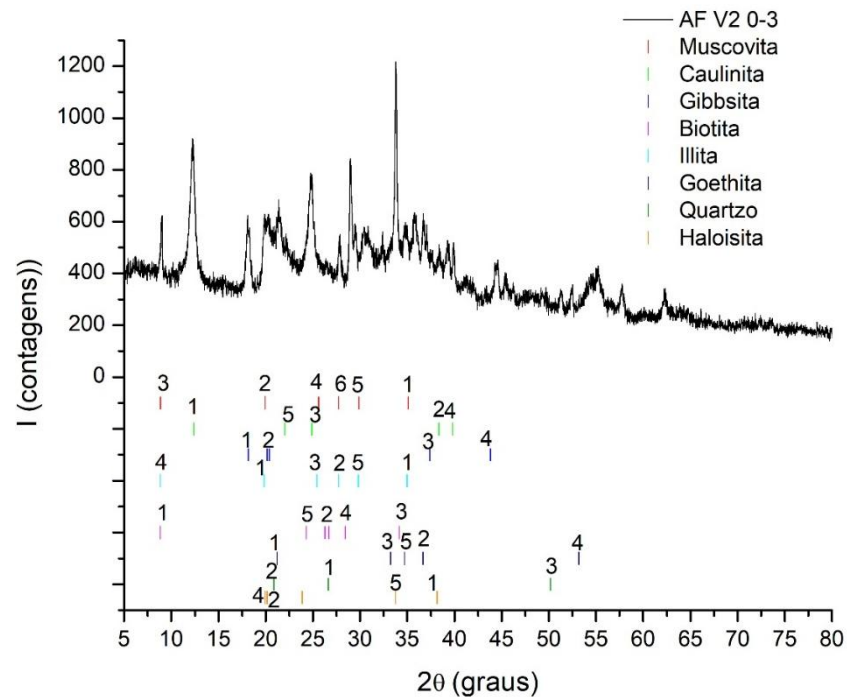
Fonte: O autor.

Para confirmar a presença dos minerais identificados utilizando a técnica de IV, foi realizada a técnica de DRX, os resultados são apresentados a seguir.

4.6 Resultados da técnica de DRX

A figura 19 mostra a presença dos minerais caulinita (Kln), illita (Ill), muscovita (Ms), gibssita (Gbs) e goethita (Gth), os quais foram identificados nas frações AF das amostras. A primeira linha corresponde as posições em 2θ das reflexões, ou picos de difração, da Ms, a segunda linhas as reflexões da Kln, quarta da Gbs, quinta da biotita (Bt), sexta da goethita (Gth), sétima do quartzo (Qz) e oitava da haloisita (Hly). Os índices 1,2,3 etc. em cada linha indicam as posições de reflexão, ou picos de difração, em 2θ do primeiro, segundo, terceiro e sucessivos picos de maior para menor intensidade relativos a cada mineral com base em suas fichas catalográficas e considerando radiação de Cu K α .

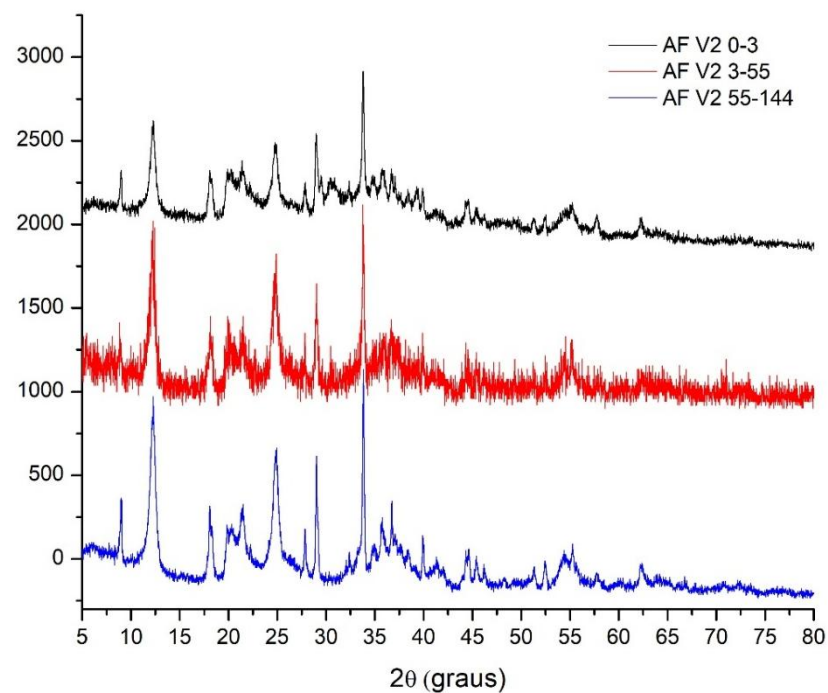
Figura 19 DRX da fração AF V2 0-3 nas suas respectivas profundidades.



Fonte: O autor.

Na Figura 20 estão reunidos os resultados da DRX para o perfil V2 em suas 3 profundidades de coleta.

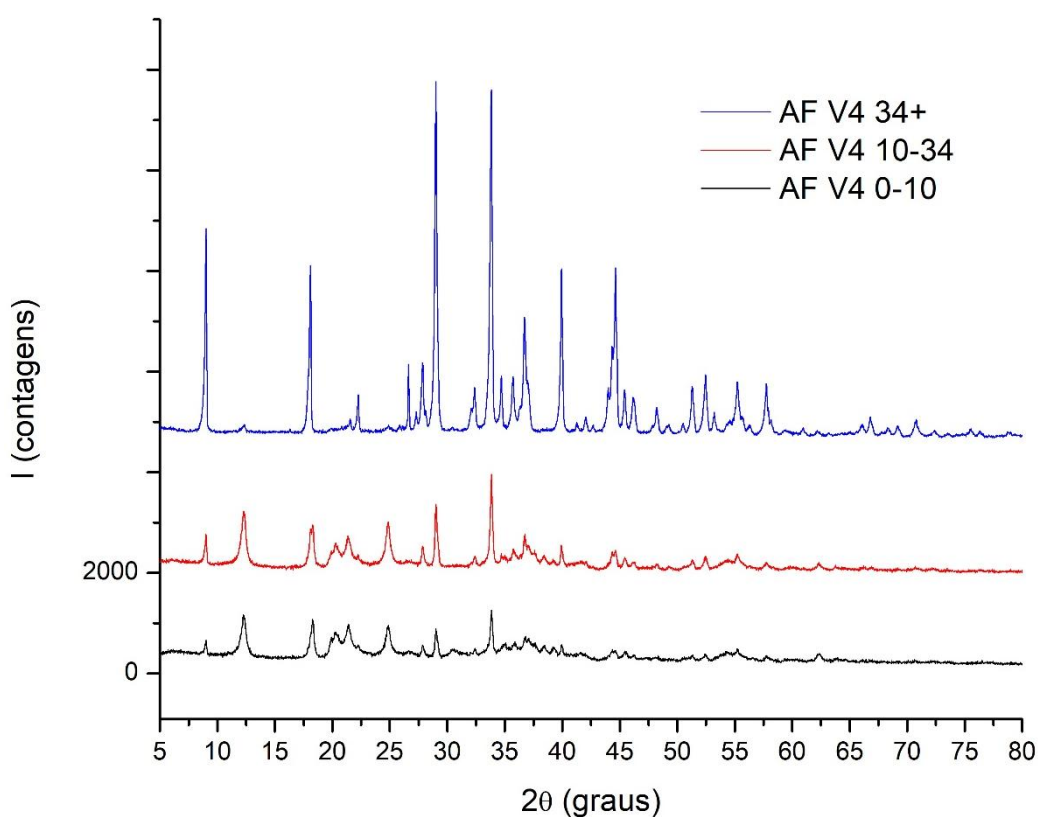
Figura 20 Comparação dos resultados de DRX das frações finas na argila para o perfil V2.



Fonte: O autor.

Os minerais identificados nas amostras V2 3-55 e V2 55-144 foram os mesmos que os identificados na amostra V2 0-3, Kln, Ms, Ill, Gbs, Gth, Qz, Halosita (Hly) e Biotita (Bt). Na figura 21 estão reunidos os resultados para o perfil V4 em suas três profundidades. Apesar das diferenças de intensidade, os minerais identificados foram os mesmos para o perfil V2. As intensidades obtidas para a AF V2 55-144 possuem maior intensidade para o pico associado a reflexão da halosita, muscovita e caulinita, isso está associado a uma maior cristalinidade desses minerais nessa profundidade.

Figura 21 DXR da fração AF do perfil V4 nas suas respectivas profundidades.

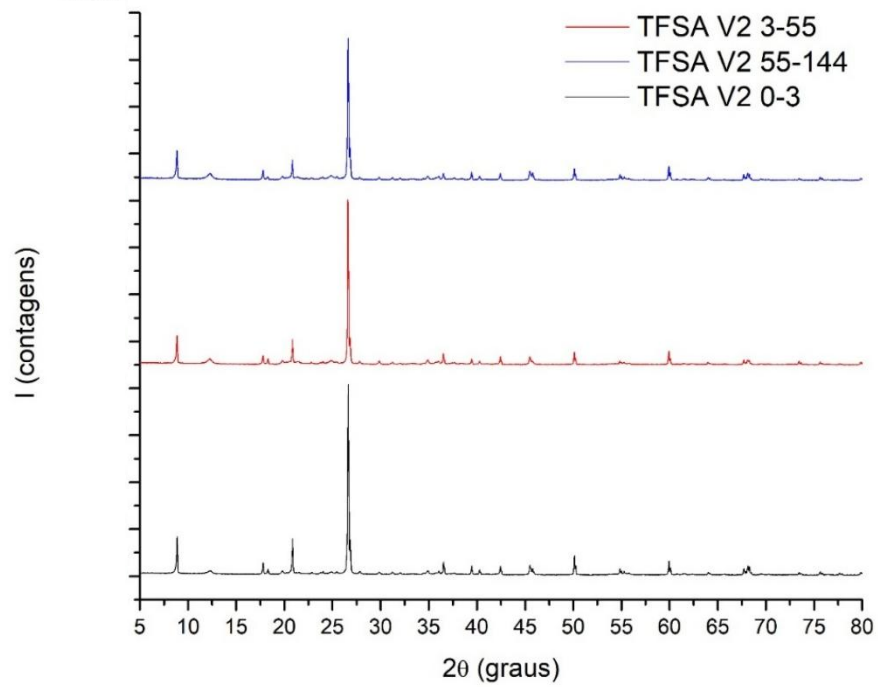


Fonte: O autor.

Pelo resultado obtido na AF para o perfil V4, é possível verificar que a amostra de maior profundidade, V4 34+, representada pela linha em azul, possui picos mais intensos e definidos comparado com as de menor profundidade, mesma relação notada para o perfil V2. A maior cristalinidade dos minerais presentes na maior profundidade pode então estar associada a um menor intemperismo ocorrido nessa profundidade. As figuras 22 e 23 mostram os resultados obtidos para a TFSA para os dois perfis. O mineral quartzo possui uma cristalinidade alta se comparado com outros

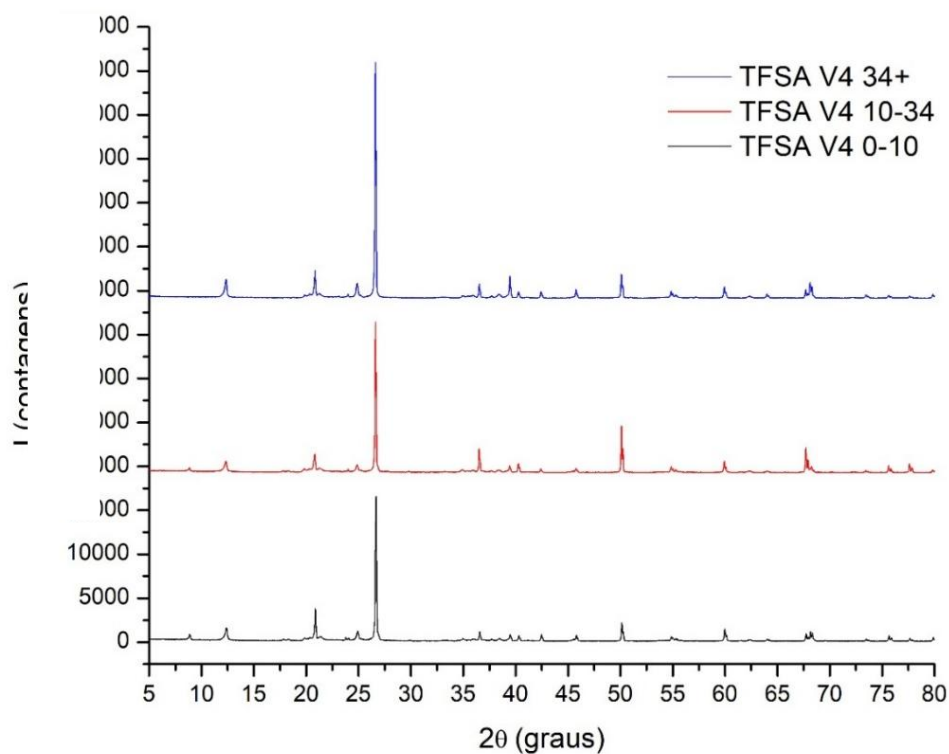
minerais presentes no solo, as intensidades obtidas refletem essa característica, também é possível verificar a presença do mineral muscovita, com sua reflexão característica em $2\theta = 8,84^\circ$.

Figura 22 DXR da fração TFSA do perfil V2 nas suas respectivas profundidades.



Fonte: O autor.

Figura 23 DXR da fração TFSA do perfil V4 nas suas respectivas profundidades.

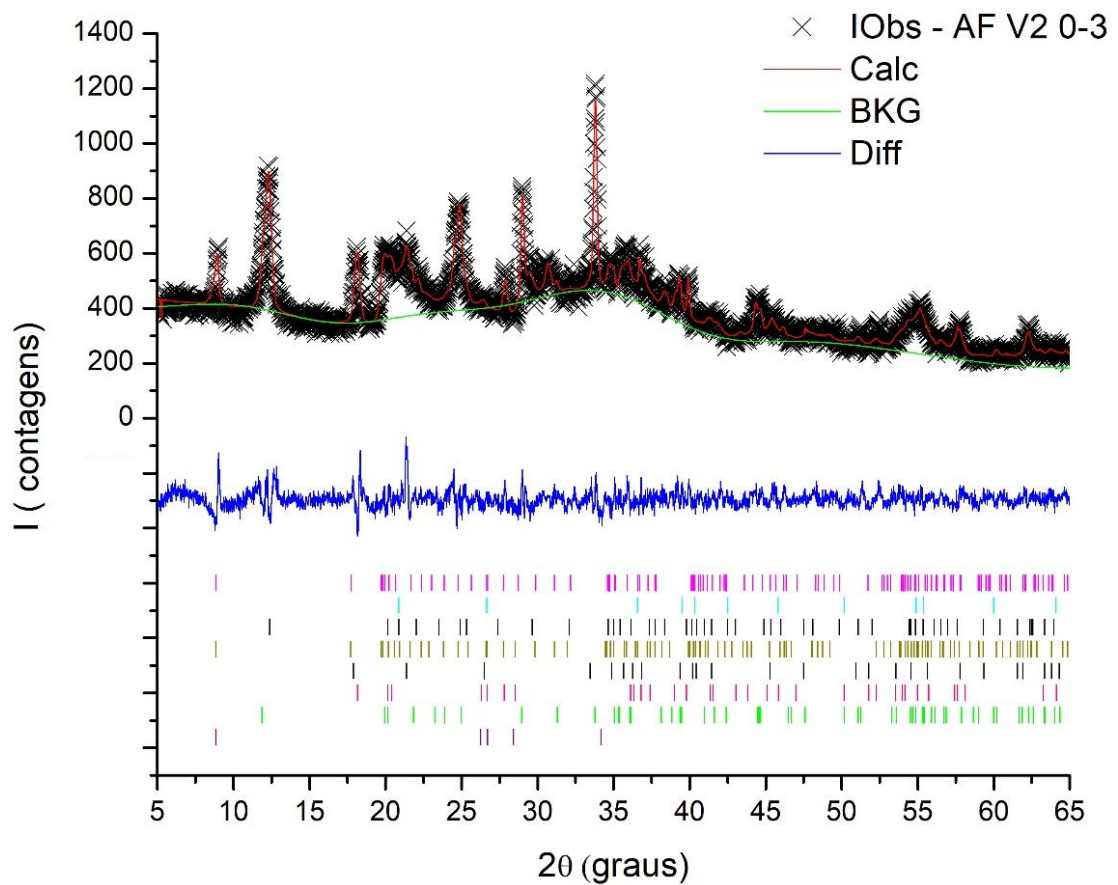


Fonte: O autor.

