

## **UTILIZAÇÃO DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA CARACTERIZAÇÃO DE UMA AMOSTRA DE ARGILOMINERAL**

Rhavel Batista Morais<sup>1</sup>, Alecio Soares Silva<sup>1</sup>, Davi Cardoso da Silva<sup>2</sup>

(1) UFCG/CTRN - Rua Aprígio Veloso, 882 - Universitário, Campina Grande/PB CEP: 58429-900  
Telefone: (83) 2101-1000

(1), (2), UEPB/CCT - Rua das Baraúnas, 351 Bairro: Campus Universitário da UEPB, Campina Grande/PB  
CEP: 58429-600

Telefone: (83) 3315-3409 / FAX: (83) 3315-340  
Tel/: (83)99377-3039 – e-mail:rhavelbts@gmail.com  
Tel/: (83)9931-38706 – e-mail:mataspe@hotmail.com  
Tel/:(83)99654-1432-e-mail:davicardozosilva@gmail.com

### **1. INTRODUÇÃO**

O uso da difração de raios X para o estudo da caracterização dos minerais e estudo dos cristais trata-se de um grande avanço no campo da cristalografia. Essa técnica encontra aplicações em diversos campos do conhecimento, mais particularmente na engenharia e ciências de materiais, engenharias metalúrgica, química e de minas, além de geociências, dentre outros.

A análise do cristal é feita quando um feixe de radiação difrata em um cristal de estrutura desconhecida e a medida dos ângulos da difração dos raios nos dá a distância dos átomos no cristal, nos levando a estrutura cristalina.

### **2. OBJETIVO**

O objetivo do nosso experimento é caracterizar uma amostra, identificada pelo minerador como sendo uma bentonita, através de um ensaio de difração de raio-X, do qual analisaremos o difratograma, realizando a identificação dos picos, calculando as distâncias interplanares, através do ângulo de reflexão, e do valor da intensidade da onda para o correspondente ângulo, Para confirmarmos que a amostra trata-se de uma bentonita e determinarmos qual o tipo de bentonita, bem como determinarmos a presença de outros minerais associados.

### **3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

### 3.1. Histórico dos raios X

Após uma série de estudos, em 1895 a radiação X foi descoberta pelo físico alemão Wilhelm Conrad Roentgen, enquanto experimentava a produção de raios catódicos em tubos de descarga fechados, cobertos com papel preto. O feixe de elétrons no tubo de descarga chocando-se com o vidro do tubo, produzia uma radiação X, nomenclatura aplicada por causa de muitos mistérios a ela relacionados. Essa radiação de intensidade baixa fazia com que algum material fluorescente próximo luzisse no escuro. Porém, ele não conseguiu medir o comprimento de onda emitido, não levando assim à descoberta da difração dos raios X pelos cristais. <sup>1</sup>

No ano de 1912, o físico alemão Max Von Laue sugeriu que os raios X fossem utilizados no estudo dos cristais. Mas em 1914, os físicos ingleses William Henry Bragg e William Lawrence Bragg avançaram no estudo da difração de raios X e conseguiram determinar a estrutura do primeiro composto. <sup>1</sup>

### 3.2. Os raios X

Os raios X constituem um tipo de luz, ou seja, uma radiação eletromagnética, de uma vibração de dois campos, um elétrico e outro magnético, num movimento ondulatório. <sup>2</sup>Esses raios são produzidos quando os elétrons, movimentando-se com velocidade elevada, se chocam com os átomos de qualquer elemento. <sup>1</sup> Esse elétron de alta energia é gerado no cátodo do tubo catódico e colide com um alvo metálico (ânodo). Quando esse elétron atinge o alvo, um elétron localizado na camada de um átomo do material é liberado na forma de fotoelétron, fazendo com que haja uma vaga nessa camada. Para ocupar o espaço deixado por esse elétron, outro elétron de uma camada mais externa passa à camada interna desse elétron que havia saído, liberando energia na forma de um fóton de raios X. <sup>3</sup> A diferença entre raios X e raios de luz visível é a **energia** dos fótons individualmente. Isto também é chamado de **comprimento de onda** dos raios. <sup>4</sup>