4.7 Resultado da técnica de MR-DRX

A partir dos minerais identificados na FRX, IV e DRX foi realizado o refinamento das estruturas via MR, utilizando o software GSAS. Na figura 24 tem-se o resultado do ajuste para a AF V2 0-3 e na figura 25 o ajuste para a AF V2 3-55. A linha em vermelho representa o ajuste do perfil calculado, a curva em verde, a radiação de fundo, a curva em azul é a diferença entre o perfil calculado e observado e os pontos com X em preto representam o perfil observado, obtido por meio da análise de DRX.

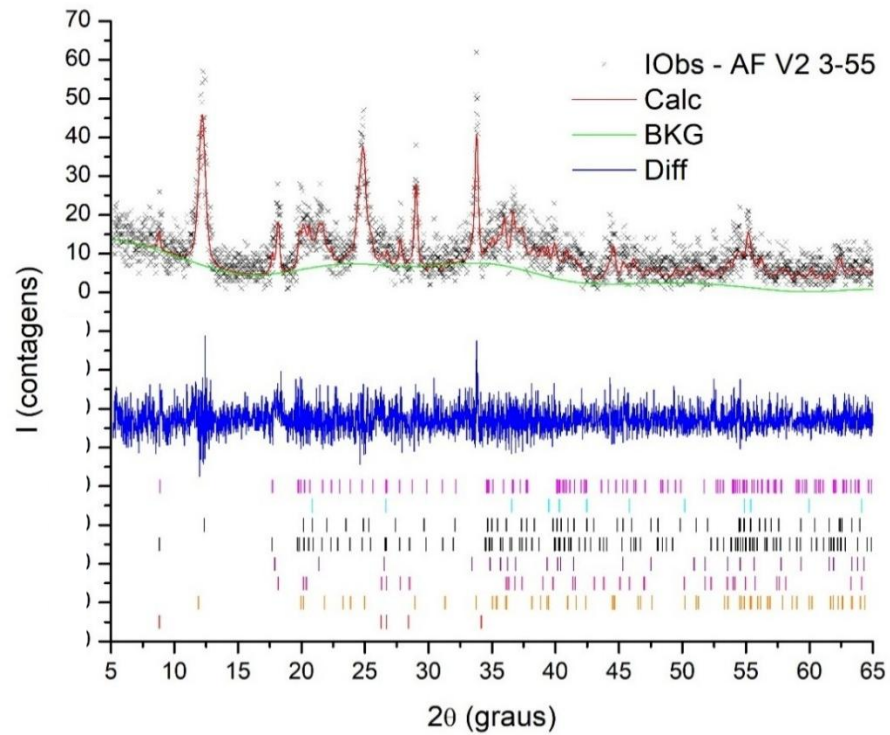
Figura 24 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 0-3.



Fonte: O autor

O ajuste do perfil pode ser visualizado pela curva diferença, quanto mais próxima de uma reta paralela ao eixo horizontal, melhor é o ajuste. Trabalhos da literatura (Lorentz *et al.*, 2018; Nitzsche *et al.*, 2008; Prandel *et al.*, 2014) mostram ajustes semelhantes para amostras de solos. O resultado para o ajuste da amostra AF V2 55-144 é apresentado na figura 25.

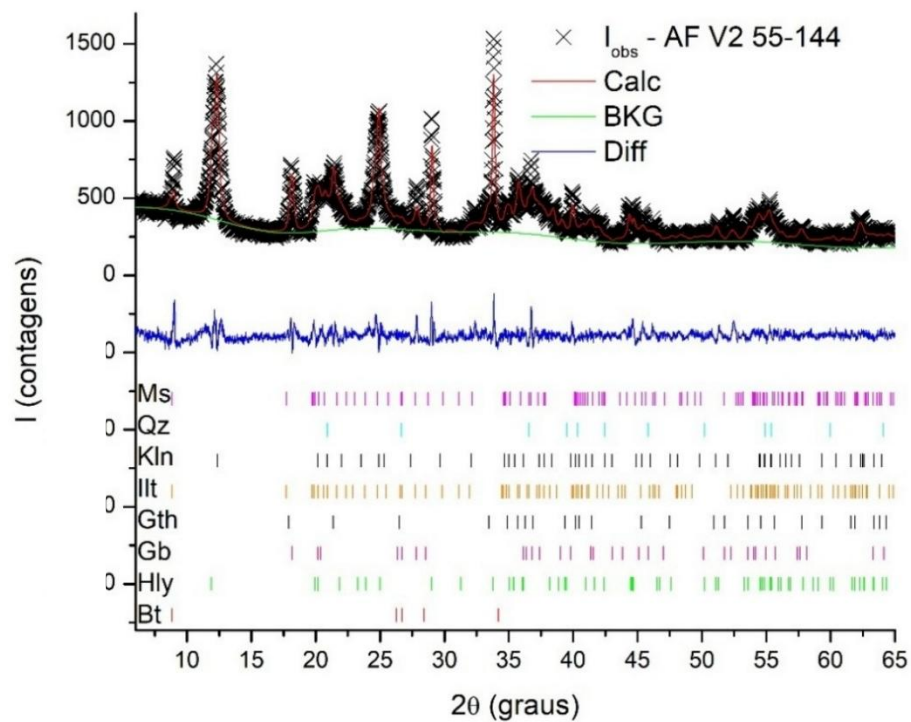
Figura 25 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 3-55.



Fonte: O autor.

A figura 26 mostra o resultado do ajuste para a amostra AF V2 55-144.

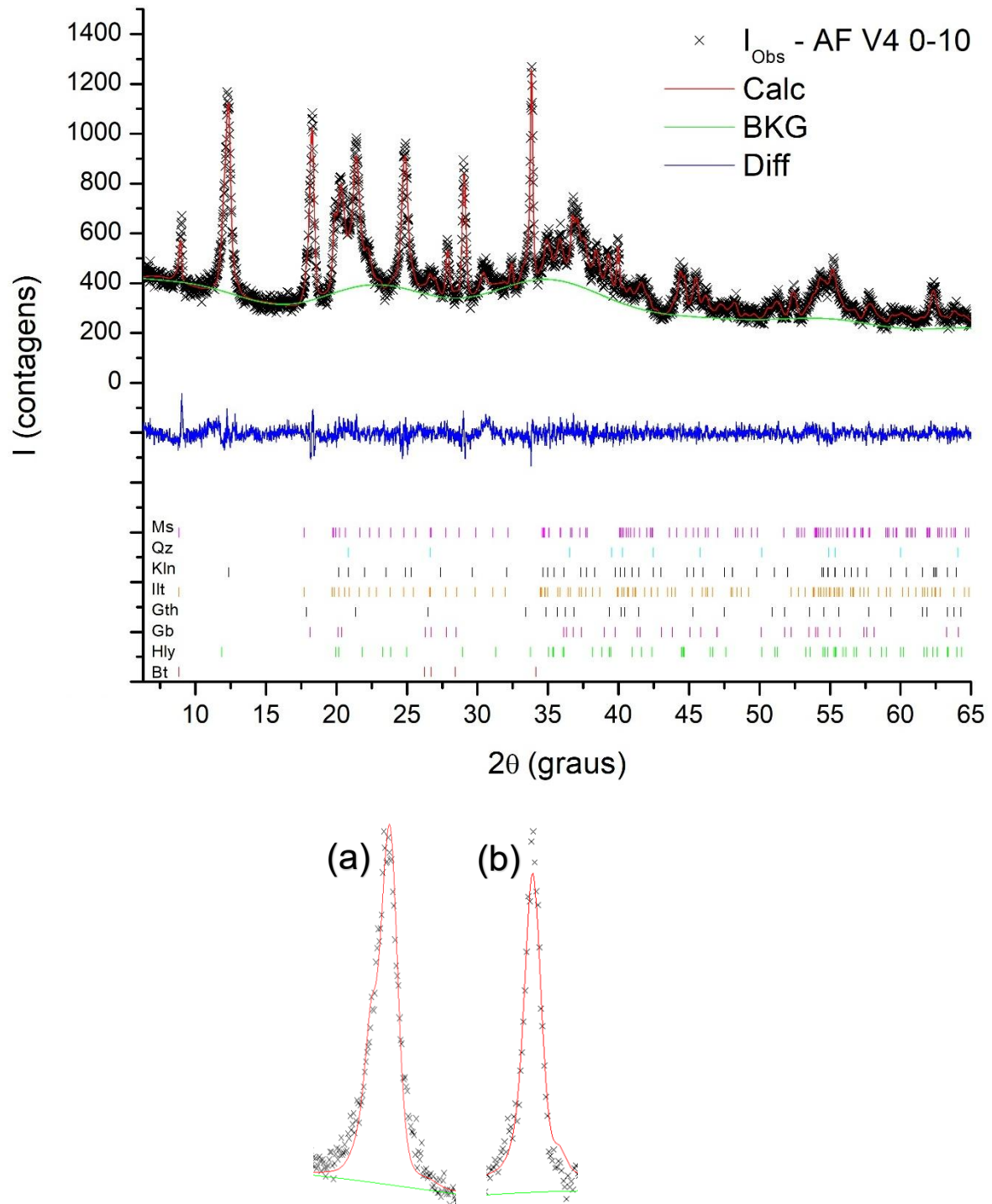
Figura 26 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V2 55-144.



Fonte: O autor.

Na figura 27 é apresentado o resultado do refinamento para a AF V4 0-10.

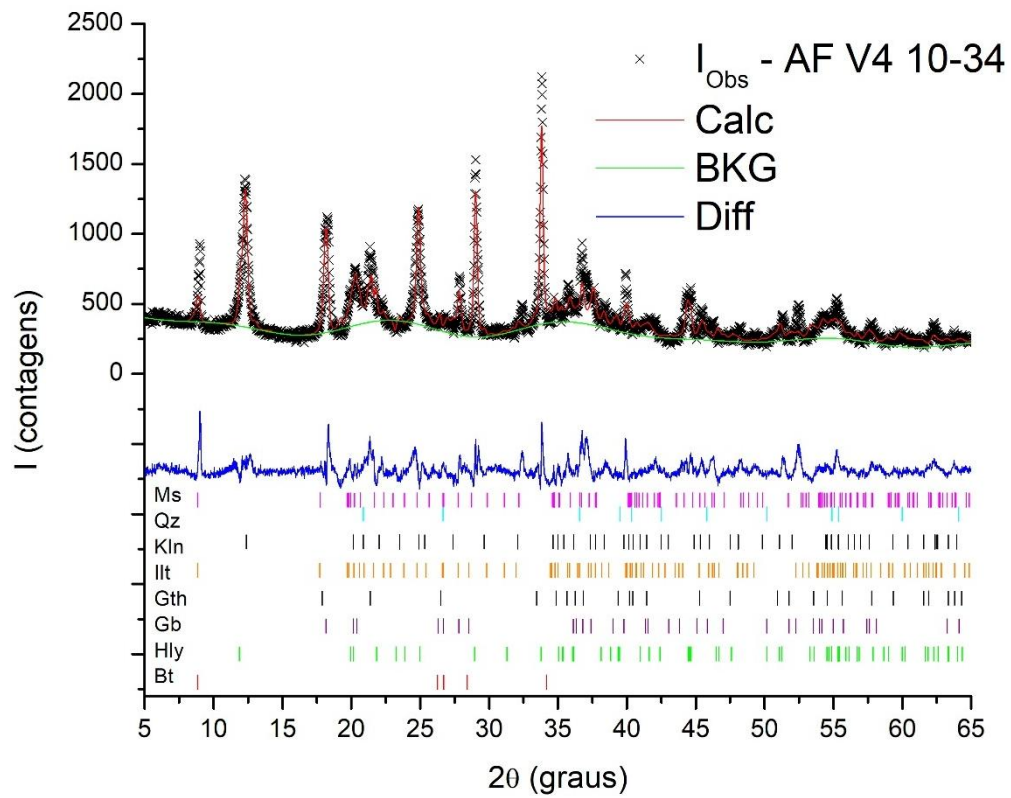
Figura 27 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 0-10. Em (a) tem-se uma ampliação do plano {002} e {001} dos minerais Caulinita e Halosita em torno de $2\theta=12,3^\circ$ e em (b) uma ampliação do plano {112} do mineral Halosita em torno de $2\theta=33,7^\circ$.



Fonte: O autor.

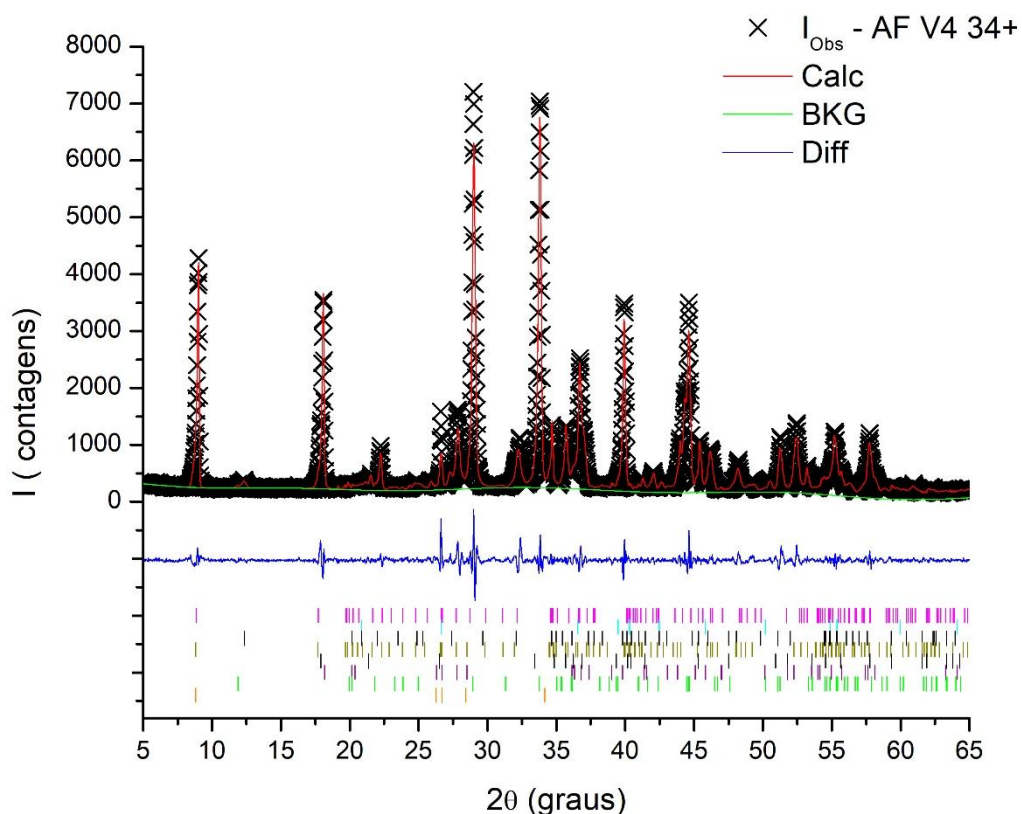
Nesses refinamentos a curva de ajuste calculado se ajustou de forma satisfatória à curva experimental, assim como os resultados apresentados nas figuras 28 e 29 para as amostras AF V4 10-34 e AF V4 34+.

Figura 28 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 10-34.



Fonte: O autor.

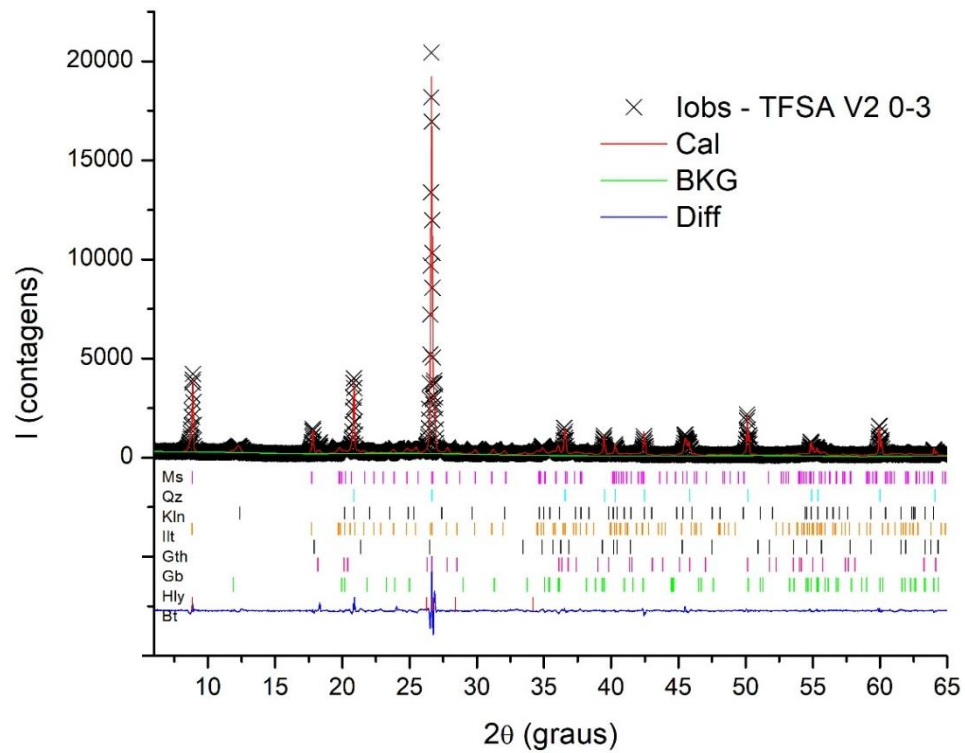
Figura 29 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra AF V4 34+.



Fonte: O autor.

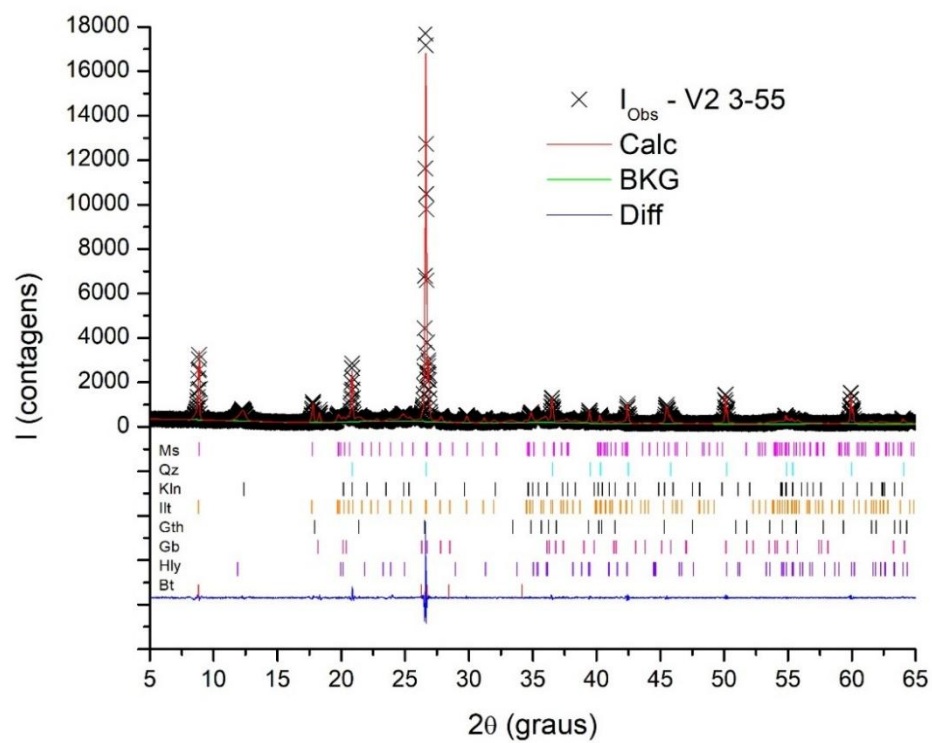
Nas Figuras 30, 31 e 32 estão apresentados os resultados do refinamento para a TFSA V2 0-3, TFSA V2 3-55 e TFSA V2 55-144. Nesses refinamentos a curva de ajuste calculado também se ajustou de forma satisfatória à curva experimental. A seguir são apresentados os resultados para o refinamento da fração TFSA das amostras. O resultado apresentado na figura 30 mostra que as intensidades para a TFSA são muito superiores às da AF e isso se deve à maior quantidade de quartzo nessa fração. Como o quartzo é um mineral muito cristalino, resultados de DRX para a fração TFSA de solos, geralmente apresentam intensidade maior que para as frações mais finas.

Figura 30 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 0-3.



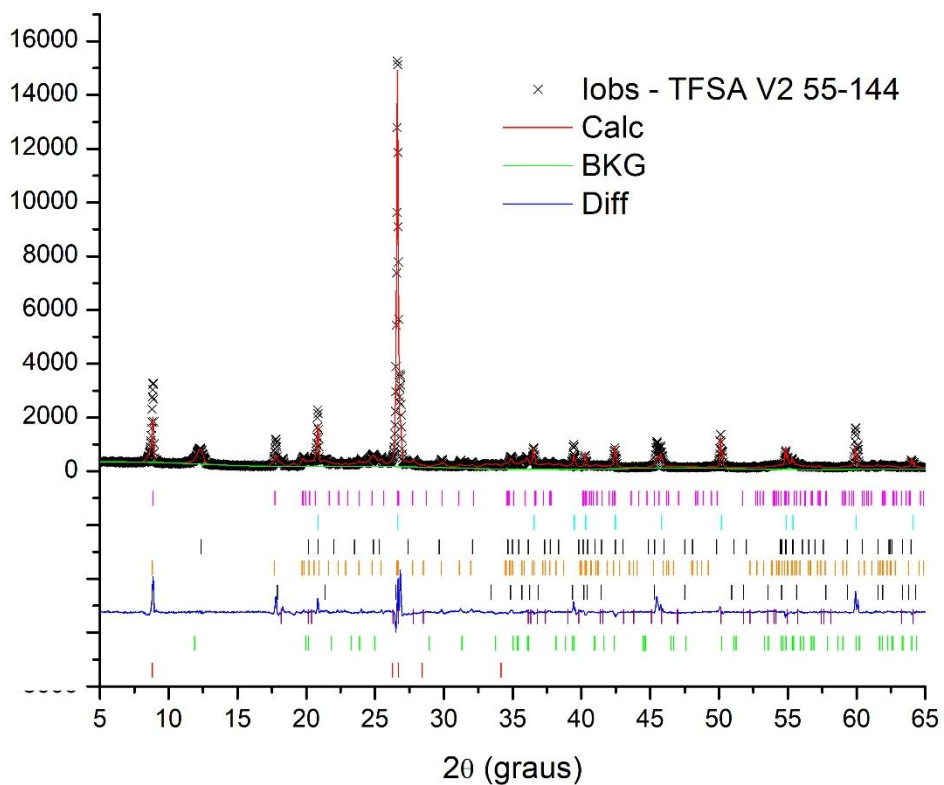
Fonte: O autor.

Figura 31 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 3-55.



Fonte: O autor

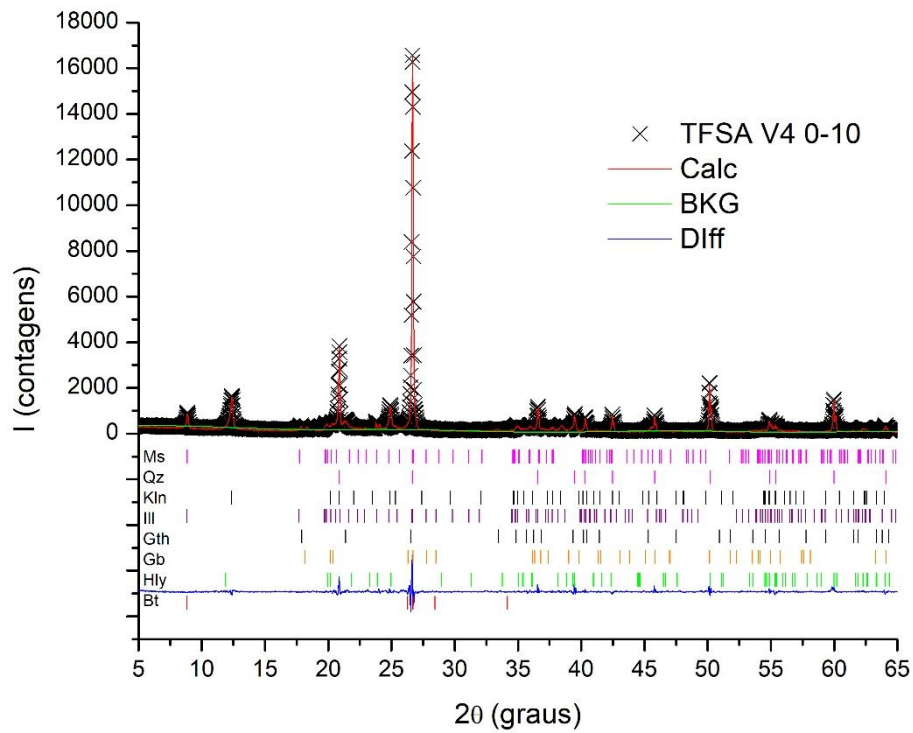
Figura 32 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V2 55-144.



Fonte: O autor.

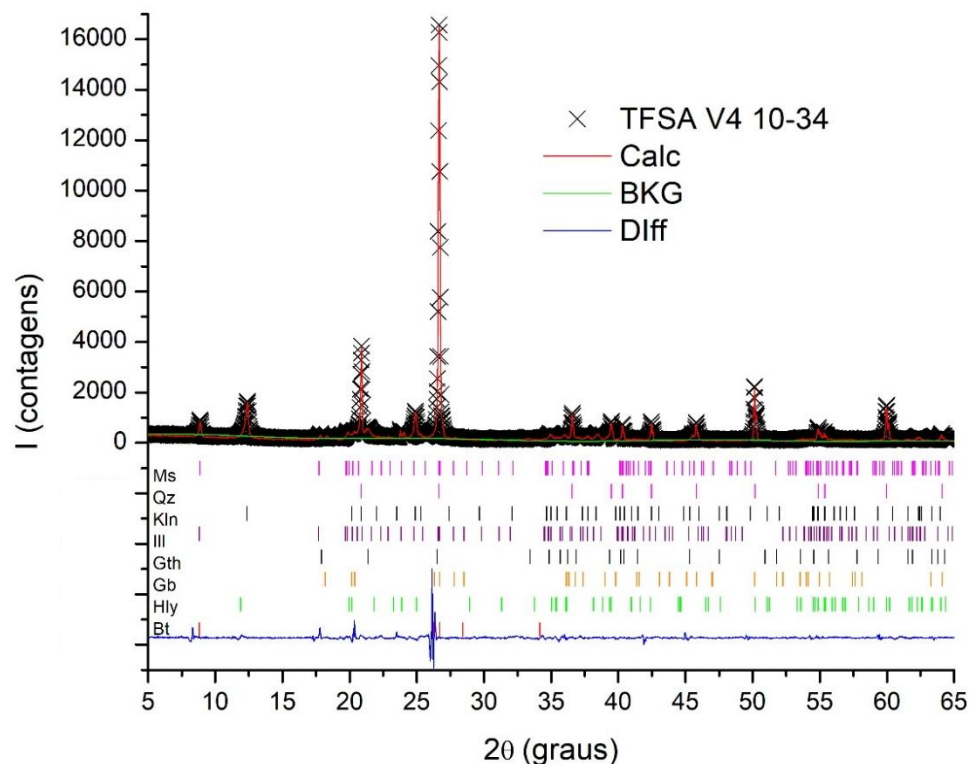
Nas figuras 34, 35 e 36 são apresentados os resultados para o refinamento para as amostras TFSA V4 0-10, TFSA V4 10-34 e TFSA 34+.

Figura 33 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 0-10.



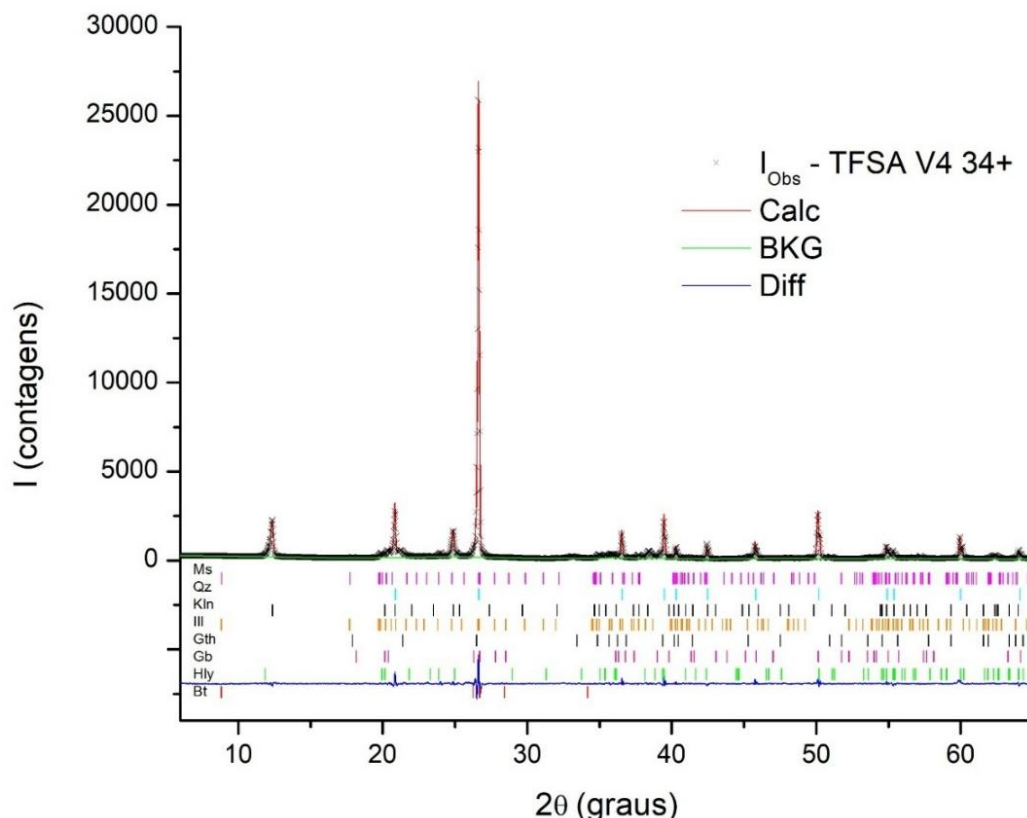
Fonte: O autor.

Figura 34 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 10-34.



Fonte: O autor.

Figura 35 Resultado do refinamento via GSAS+EXPGUI para a amostra TFSA V4 34+.



Fonte: O autor.

Na tabela 6 é apresentada a comparação dos resultados dos refinamentos para todas as amostras, os minerais não encontrados estão como não presentes (n.p).

Pascoal, Machado e Pandolfelli (2002) indicam que bons valores dos índices R ficam entre 10 % e 20 %, já valores de $\sqrt{\chi^2}$ considerados bons, estão entre 1 e 1,5, sendo que esse valor pode ser maior dependendo da natureza da amostra. Apesar dos valores dos índices de ajustes serem importantes, Toby (2006) destaca que a qualidade gráfica do padrão ajustado em relação ao experimental é uma das melhores formas de verificar a qualidade do refinamento.

Nos resultados da quantificação apresentados na tabela 6, é possível verificar que na AF há uma maior quantidade de muscovita e caulinita nas amostras mais superficiais e a, V2 0-3 e V4 0-10, bem como uma maior quantidade de quartzo nas maiores profundidade. Como o quartzo é um mineral que sofre menor intemperização, a presença de uma maior quantidade é esperada nas amostras mais profundas. É possível observar também que na amostra V4 34+ há uma maior quantidade de goethita em comparação com as demais.

A quantidade haloisita e illita na AF V4 0-10 é menor que a quantidade desse mineral presente em AF V4 10-34 e AF V4 34+, porém há uma maior quantidade de haloisita e illita na AF V2 0-3, indicando que esses argilominerais estão sendo deslocados da camada mais superficial para a camada mais profunda, o que é coerente com a característica arenosa do solo.