### 3.3. Difração de raios X e Lei de Bragg

A difração de raios X é uma das ferramentas básicas para caracterização mineralógica de minérios. O método baseia-se na interação de ondas na frequência de raios X (geralmente entre 0,70 e 2,30 Å) com os planos de repetição sistemática do retículo cristalino. É aplicado apenas para materiais cristalinos e não amorfos. <sup>5</sup>

“Von Laue deduziu três equações para explicar os fenômenos observados de difração, ele mostrou que para se produzir uma mancha em uma chapa fotográfica, devem ser satisfeitas simultaneamente três condições. Pouco depois, W. L. Braag, trabalhando em difração de raios X, acentuou que, embora os raios X sejam de fato difratados pelos cristais, atuam como se fossem refletidos de planos dentro do cristal. Contudo, diferentemente da reflexão da luz, os raios X não são “refletidos” continuamente de um determinado plano do cristal. Usando um comprimento de onda dado,  $\lambda$ , Bragg mostrou que, somente sob certas condições, se produz uma “reflexão” a partir de uma família de planos paralelos. Essas condições devem satisfazer à equação”<sup>1</sup>:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

n: número inteiro

$\lambda$ : comprimento de onda dos raios X incidentes

d: distância interplanar

$\theta$ : ângulo de difração

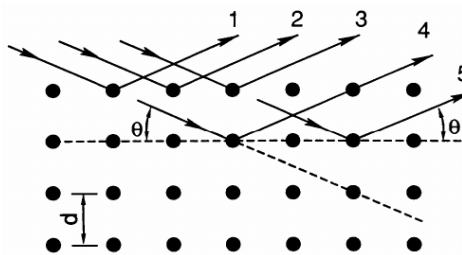


Figura 01- Geometria da reflexão dos Raios X

Fonte: PMI

Onde n é um número inteiro,  $\lambda$  é o comprimento de onda da fonte de raios X utilizado, d são as distâncias interplanares e  $\theta$  é o ângulo de incidência dos raios X.

Ao se caracterizar argilominerais, a utilização da técnica de difração de raios X torna-se ainda mais indicada, pois uma análise química reportaria os elementos químicos presentes no material, mas não as formas como eles estão ligadas. A análise química poderia então ser associada à análise racional, porém os resultados obtidos não apresentam elevada confiabilidade, além deste procedimento não ser indicado para identificar fases polimórficas. A semelhança do comportamento térmico dos argilominerais também descarta a utilização isolada das técnicas termo-diferenciais, que também são mais dispendiosas e demoradas. Porém na caracterização de argilas, o elevado teor de quartzo da amostra e sua facilidade de orientar-se resultam em picos bem definidos e de grande

intensidade desta fase cristalina, prejudicando muitas vezes a identificação e caracterização das demais fases.

Neste trabalho é descrito um procedimento rápido e eficiente para identificar os argilominerais mais comumente encontrados nas argilas nacionais. Tal procedimento minimiza a presença do quartzo e facilita a identificação das demais fases.

### **3.4. Bentonita**

A Bentonita pode ser definida como uma rocha constituída essencialmente por um argilo mineral montmorilonítico (Esmectítico), formado pela desvitrificação e subsequente alteração química de um material vítreo, de origem ígnea, usualmente um tufo ou cinza vulcânica em ambientes alcalinos de circulação restrita de água. O termo Bentonita deriva da localização do primeiro depósito comercial ter sido descoberto em na região de Rock Creed Fort Benton, Wyoming – EUA.

Em 1897, Knight reportou que desde 1888 Taylor comercializava uma argila peculiar e propôs a denominação de taylorite, sugerindo em seguida “Bentonita”, uma vez que a primeira denominação já era utilizada.