Observando o resultado para a quantificação da caulinita, observa-se que há uma maior quantidade desse mineral a medida em que aumenta a profundidade, indicando uma possível transformação desse mineral em haloisita nas amostras de menor profundidade, o que concorda com uma das possíveis origens desse mineral (Al-Ani, T.; Sarapaa, 2018).

Tabela 6 Resultados do refinamento pelo MR.

Amostra	Gbs	Illt	Hly	Kln	Qz	Gth	Ms	Bt	Ru	R _F ²	$\sqrt{\chi^2}$
AF V2 0-3	9,85(5)	18,3(1)	18,2(1)	24,9(8)	2,31(2)	2,75(3)	19,3(1)	3,2(4)	0,4(3)	13,21	1,55
AF V2 3-55	10,8(3)	9,58(3)	22,1(9)	36,4(1)	n.p.	2,51(3)	15,9(2)	2,5(6)	n.p	13,45	1,38
AF V2 55-144	12,8(2)	11,8(2)	18,9(2)	32,7(2)	2,91(2)	2,34(1)	14,8(2)	3,18(3)	n.p	14,12	1,46
AF V4 0-10	18,0(1)	4,02(2)	12,6(1)	20,0(2)	2,10(4)	5,29(2)	14,5(3)	10,1(3)	n.p	12,20	1,40
AF V4 10-34	19,6(2)	13,7(2)	23,9(2)	22,1(3)	n.p.	4,25(2)	2,91(9)	13,5(4)	n.p	14,34	1,52
AF V4 34+	11,6(3)	7,22(3)	12,2(6)	28,7(4)	3,71(2)	6,23(1)	17,2(3)	13,1(1)	n.p	13,76	1,43
TFSA V2 0-3	4,92(3)	8,78(1)	4,81(4)	17,6(3)	54,9(4)	1,76(2)	5,12(2)	1,4(2)	0,61(3)	13,06	1,76
TFSA V2 3-55	17,4(5)	21,8(9)	3,22(5)	9,12(7)	31,0(4)	2,0(3)	11,2(1)	3,84(2)	0,84(3)	14,12	1,81
TFSA V2 55-144	8,29(2)	21,4(2)	3,75(1)	11,5(1)	31,3(3)	3,3(1)	14,6(2)	4,23(2)	1,52(6)	13,94	1,78
TFSA V4 0-10	4,08(1)	8,27(3)	9,92(3)	12,4(3)	52,3(6)	1,74(5)	8,65(1)	2,34(8)	0,26(7)	10,41	1,52
TFSA V4 10-34	3,83(1)	7,93(4)	6,76(8)	13,9(6)	55,8(8)	1,34(8)	7,87(4)	2,12(8)	0,34(7)	10,23	1,38
TFSA V4 34+	6,93(1)	6,35 (9)	5,72(1)	14,2(1)	57,1(1)	1,85(3)	5,63(1)	1,6(4)	0,56(5)	10,04	1,47

Fonte: O autor.

4.8 Resultados da técnica de FEG-SEM

A fim de corroborar os resultados das análises efetuadas, e apresentadas anteriormente, buscou-se utilizar o FEG-SEM para verificar a presença dos minerais identificados. As análises foram realizadas nos dois perfis e suas três profundidades, nas frações TFSA e AF porém a identificação de estruturas foi possível em todas as amostras. A figura 36 mostra a resultado para a amostra AF V4 0-10.

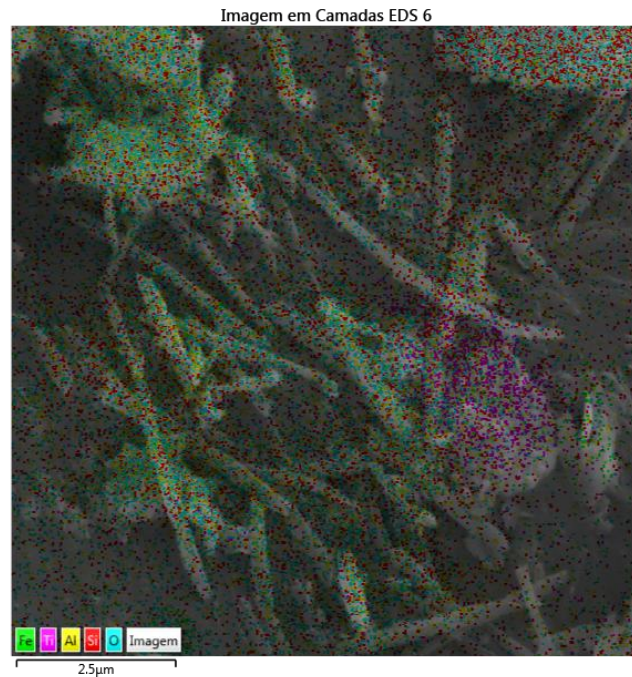
Figura 36 Resultado da análise de FEG-SEM para a AF V4 0-10.



Fonte: O autor.

Buscou-se analisar os elementos presentes na amostra por meio do mapeamento dos elementos, apresentado na figura 37.

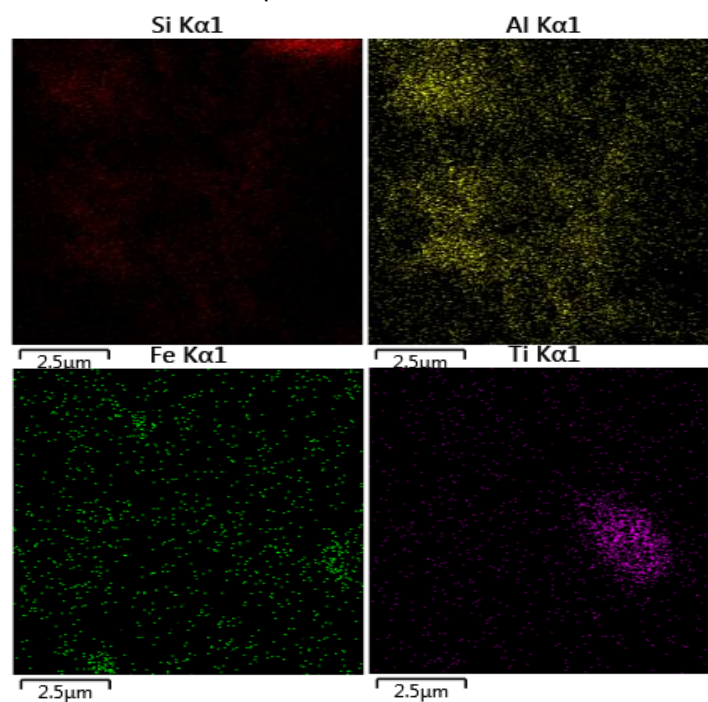
Figura 37 Análise elemental para a AF V4 0-10. As áreas em verde representam a concentração de ferro, em rosa, titânio, em amarelo, silício e em azul, oxigênio. O resultado mostra uma predominância de estruturas com formato de bastões.



Fonte: O autor.

A figura 37 mostra a presença de ferro, alumínio e silício ao longo de todo mapeamento, com uma região com concentração de titânio. A figura 38 mostra o mapeamento da análise elemental para cada elemento em separado.

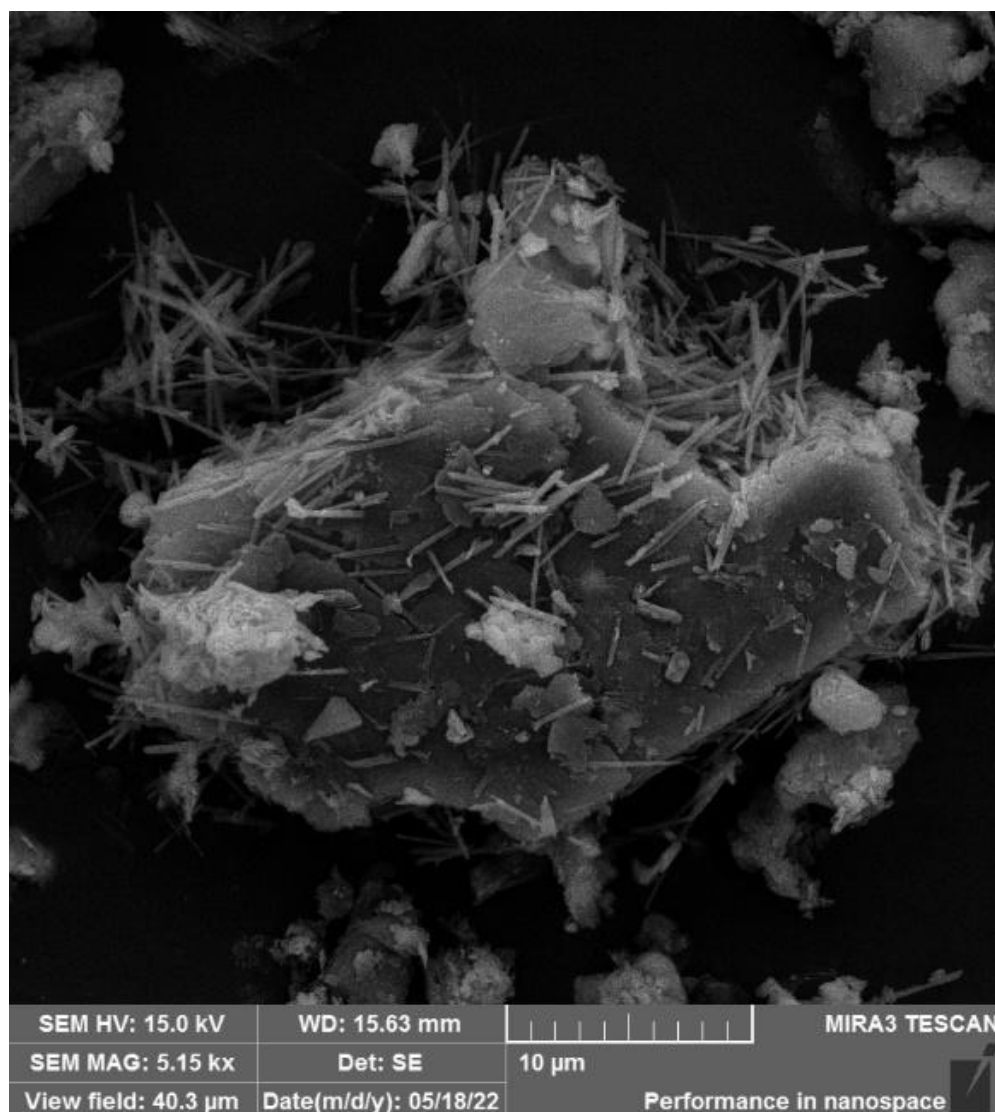
Figura 38 Resultado da análise elemental por elemento individual na AF V4 0-10.



Fonte: O autor.

Pelo resultado da figura 38 é possível identificar melhor as regiões de concentração dos elementos ao longo do mapeamento. Como observa-se o ferro está distribuído ao longo das estruturas de bastões, inicialmente identificou-se essas estruturas como goethita (Delvine, 1998), pois na literatura essa estrutura é uma das possíveis para a goethita, porém outros minerais também podem se apresentar com morfologias semelhantes, então buscou-se analisar outras amostras. A figura 39 também mostra essas estruturas de bastões em outra amostra, a TFSA V2 0-3.

Figura 39 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V2 0-3, região 1. O resultado mostra uma distribuição de estruturas tipo bastão sobre um grão de quartzo.



Fonte: O autor.

Na figura 40 tem-se uma ampliação da figura 39, a qual mostra mais detalhadamente essas estruturas.

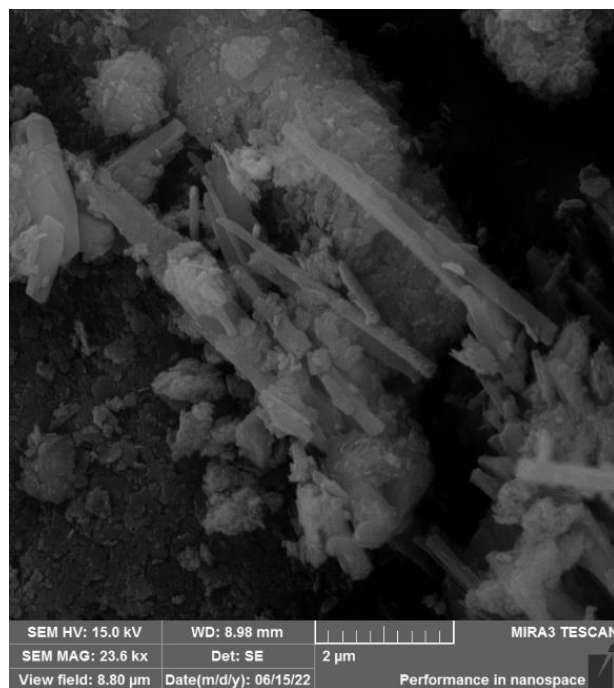
Figura 40 Ampliação da amostra TFSA V2 0-3. O resultado mostra concentração de estruturas tipo bastão bem como estruturas tio-flor, localizada no lado direito da figura.



Fonte: O autor.

Além das duas amostras anteriores, AF V4 0-10 e TFSA V2 0-3, figuras 36 e 39 e 40, a estrutura em bastão também está presente na amostra TFSA V2 55-144, como mostra a figura 41.

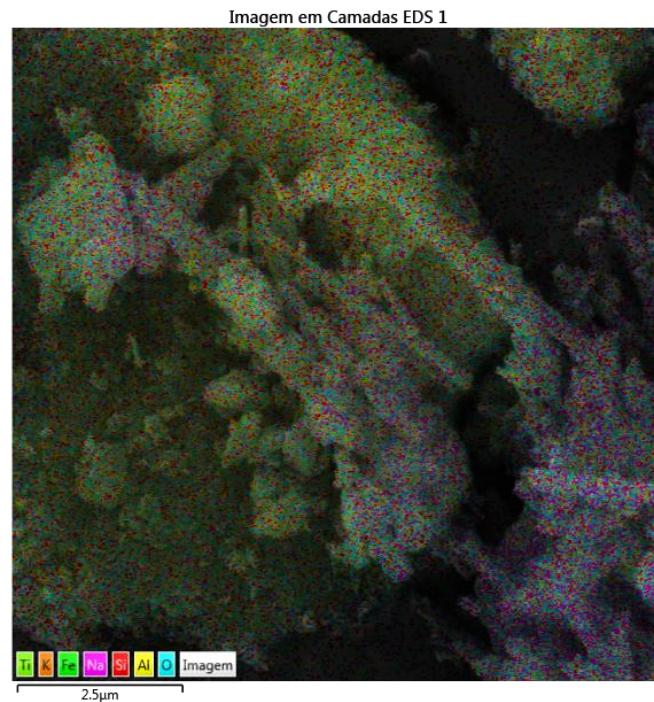
Figura 41 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V2 55-144.



Fonte: O autor.

Pelo mapeamento elemental realizado e apresentado na figura 42, é possível observar a distribuição de ferro e alumínio em maior quantidade em algumas partes da região analisada.

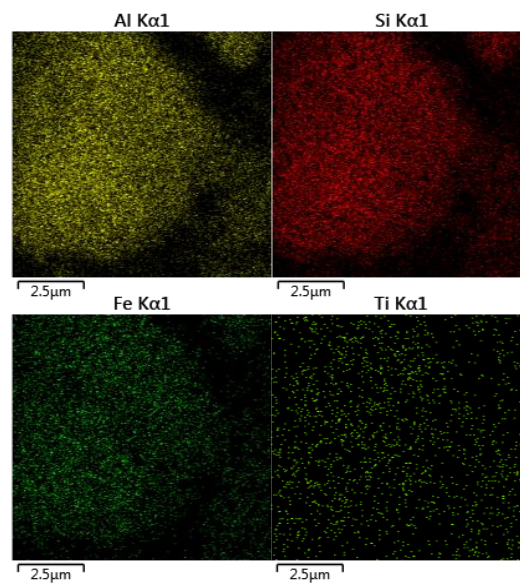
Figura 42 Análise elemental na micrografia da amostra TFSA V2 55-144, região 1.



Fonte: O autor.

Também foi realizada a análise elemental separadamente, como mostra o mapeamento elemental apresentado na figura 43.

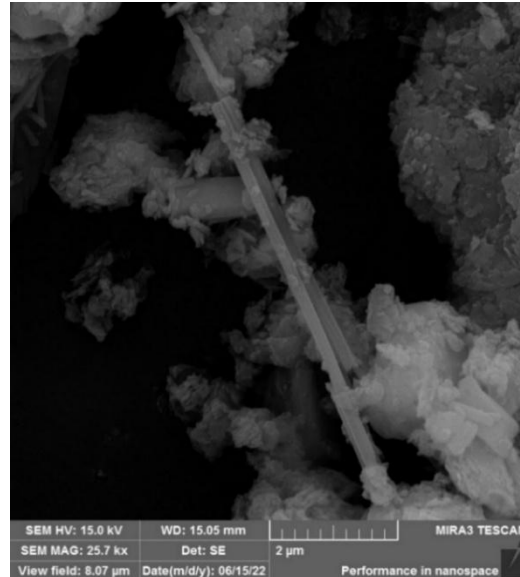
Figura 43 Resultado da análise elemental individual na TFSA V2 55-144 a partir da figura 42.



Fonte: O autor.

Nas figuras 42 e 43, ao contrário da AF V4 0-10, figuras 37 e 38, a distribuição elementar não auxilia na confirmação das estruturas dos minerais presentes. Assim, buscou-se realizar a micrografia em outras regiões da TFSA V2 55-144 e o resultado é apresentado na figura 44.

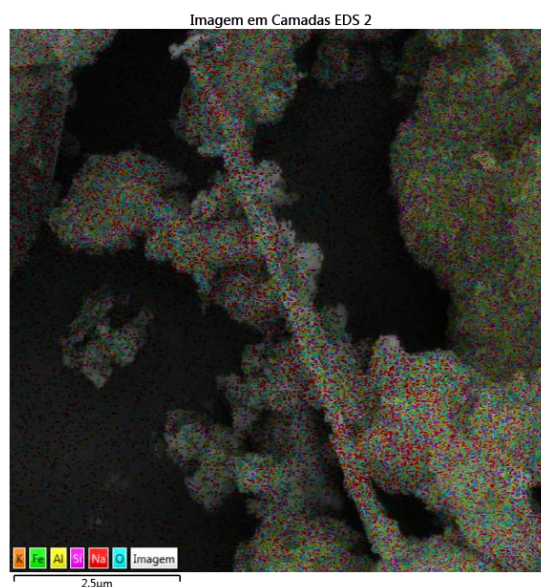
Figura 44 TFSA V2 55-144, região 2. O resultado mostra a estrutura tipo bastão de forma mais evidente e isolada.



Fonte: O autor.

Além de a imagem apresentar de forma mais evidente a morfologia em forma de bastão, o resultado do mapeamento elementar também mostra concentrações de alumínio, ferro e silício sobre a estrutura, como mostra a figura 45.

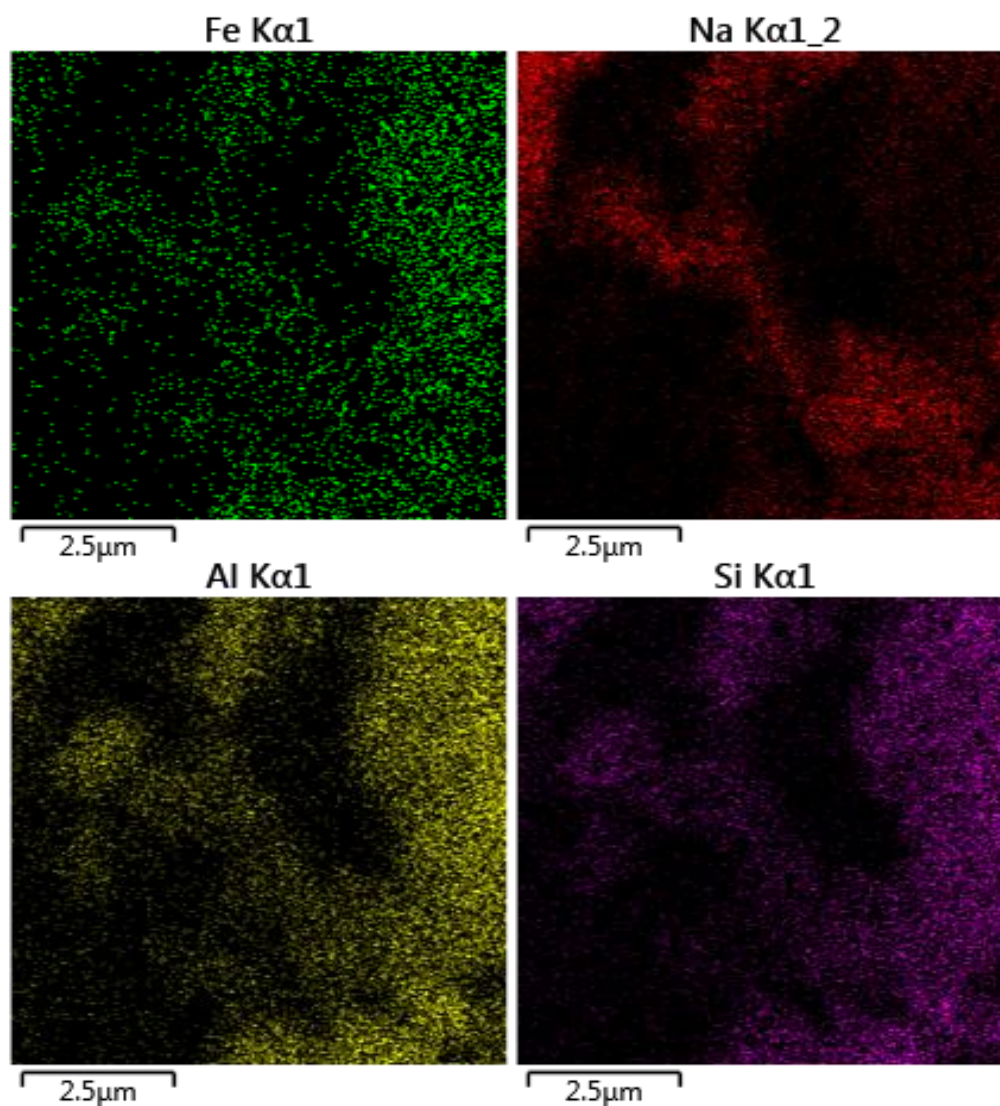
Figura 45 Análise elementar para a região 2 da TFSA V2 55-144. O resultado mostra grande concentração de alumínio e ferro e silício, representados pelas cores amarelo, verde e rosa, respectivamente.



Fonte: O autor.

Esse resultado pode ser confirmado pela análise elementar no mapeamento apresentado na figura 46.

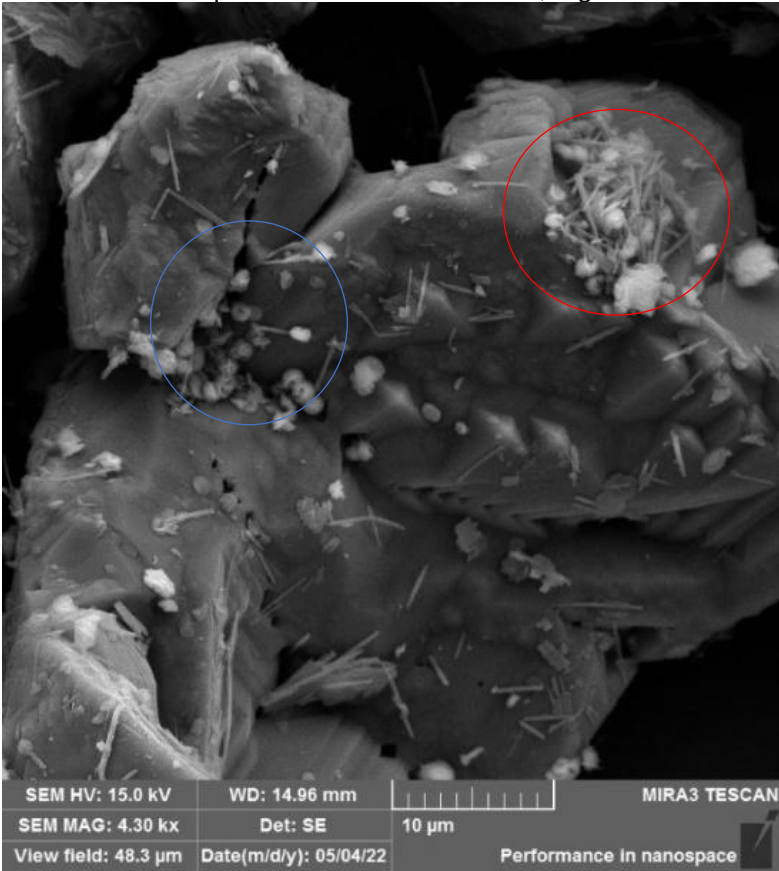
Figura 46 Análise elementar por elemento individual da TFSA V2 55-144, região 2.



Fonte: O autor.

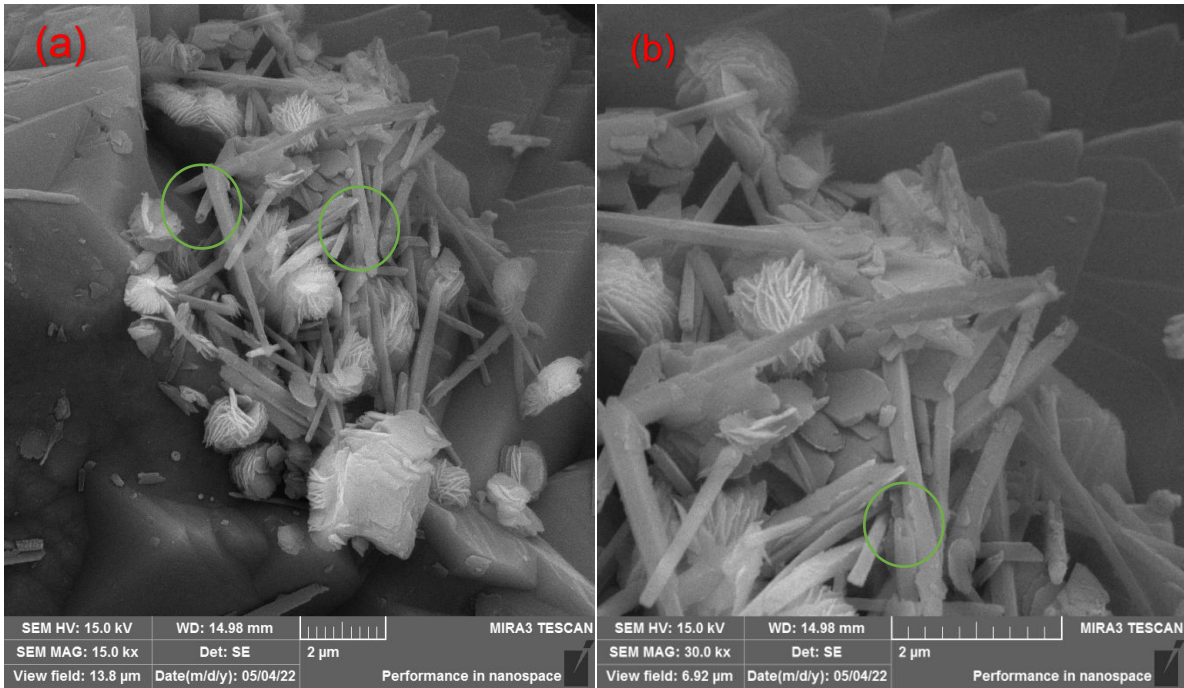
Apesar de essas estruturas serem similares à estrutura da goethita presente na literatura, porém como há concentração de silício e alumínio, além do ferro, buscou-se analisar outras amostras no intuito de comprovar a presença da goethita. Na figura 47 tem-se o resultado para a TFSA V4 34+. As regiões circuladas em azul e vermelho, mostram as estruturas em bastões, além de outra estrutura em forma de flor.

Figura 47 Resultados de FEG-SEM para amostra TFSA V4 34+, região 1.



Fonte: O autor.

Figura 48 Ampliação (circulada em vermelho) da região 1 da TFSA V4 34+. Em (a) é possível visualizar as estruturas em forma de tubos, assim como as estruturas tipo flor. (b) é uma ampliação de (a).

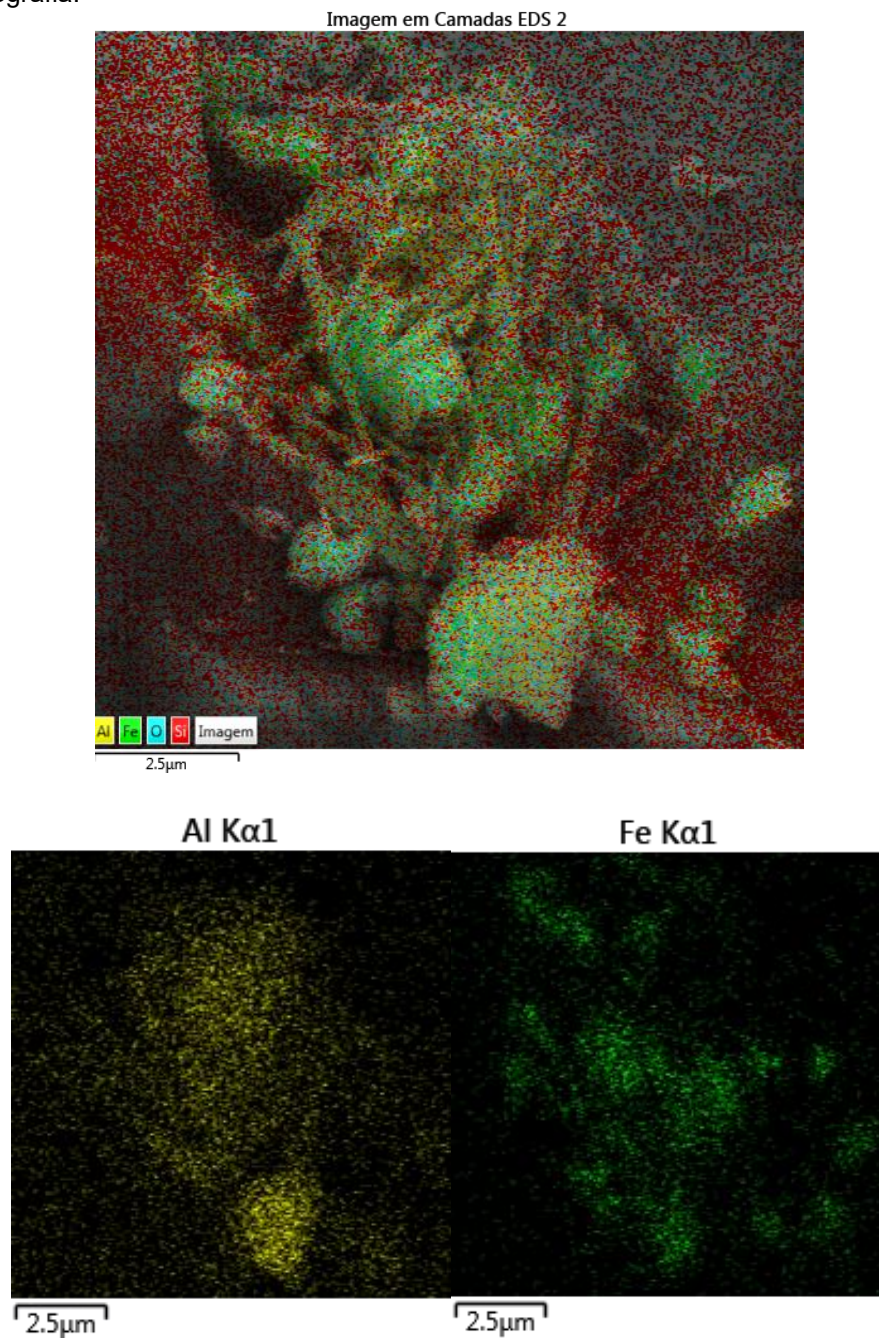


Fonte: O autor.

As áreas circuladas em verde na figura 48 mostram as estruturas em bastões, mas, diferentemente das micrografias anteriores, figuras 36, 39, 40, 41 e 44, apresentam também abertura na estrutura de tubo, o que é característico da haloisita (Al-Ani; Sarapaa, 2018).

Na figura 49, tem-se o resultado do mapeamento elemental para a amostra TFSA V4 34+, feita a partir da micrografia da figura 48a.

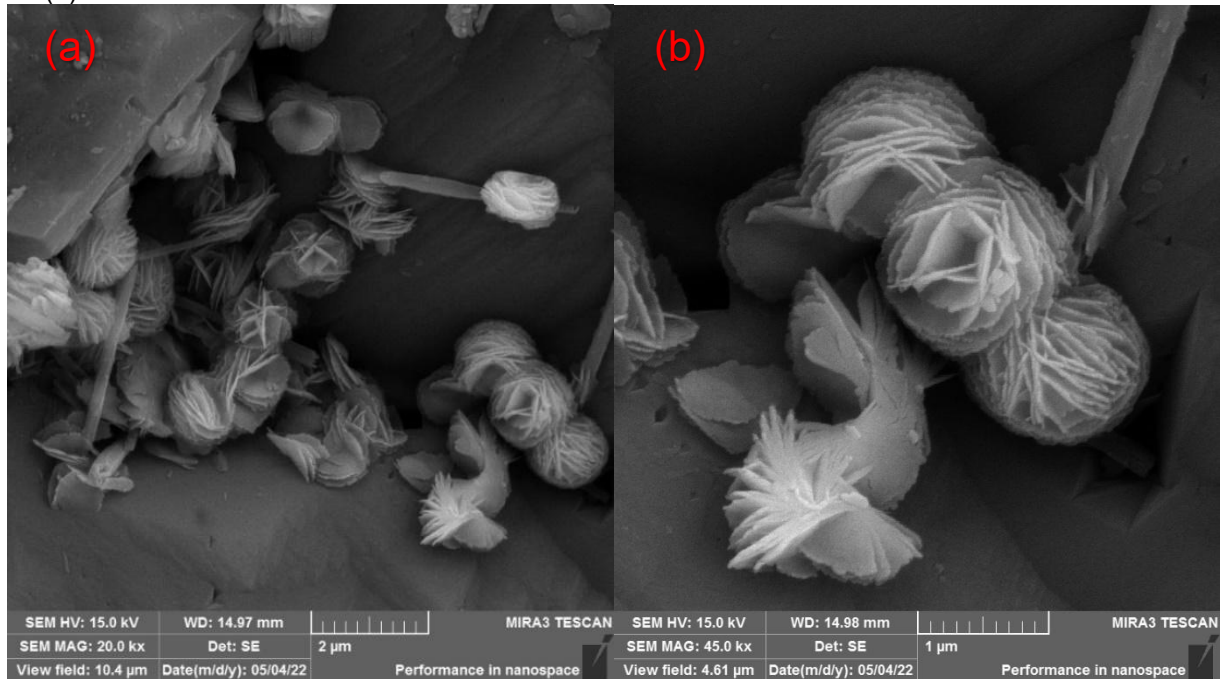
Figura 49 FEG-SEM para a amostra TFSA V4 34+, região 1. Em (a) o resultado da análise elemental sobre a micrografia.



Fonte: O autor.

Na figura 50 é possível visualizar a presença de uma estrutura em forma de flor como mostrado anteriormente, em que há grande concentração de ferro. Na figura 50 tem-se a ampliação da figura 47 em outra região.

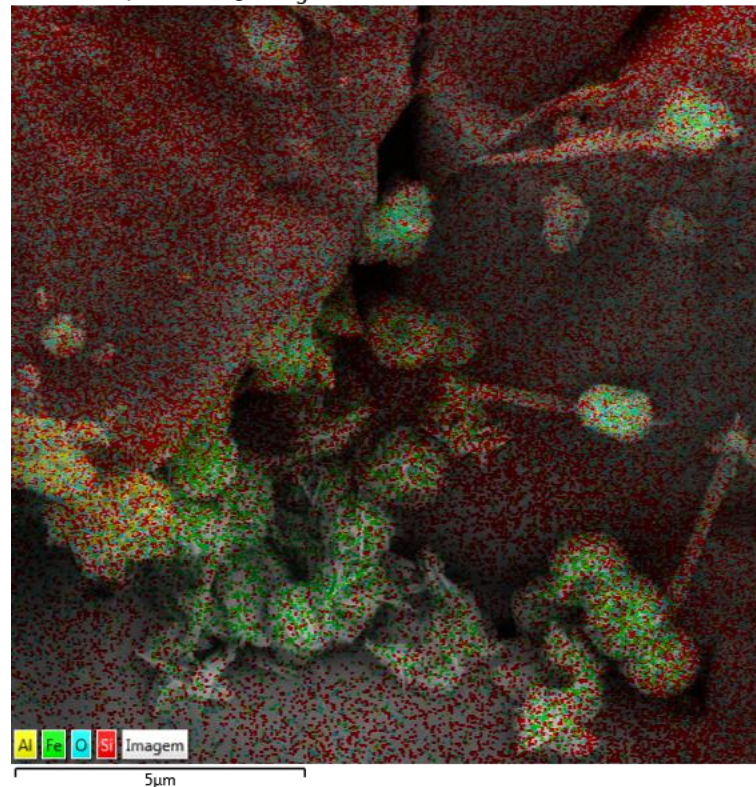
Figura 50 Ampliação (circulada em azul) da região 1 da TFSA V4 34+. Na figura, (b) é uma ampliação de (a).



Fonte: O autor.

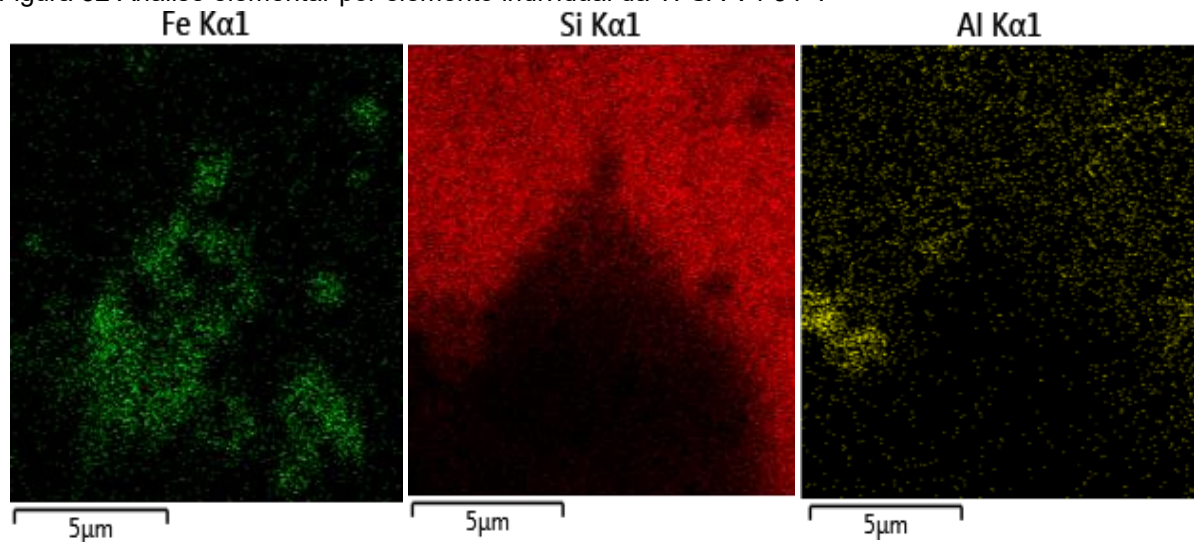
A grande concentração de ferro nas estruturas tipo flor é evidente como mostra a figura 51.

Figura 51 Análise elementar para a região 1 da TFSA V4 34+.



Fonte: O autor.

Figura 52 Análise elementar por elemento individual da TFSA V4 34+.



Fonte: O autor.

Na figura 52 é possível verificar que a análise elementar individual resulta em ferro sobre a estrutura, bem como grande concentração de silício, sendo esse mineral identificado como o quartzo. Como as estruturas em bastões aparecem em grande quantidade nas amostras, mas com os elementos alumínio, silício e ferro presentes, a comprovação de qual mineral se trata ficou dúbia. Mesmo com a abertura do tubo

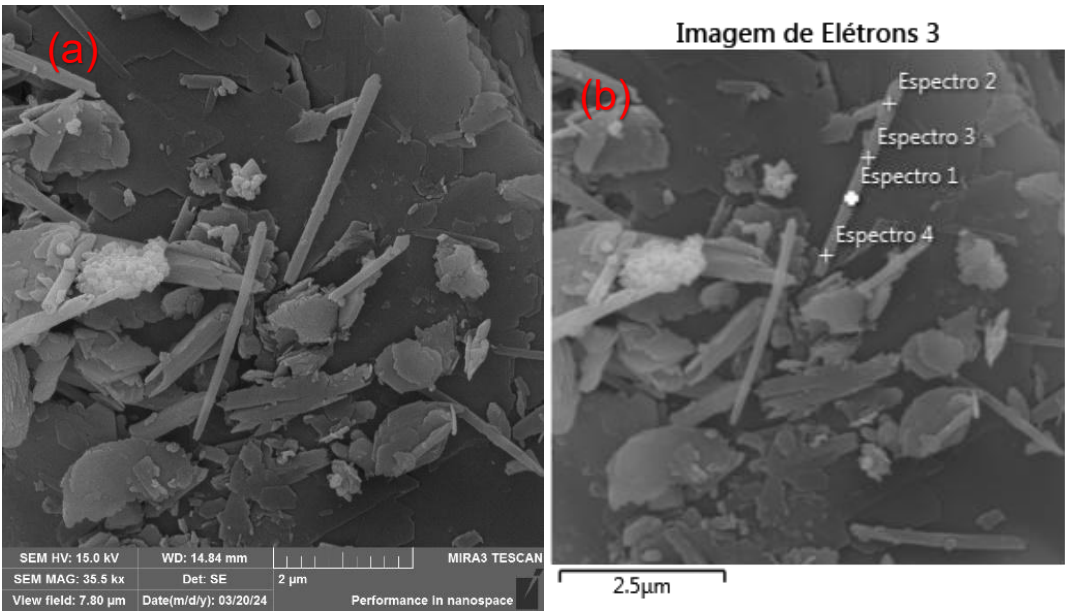
mostrada na figura 48, buscou-se realizar a análise em outra amostra, desta vez, a análise elementar foi feita pontualmente. A figura 53 mostra o resultado.

Tabela 7 Resultado da análise elementar realizada a partir da imagem de FEG-SEM (figura 53(b)).

Elemento	Espectro 1	Espectro 2	Espectro 3	Espectro 4
O	52,98	51,56	52,57	51,36
Al	21,76	22,38	22,04	21,13
Si	23,6	24,44	24,01	22,49
Fe	1,67	1,32	1,38	5,01
Ti		0,3		

Fonte: O autor.

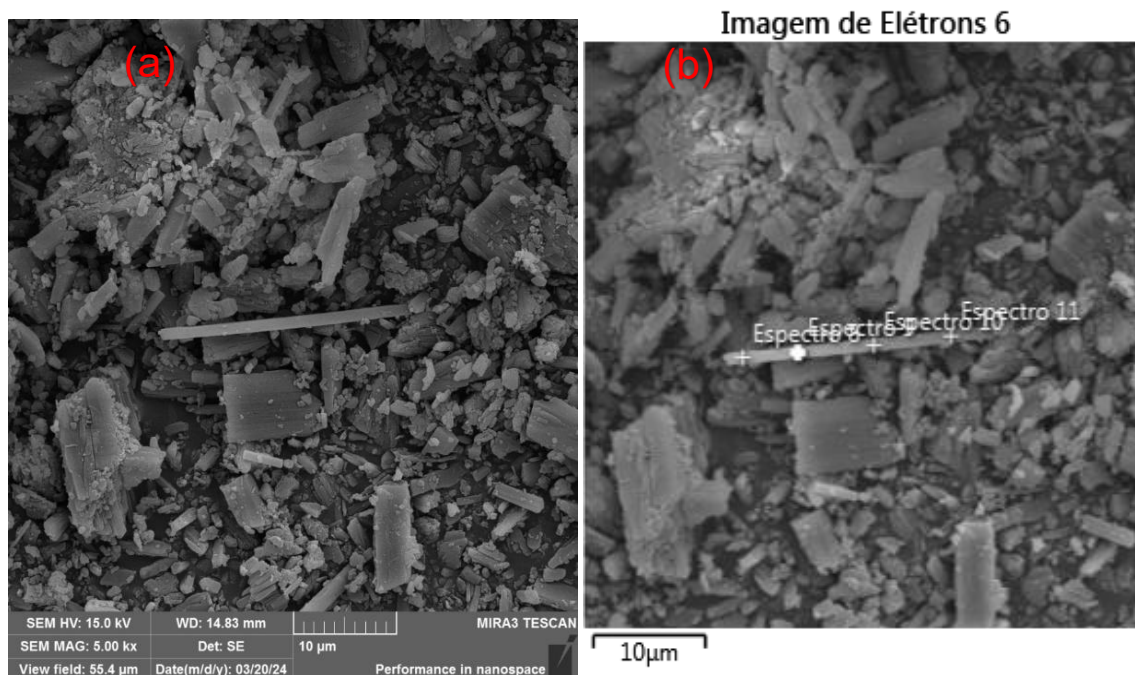
Figura 53 Resultado da análise por FEG-SEM pontual para a amostra AF V4 34+.



Fonte: O autor.

Como apresentado na tabela 8, há maior concentração de Al e Si sobre a estrutura. A partir desse resultado é possível inferir que essa estrutura é, portanto, pertencente à haloisita, devido a forma de tubos e análise elementar (Al-Ani; Sarapaa, 2018; Young *et al.*, 2010). A figura 54 também confirma esse resultado para um outro ponto da amostra.

Figura 54 AF V4 34+ região 2.



Fonte: O autor.

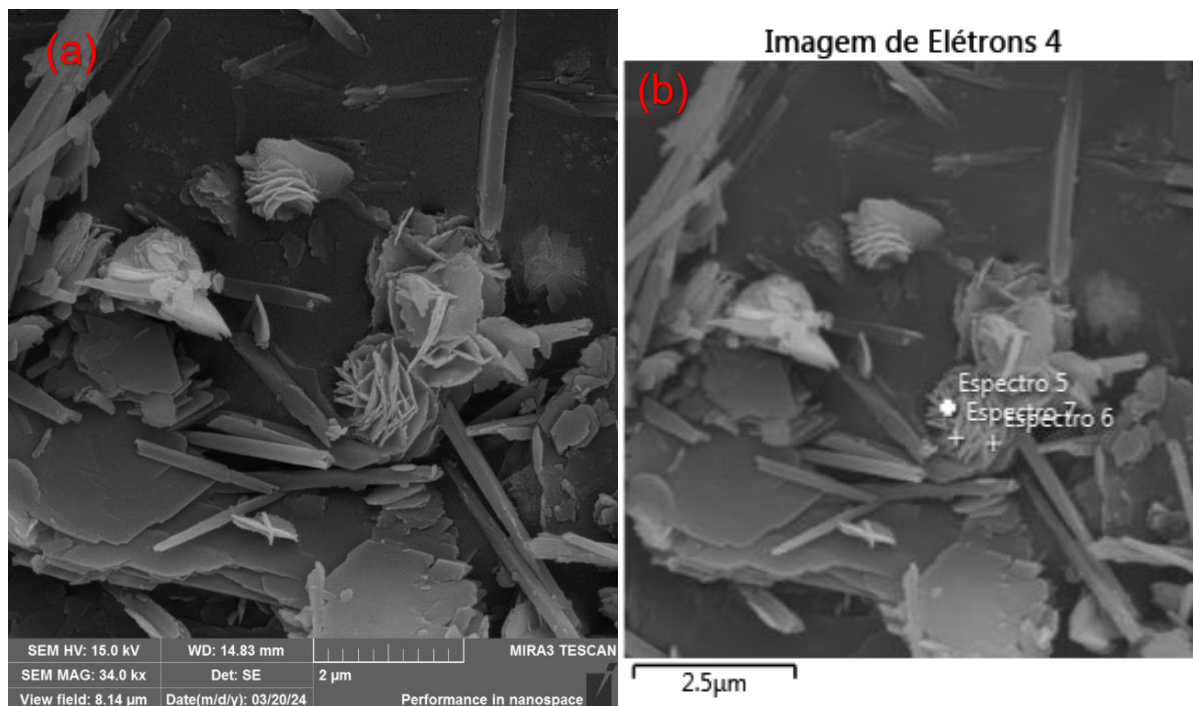
Tabela 8 Resultado da análise elementar pontual para a região 2 da AF V4 34+.

Elemento	Espectro 8	Espectro 9	Espectro 10	Espectro 11
O	94,5	92,07	93,71	94,47
Al	2,43	2,05	2,58	1,91
Si	1,83	2,18	2,04	1,74
Fe	1,24	3,7	1,68	1,89

Fonte: O autor.

Da mesma forma, buscou-se confirmar a presença da goethita que aparece em formato de flor. Na figura 55 é possível identificar morfologia que pode ser atribuída à goethita em seu estado de baixa cristalinidade (Yongjian, *et al.*, 2018, Han; Chen; Wei, 2012), e na tabela 9 há a análise elementar e observa-se uma grande concentração de ferro sobre os pontos dessa estrutura.

Figura 55 TFSA V4 34+.



Fonte: O autor.

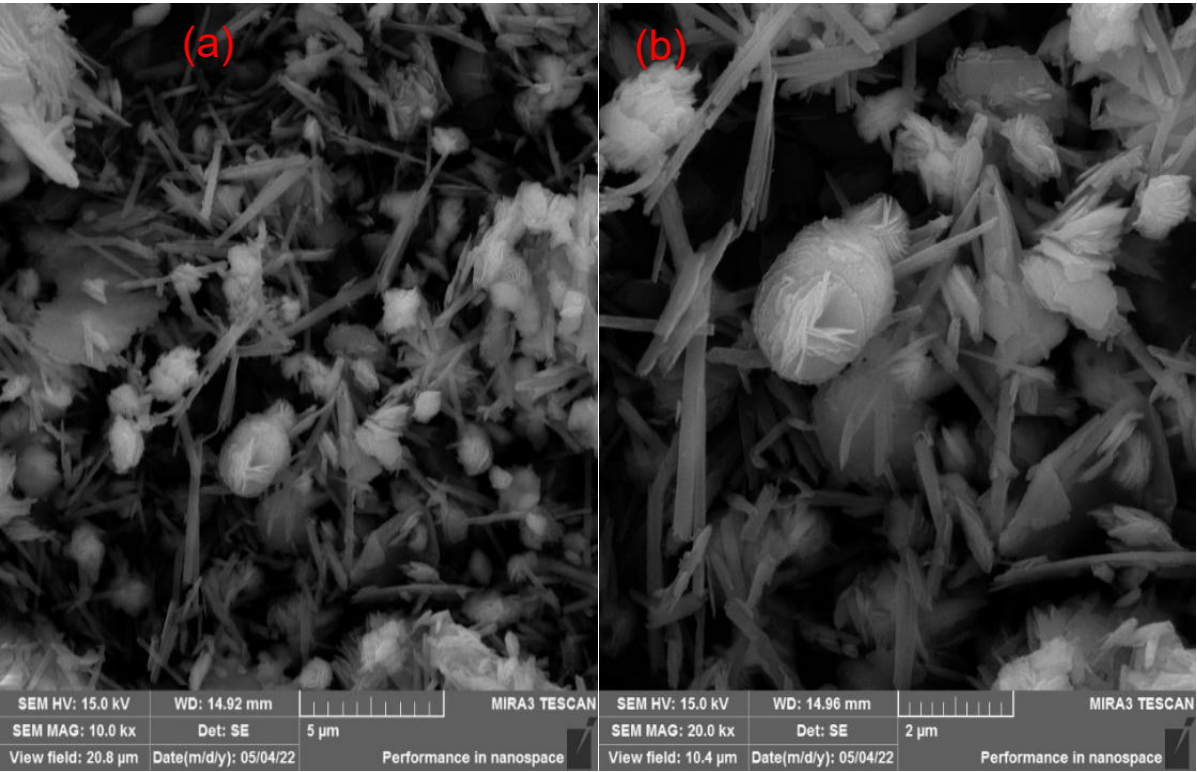
Tabela 9 TFSA V4 34+. Resultado normalizado, retirando o elemento carbono, presente devido ao substrato sobre o qual a amostra foi depositada.

Elemento	Espectro 5	Espectro 6	Espectro 7
O	47,86	54,02	48,99
Al	4,91	6,96	6,30
Si	5,37	6,88	6,26
Ti	0,61	0,52	0,55
Fe	42,25	31,62	37,91

Fonte: O autor.

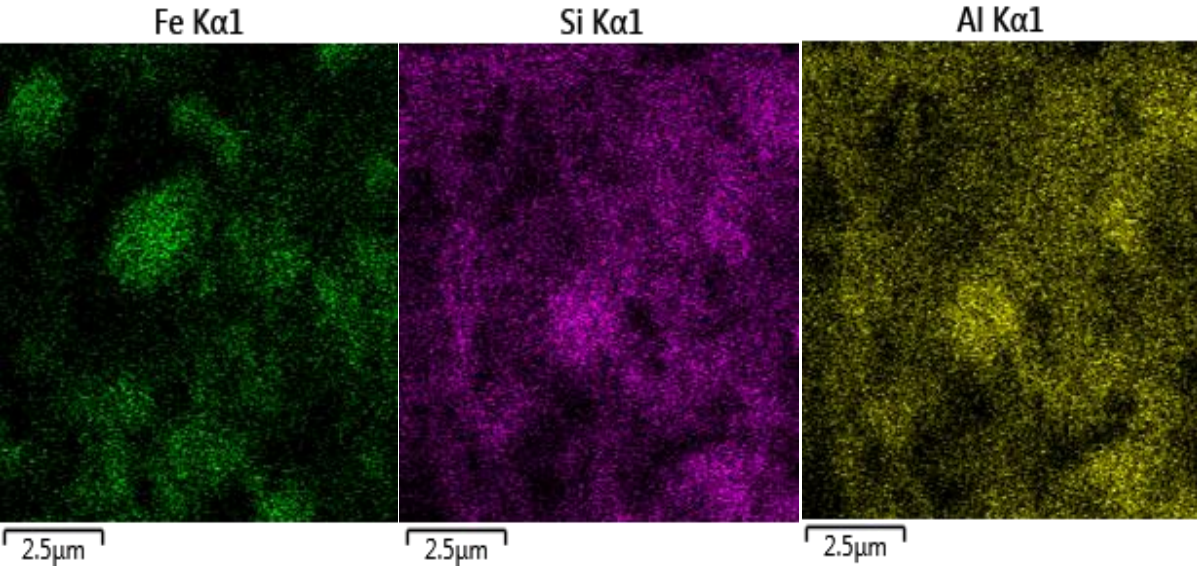
Outros autores como Delvigne (1998), Stoops (1983) também se referem a estrutura da goethita, utilizando a nomenclatura “radial” e não “tipo flor” como os autores anteriormente citados. A figura 56 apresenta resultado semelhante para a amostra AF V2 3-55, bem como a análise elementar na figura 57.

Figura 56 Resultado da micrografia para a amostra AF V2 3-55. (b) é uma ampliação de (a). O resultado mostra uma grande concentração da morfologia semelhante aos bastões, que pode ser associada à haloisita. A morfologia tipo-flor também aparece em grande quantidade.



Fonte: O autor.

Figura 57 Análise elementar por elemento individualmente da AF V2 3-55.



Fonte: O autor.

5. CONCLUSÃO

A partir da análise mineralógica dos dois perfis de solos da região de preservação do Parque Estadual da Serra Dourada, em Minas Gerais, identificou-se a presença dos minerais: muscovita, caulinita, haloisita, biotita, goethita, illita, gibbsita, quartzo e rutilo.

Os minerais gibbsita, haloisita e illita identificados nos perfis dos solos analisados, podem ser resultantes de processos de intemperismo do mineral caulinita, que por sua vez se origina dos feldspatos. A presença desses minerais na AF indica a transformação da caulinita e reflete sua formação a partir de micaxistos. Além disso, a grande quantidade de quartzo na TFSA está diretamente relacionada ao quartzito, seu material de origem. Esses minerais são característicos da formação do Grupo Araxá.

Os resultados indicaram um deslocamento dos argilominerais presentes na AF da camada superficial do perfil mais elevado, V4, para o de menor altitude, V2, indicando um deslocamento de argilominerais da superfície para as camadas mais profundas, sendo esperado esse deslocamento visto que o solo é arenoso.

O refinamento das amostras pelo método de Rietveld, incluindo os índices de refinamento e o ajuste gráfico, foi satisfatório, apesar das dificuldades na identificação mineral, em comparação com os resultados de amostras de origem natural encontrados na literatura.

A análise de FEG-SEM revelou que os minerais mais evidentes foram a goethita e a haloisita, identificadas por suas morfologias em forma de tubos e estrutura “tipo flor”, respectivamente.

Em suma, este estudo não apenas contribui para o conhecimento científico sobre a mineralogia de perfis de solos do Parque Estadual da Serra Dourada, mas também reforça a necessidade de uma abordagem integrada para a conservação ambiental. A preservação de áreas como a do Parque Estadual da Serra Dourada deve ser uma prioridade, não apenas para proteger a biodiversidade local, mas também para garantir a resiliência dos ecossistemas frente às mudanças climáticas. A mineralogia do solo é um componente essencial na interação entre a geologia, a

biologia e a ecologia, e seu estudo contínuo é fundamental para a preservação dos ecossistemas ricos e diversos da região.

Em trabalhos futuros pretende-se:

realizar a análise em todas as frações para ter o entendimento integral da mineralogia dos perfis estudados;

isolar, por meio de tratamento químico, a goethita, e realizar assim um estudo mais aprofundado da sua estrutura via MR-DRX e FEG-SEM;

isolar, por meio de tratamento químico, a haloisita, e realizar assim um estudo mais aprofundado da sua estrutura via MR-DRX e FEG-SEM;

determinar os índices de intemperismo dos perfis;

investigar os índices de qualidade do refinamento em relação às proporções dos minerais identificados.

REFERÊNCIAS

- AL-ANI, T.; SARAPAA, O. **Clay and Clay Mineralogy**. Report on Geological Survey of Finland. Kaolinite Books, Litmanen, 2018.
- AMOOZEGAR, A.; HEITMAN, J. L.; KRANZ, C. N. Comparison of soil particle density determined by a gas pycnometer using helium, nitrogen, and air. **Soil Science Society of America Journal**, v. 87, n. 1, p. 1-12, 2023.
- ANTHONY, J. W.; BIDEAUX R. A.; BLADH, K. W.; NICHOLS, M. C. **Handbook of Mineralogy**, Mineralogical Society of America, Chantilly, VA 20151-1110, USA [online]. Disponível em: <http://www.handbookofmineralogy.org/>. Acesso em: 13 mar. 2025.
- ARTEMYEVA, Z.; ŽIGOVÁ, A.; KIRILLOVA, N.; ŠŤASTNÝ, M.; HOLUBÍK, O.; PODRÁZSKÝ, V. Evaluation of aggregate stability of Haplic Stagnosols using dynamic light scattering, phase analysis light scattering and color coordinates. **Archives of Agronomy and Soil Science**, v. 63, n. 13, p. 1838–1851, 2017.
- AZEVEDO, A. C.; PEDRON, F. A.; SARTOR, L. R.; CASARINI, P. G. Filossilicatos 2:1 com hidróxi entrecamadas em solos: estado atual do conhecimento e perspectivas de pesquisa. **Revista de Ciências Agrárias**, v. 55, n. 3, p. 236-243, 2012.
- BALAN, E.; LAZZERI, M.; MORIN, G.; MAURI, F. First-principles study of the OH-stretching modes of gibbsite. **The american Mineralogist**, v. 91, n. 1, p. 115-119, 2006.
- BERTAGNOLLI, C.; KLEINÜBING, S. J.; SILVA, M. G. C. Preparation and characterization of a Brazilian bentonite clay for removal of copper in porous beds. **Applied Clay Science**, v. 53, p. 73-79, 2011.
- BECKHOFF, B., KANNGIEßER, B., LANGHOFF, N., WEDELL, R., WOLFF, H. **Handbook of Practical X-Ray Fluorescence Analysis**. 1. ed. Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2006.
- BIRLE, J. D.; TETTENHORST, R. Refined muscovite structure. **Mineralogical Magazine and Journal of the Mineralogical Society**, v. 36, n. 282, p. 883-886, 1968.
- BONEWITZ, R. **Rochas e minerais**. 2ª ed. Londres: DK Publishing, 2012.
- BRADY, NYLE C. **Elementos da Natureza e Propriedades dos Solos**. Brasil, Bookman, 2009.
- BRASIL. Decreto-lei nº 5.768, de 5 de junho de 2003. Decreta a criação do Parque Estadual da Serra Dourada e dá outras providências. **Diário Oficial da União**, Brasília, 18 jul. 2006.
- BRILHA, J. B. R. A Importância dos Geoparques no Ensino e divulgação das Geociências. **Geologia USP. Publicação Especial**, v. 5, p. 27-33, 2009.

BRILHA, J. G.; MURRAY P.; PEREIRA, D.; PEREIRA, P. Geodiversity: An integrative review as a contribution to the sustainable management of the whole of nature. **Environmental Science & Policy**, v. 86, p. 19-28, 2018.

GOLDSTEIN, J.; NEWBURY; JOY, D; LYMAN, C; ECHLIN, P; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. Kluwer Academic, Plenum Publishers, New York, 2003.

CAVALCANTE, F.; DANTAS, J.; SANTOS, D.; CAMPOS, M. Considerações sobre a utilização dos principais solos no estado da Paraíba. **Revista científica eletrônica de agronomia**. v. 8, p. 1-10, 2005.

CLABEL HUAMÁN, J. L.; NICOLODELLI, G.; SENESI, G. S.; MONTES, C. R.; PERRUCI, N. A. F.; BEZZON, V. D. N.; MILORI, D. M. B. Characterization and distribution of mineral phases in an Amazonian humiluvic Spodosol profile by XRPD, HR-TEM, SAED and SEM-EDX. **Environmental Earth Sciences**, v. 80, n. 11, 2021.

CHOROM, M.; RENGASAMY, P. Dispersion and zeta potential of pure clays as related to net particle charge under varying pH, electrolyte concentration and cation type. **European Journal of Soil Science**, v. 46, n. 4, p. 657-665, 1995.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray Diffraction**. 2 ed. Reading, Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1978.

DELVIGNE, J.E. Atlas of micromorphology of mineral alteration and weathering. **Canadian Mineralogist**, Special Publication n. 3, Ottawa, Ontario, 1998.

DOWNS, R. T.; HALL-WALLACE, M. T. **The American Mineralogist Crystal Structure Database**. Disponível em: <http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>. Acesso em: 17 fev. 2025.

EMBRAPA. **Manual de métodos de análise de solo**. Centro Nacional de Pesquisa de Solos. 2. ed. Rio de Janeiro, 1997.

FERREIRA, M. M. Caracterização Física do Solo. In: LIER, Q. J. van (Ed.). **Física do Solo**. Viçosa, MG: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, p.1-28, 2010.

FITZPATRICK, E. A. **Micromorphology of soils**. Dordrecht: Springer, 1984.

FLINT, A.; FLINT, L. E. Densidade das partículas. In: DANE, J. H.; TOPP, G. C. **Laboratório métodos de análise de solo. Part 4: Metodos fisicos**. Madison: SSSA, p. 229-240, 2002.

FRANCO, A. C. S.; CARNEIRO, V. A. **Revista Mirante**, Anápolis (GO), v. 13, n. 1, 2020.

FREITAS, M. G. de; CARNEIRO, V. A. Um olhar mineralógico – o perfil do Quartzo e suas propriedades físicas. **Para Onde!?**, Porto Alegre, v. 12, n. 2, p. 49–58, 2019.

FURTADO, T. V.; VALDATI, J.; GOMES, M. C. V. Possibilidades de abordagem da geodiversidade no ensino de geografia a partir da proposta da BNCC. **Geo UERJ**, 2007, v. 43, p. e76406, 2023.

GOOGLE EARTH. [Imagem da Serra Dourada]. Google Earth. Disponível em: <https://earth.google.com/>. Acesso em: 05 mar. 2025.

GUALTIERI, A. F. Accuracy of XRPD QPA using the combined Rietveld-RIR method. **Journal of Applied Crystallography**, v. 33, p. 267-278, 2000.

GUZZO, P. L. Quartzo. In: **Rochas e Minerais Industriais no Brasil: usos e especificações**. 2.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI, 2008. p. 681-721.

GRUNER, J. W. The Crystal Structure of Kaolinite. **Zeitschrift für Kristallographie - Crystalline Materials**, v. 83, n. 1-6, p. 75-88, 1932.

HAN, L.; CHEN, Y.; WEI, Y. Hierarchical flower-like Fe₃O₄ and c-Fe₂O₃ nanostructures: Synthesis, growth mechanism and photocatalytic properties. **CrystEngComm**, v. 14, p. 4692-4698, 2012.

HAZEMANN, J. L.; HAZEMANN, A. R. Rietveld studies of the aluminium-iron substitution in synthetic goethite: Soie. **Materials Science Forum**, v. 79-82, p. 821-826, 1991.

INDA JUNIOR, A. V. **Caracterização de goethita e hematita em solos poligenéticos**. 2002. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2002.

JONES, A. A. X-ray fluorescence spectrometry. In: SPARKS, D. L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis. Part 2. Chemical and Microbiological Properties**. Agronomy monograph, n. 9. 2 ed. Madison: Soil Science Society of America, 1982. p. 85-112.

JORDT-EVANGELISTA, H.; SILVA, M. Rochas metaultramáficas de Lamim, sul do Quadrilátero Ferrífero, MG: Contribuição ao conhecimento do protólito da pedrasabão. **Rem-Revista Escola De Minas**, v. 58, 2005.

JOUSSEIN, E.; PETIT, S.; CHURCHMAN, J.; THENG, B.; RIGHI, D.; DELVAUX, B. Halloysite. **Clay Minerals**, v. 40, n.4, p. 383-426, 2005.

KAHLE, M.; KEBLER, M.; JAHN, R. Review of XRD-based quantitative analyses of clay minerals in soils: the suitability of mineral intensity factors. **Geoderma**. v.109, p. 191-205, 2000.

KARATHANASIS, A. D.; HAJEK, B. F. Elemental analysis by X-Ray fluorescence spectroscopy. In: SPARKS, D. L. (Ed.). **Methods of Soil Analysis. Part 3. Chemical Methods. SSSA Book Series**, n. 5. Madison: Soil Science Society of America e American Society of Agronomy, p. 161-198, 1996.

KARMAKAR, S.. Particle size distribution and zeta Potential Based on Dynamic Light Scattering: Techniques to Characterise Stability and Surface distribution of Charged

Colloids. *In*: SUR, U. K. (Ed.). **Recent Trends in Materials: Physics and Chemistry**. Índia: Studium Press (India) Pvt. Limited, p. 117-159, 2019.

KRISHNA, A. K.; MOHAN K. R.; MURTHY, N. N.; GOVIL P. K.. Comparative Study of X-ray Fluorescence and Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry of Heavy Metals in the Analysis of Soil Samples. **Atomic Spectroscopy**, v. 29, n. 3, p. 83-89, 2008.

LACERDA FILHO, J. V.; REZENDE, A; SILVA, A. **Geologia e recursos minerais do estado de Goiás e Distrito Federal**. Brasília: CPRM; METAGO; UNB, 1999.

LANGFORD, Harry; HODSON, Andy; BANWART, Steve. Using FTIR spectroscopy to characterise the soil mineralogy and geochemistry of cryoconite from Aldegondabreen glacier, Svalbard. **Applied Geochemistry**, v. 26, p. S206–S209, 2011.

LARSON, A.C.; VON DREELE, R.B. **General structure analysis system (GSAS)**. Los Alamos National Laboratory, 2004.

LEONG, S. S.; NG, W. M.; LIM, J.; YEAP, S. P. Dynamic light scattering: Effective sizing technique for characterization of magnetic nanoparticles. **Handbook of materials Characterization**. São Luiz: Springer, cap. 3, p. 77-111, 2018.

LEPSCH, I.F. Formação e conservação dos solos. São Paulo: **Oficina de Textos**, 2002.

LEVIEN, L.; PREWITT, C. T.; WEIDNER, D. J. Structure and elastic properties of quartz at pressure. **American Mineralogist**, v. 65, p. 920-930, 1980.

LI, Q.; SHI, W.; YANG, Q. Method to determine van der Waals potential energy of particle interactions for soil clay by dynamic light scattering. **European Journal of Soil Science**, v. 72, p. 1-13, 2021.

LISBOA, T. de M. **Metamorfismo de alta temperatura e média pressão de paragnaisses, anfíbolitos e hornblenda-biotita gnaisses do Complexo Quatro Cachoeiras, Província Rondônia-Juruena, Rio Guariba - Amazonas**. 2019. Dissertação (Mestrado em Geociências) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2019.

LOPEZ, G. I. Grain size analysis. *In*: GILBERT, A. S. (Ed.). **Encyclopedia of Geoarchaeology**. p. 341-348, 2017.

LORENTZ, B.; SHANAHAN, N.; STETSKO, Y. P.; ZAYED, A. Characterization of Florida kaolin clays using multiple-technique approach. **Applied Clay Science**, v. 161, p. 326-333, 2018.

MELO, V. F.; WYPYCH, F. Caulinita e Halóisita. *In*. MELO, V. F.; ALLEONI, L. R. F. (Ed.). **Química e mineralogia do solo**. Viçosa, MG: SBCS, v.1. p.427 – 504, 2009.

MARTINS, J. C.; MARTINS, E. de S.; REATTO, A. Revisão de intemperismo de micas. 2004. **Embrapa Cerrados. Documentos, 123**. Brasília, DF: Embrapa. Disponível em

<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/bitstream/doc/568958/1/doc123.pdf>. Acesso em: 13 mar. 2025.

MATKO, V. Porosity determination by using stochastics method. **Autmatika**, v. 44, n. 3-4, p. 155-162, 2003.

MEHMEL, M. Über die Struktur von Halloysit und Metahalloysit. **Zeitschrift für Kristallographie**, v. 90, p. 35-43, 1934.

MENDONÇA, D. P.; SANTOS, J. C. V.; CARNEIRO, V. A. Relato de experiência sobre a geodiversidade no Parque Estadual da Serra Dourada. **Revista Mirante (Online)**, v. 13, p. 22-36, 2020.

MOMOLI, R. S.; CORRECHEL, V. **Título da Figura**. 2018. Arquivo dos autores.

MOMOLI, R. S.; CORRECHEL, V.; FARIA, K. M. S.; MOTA, J. C. Conservação dos solos e ecoturismo no Parque Estadual da Serra Dourada, Goiás. **Geografia (Rio Claro. Online)**, v. 46, p. 1-21, 2021.

MOMMA, K.; IZUMI, F. VESTA 3 for three-dimensional visualization of crystal, volumetric and morphology data. **Journal of Applied Crystallography**, v. 44, p. 1272-1276, 2011.

MOURA, M. J.; FIGUEIREDO, M. M. Aplicação das técnicas de picnometria de gás e de porosimetria de mercúrio. **Silva Lusitana**, v. 10, p. 207-216, 2002.

NAVARRO, G. R. B.; ZANARDO, A.; CONCEIÇÃO, F. T. O Grupo Araxá na região Sul-Sudoeste dos estado de Goiás. **Geologia USP. Série Científica**, v. 13, p. 5-28, 2013.

NITZSCHE, R. P.; PERCIVAL, J. B.; TORRANCE, J. K.; STIRLING, J. A. R.; BOWEN, J. T. X-ray diffraction and infrared characterization of Oxisols from central and southeastern Brazil. **Clay Minerals**, v. 43, n. 4, p. 549-560, 2008.

OLIVEIRA, W. N.; NUNES, A. W., SIQUEIRA, R. V. Estudo de Redelimitação do Parque Estadual Serra Dourada – GO, utilizando dados espaciais. **Novas Edições Acadêmicas**, 2017.

OLIVEIRA, D. F.; ALMEIDA, R. T. S.. Avaliação da vulnerabilidade à perda de solo com a implementação do Parque Estadual da Serra Dourada – Goiás. **Ateliê Geográfico**, Goiânia, v. 18, n. 3, p. 211-245, 2024.

PALMER, N. E.; WANDRUSZKA, V. Ray. Dynamic light scattering measurements of particle size development in aqueous humic materials. **Fresenius Journal of Analytical Chemistry**, v. 371, n. 6, p. 951-954, 2001.

PEDROTTI, A.; FERREIRA, M.M.; CURI, N.; SILVA, M.; DE LIMA, J.; CARVALHO, R. Relação entre atributos físicos, mineralogia da fração argila e formas de alumínio no solo. **Revista Brasileira de Ciências do Solo**, v. 27, p. 1-9, 2003.

PEREIRA, T. T. C.; OLIVEIRA, F.; FREITAS, D. F.; DAMASCENO, B. D.; DIAS, A. C. A mineralogia dos solos tropicais: estado da arte e relação com o uso e manejo. **Geonomos**, v. 28, n. 2, p. 1-14, 2020.

PETERNELLA, Wilson Sacchi; DA COSTA, Antônio Carlos Saraiva. Evaluation of a Toposequence of Soils Derived from Basalt by Fourier Transform Infrared Spectroscopy. **Open Access Library Journal**, v. 8, e7867, 2021.

PINTO FILHO, R. F. **Inventário e avaliação da geodiversidade no município de Goiás e Parque Estadual da Serra Dourada**. 2014. Dissertação (Mestrado em Geografia) - Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2014.

PRANDEL, L. V.; SAAB, S. C.; BRINATTI, A. M.; GIAROLA, N. F. B.; LEITE, W. C.; CASSARO, F. A. M. Mineralogical analysis of clays in hardsetting soil horizons, by X-ray fluorescence and X-ray diffraction using Rietveld method. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 95, p. 65–68, 2014.

QUANTACHROME INSTRUMENTS. **Multipicnometer Instruments**: Model: MVP-D160-E Operating Manual. In: Boynton Beach, FL, 2009.

REGO, L. G. S. et al. Mineralogia de solos sob florestas estacionais decíduais na região norte de Minas Gerais. In: XXXV CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 2015, Natal-RN. **Anais**. Natal-RN, 2015.

RESENDE, M.; CURI, N.; KER, J. C.; REZENDE, S. B. Noções básicas sobre raios X. In: _____. **Mineralogia de solos brasileiros: interpretação e aplicações**. Lavras-MG: UFLA, p.1-24, 2005.

RIBON, A. A.; FERNANDES, K. L.; MARQUES JUNIOR, J.; BAHIA, A. S. R. S. Caracterização de hematita e goethita em solos do cerrado. In: XXXV CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA DO SOLO, 2015, Natal-RN. **Anais**, Natal-RN, 2015.

ROCHA, D. R.; MELQUIADES, F. L.; THOMAZ, E. L. Modeling the soil burn effect for temperature prediction by energy dispersive X ray Fluorescence in an haplic cambisol soil. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 150, p. 26-30, 2019.

SANTOS, H. G.; JACOMINE, P. K. T.; dos ANJOS, L. H. C.; OLIVEIRA, V. A. de; LUMBRERAS, J. F.; COELHO, M. R.; de ALMEIDA, J. A. ; de ARAÚJO FILHO, J. C.; OLIVEIRA, J. B. de; CUNHA, T. J. F. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. 5. ed. rev. e aum. Brasília, DF: Embrapa, 2018.

SCHADOSIN, J.; SAAB, S. C.; BRINATTI, A. M.; PIRES, L. F. Quantitative and qualitative characterization of the granulometry of an Inceptisol. **Química Nova**, v. 46, n. 4, p. 329-335, 2023.

SCHOBENHAUS, C.; RIBEIRO, C. L.; OLIVA, L. A.; TAKANOHASHI, J. T.; LINDENMAYER, Z. G.; VASCONCELOS, J. B.; ORLANDI, V. Folha Goiás (SD-22). In: **Carta Geológica do Brasil ao Milionésimo**, DNPM, Brasília, p. 113, 1975.

SHAND, C. A.; WENDLER, R. Portable X-ray fluorescence analysis of mineral and organic soils and the influence of organic matter. **Journal of Geochemical Exploration**, v. 139, p. 130-142, 2014.

SHARPLES, C. **Concepts and principles of geoconservation**. Disponível em: <https://nre.tas.gov.au/Documents/geoconservation.pdf>. Acesso em: 10 fev. 2025.

SILVA, S. H. G.; HARTEMINK A.E.; TEIXEIRA, A. F. S.; INDA, A. V.; GUILHERME, L. R. G.; SILVA, N. C.. Soil weathering analysis using a portable X-ray fluorescence (PXRF) spectrometer in an inceptisol from the brazilian cerrado. **Applied Clay Science**, [S.l.], v. 162, p. 27-37, 2018.

SILVA, J. R. V. A geodiversidade vai à escola: solos, rochas e minerais como recursos didáticos na abordagem de temáticas socioambientais. **Caminhos de Geografia**, Uberlândia, v. 23, n. 88, p. 22–31, 2022.

SINGH, B.; GILKES, R.J. An Electron Optical Investigation of the Alteration of Kaolinite to Halloysite. **Clays and Clay Minerals**, v. 40 n. 2, p. 212-229, 1992.

SINGH, B.; MACKINNON, I. D. R. Experimental transformation of kaolinite to halloysite. **Clays and Clay Minerals**, v. 44, n. 6, p. 825-834, 1996.

SWOPE, R. J.; STYERS, J. R.; LANSON, A. C. H in rutile-type compounds: I. Single-crystal neutron and X-ray diffraction study of H in rutile. **American Mineralogist**, v. 80, p. 448-453, 1995.

STOOPS, G.; Sem and light microscopic observations of minerals in bog-ores of the Belgian Campine. **Geoderma**, v. 30, p. 179-186, 1983.

TAKEDA, H.; ROSS, M. Mica polytypism: dissimilarities in the crystal structures of coexisting 1M and 2M biotite. **American Mineralogist**, v. 60, p. 1030-1040, 1975.

TOBY, B. H. A graphical user interface for GSAS. **Journal of Applied Crystallography**. v. 34, p. 210-213, 2003.

TOBY, B. H. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? **Powder Diffraction**. v. 21, p. 67-70, 2006.

STETEFELD, J; MCKENNA, S.A.; PATEL T.R. Dynamic light scattering: a practical guide and applications in biomedical sciences. **Biophysical Reviews**. 2016.

TROEH, F. R.; THOMPSON, L. M. Solo. In: DOURADO NETO, D.; DOURADO, M. N. (Trad.). **Solos e Fertilidade do Solo**. São Paulo: Organização Andrei, p. 13-20, 2007.

STETEFELD, J.; MACKENNA S. A.; PATEL, T. R. Dynamic light scattering: a practical guide and applications in biomedical sciences, **Biophysical Reviews**, 2016.

SURYANARAYANA, C.; NORTON, M. G. **X-Ray Diffraction: A Practical Approach**. New York: Springer, 1998.

VELDE, B. **Introduction to Clay Minerals: Chemistry, Origins, Uses and Environmental Significance**. Chapman and Hall Ltd., London, 1992.

VELDE, B. (Ed.) **Origin and Mineralogy of Clay: Clays and the Environment**. Berlin: Springer, 1995.

VAN LIER Q. J., **Física do solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Física dos Solos, 2010.

XU, R. Light scattering: a review of particle characterization applications. **Particuology**, v. 12, n. 1, p. 1-11, 2014.

WEINDORF, D. C.; CHAKRABORTY, S. Enhanced Pedon Horizonation Using Portable X-ray Fluorescence Spectrometry. **Soil Science Society of America Journal**, v. 76, n. 2, p. 522-531, 2012.

WILSON, M. J. (Ed.) **Clay Mineralogy: spectroscopy and chemical determinative methods**. Berlin: Springer, 1994.

YOUNG, R. A. **The Rietveld Method**. Oxford, UK: Oxford University Press, IUCr Monographs on Crystallography, n.5, 2002.

YONGJIAN A.; LIU, L.; ZHANG, C.; QI, L.; HE, M.; LIANG, Z.; SUN, H. B.; LUO, G.; LIANG, Q. Amorphous flowerlike goethite FeOOH hierarchical supraparticles: Superior capability for catalytic hydrogenation of nitroaromatics in water. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v.10, n. 38, p. 32180-32191, 2018.

YU, K. N.; YEUNG, Z. L. L.; LEE, L. Y. L.; STOKES, M. J.; KWOK, R. C. W. Determination of multi-element profiles of soil using energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF). **Applied Radiation and Isotopes**, v. 57, n. 3, p. 279-284, 2002.

YUKSELEN, Y; KAYA, A. Zeta Potential of Kaolinite in the Presence of Alkali, Alkaline Earth and Hydrolyzable Metal Ions. **Water, Air, and Soil Pollution**, v. 145, p. 155–168, 2003.