As bentonitas podem ser classificadas basicamente como sódicas ou cálcicas. O tipo mais importante sob o ponto de vista de disponibilidade, reservas e utilização é a bentonita sódica natural, esse tipo tem como característica uma elevada capacidade de inchamento em água, excelentes propriedades tixotrópicas e outras características que a distingue dos demais tipos. O segundo tipo é mais abundante na natureza, em seu estado natural tem como cátion trocável o cálcio e baixa capacidade de inchamento.

A produção de bentonita no Brasil concentra-se na forma cálcica. Para suprir a demanda por bentonitas sódicas destinadas para aplicações mais específicas, e diminuir a necessidade de importá-las, as bentonitas brasileiras precisam ser ativadas com carbonato de sódio (barrilha).

#### **Diferenças entre bentonita sódica e cálcica**

As bentonitas sódicas adsorvem água continuamente inchando e aumentando de volume até a completa esfoliação de suas lamelas cristalinas em água, proporcionando à bentonita sódica os seus usos tecnológicos característicos e exclusivos. As bentonitas cálcicas não se esfoliam em suspensão aquosa: o inchamento de suas partículas é pequeno e elas precipitam rapidamente. As

bentonitas produzidas no Brasil são cálcicas e o país não tem reservas de bentonitas sódicas. Toda bentonita sódica disponível no país ou é importada ou é produzida a partir da bentonita cálcica, em um processo de beneficiamento (ativação), usando carbonato de sódio.

### **Características**

A bentonita sódica natural apresenta alta resistência a quente e a seco, propriedades necessárias para evitar defeitos de expansão de areia, lavagem e erosão do molde. Este tipo de bentonita também apresenta uma alta durabilidade requerendo menos readição nos sistemas de areia. As areias de moldagem ligadas com bentonita sódica natural, aparentam ter uma alta plasticidade quando misturadas com uma quantidade de água ótima, isto facilita a moldagem evitando-se principalmente a quebra nos cantos dos moldes.

A bentonita cálcica apresenta resistência a seco e a quente menores que a bentonita sódica, ela colapsa bem mais facilmente e previne defeitos de trinca a quente. Tem resistência a verde mais elevada que a bentonita sódica natural e uma melhor fluxibilidade. Apresenta também boas propriedades de desmoldagem que a torna especialmente interessante quando se deseja obter peças com menor aderência de areia de moldagem.

### **Propriedades**

- Capacidade de adsorver água, com isso aumentando em várias vezes o seu volume inicial em meio aquoso.
- Capacidade de troca catiônica (Moderada carga negativa superficial) e a tixotropia (diminuição da viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, à uma taxa de cisalhamento constante).
- Intercalação de outros componentes entre as camadas.
- Resistência a Temperatura e a Solventes.

Essas propriedades conferem as Bentonitas em características bastante específicas, que tem justificado uma vasta gama de aplicações nos mais diversos segmentos.

### **Aplicações**

As principais aplicações industriais de argilas bentoníticas, chegam a 140, dentre as quais as mais importantes são:

- Agente tixotrópico de fluidos de perfuração de poços de petróleo e água subterrânea, e também na pelotização do minério de ferro;
- Aglomerante de areias de moldagem usadas em fundição;
- Descoramento de óleos vegetais, minerais e animais;
- Carga de borracha, papéis, sabões, tintas;
- Clarificante de caldo de cana de açúcar e bebidas em geral;
- Impermeabilizante de barragens, canais e solos;
- Produtos cerâmicos e refratários
- Suspensor de inseticidas e detergentes.

#### 4. MATERIAIS E METODO

A amostra foi submetida ao procedimento descrito a seguir para identificação do argilo mineral por difração de raio X.

Os ensaios de difração de raios X foram realizados em um difratômetro Tandus Soller XRD 6000 SHIMADZU, com velocidade do goniômetro de 2°/min, tubo de cobre ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), varrendo-se 2° a 60° (escala 2 $\theta$ ). Tendo sido realizados todos os procedimentos gerais para preparação da amostra.

#### 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Através do ensaio de Difração de raio X obtivemos os dados necessários para geração do difratograma do mineral em estudo. Utilizamos o software Origin para plotar o gráfico de Intensidade de reflexão dos raios – X em função de 2 $\theta$ .

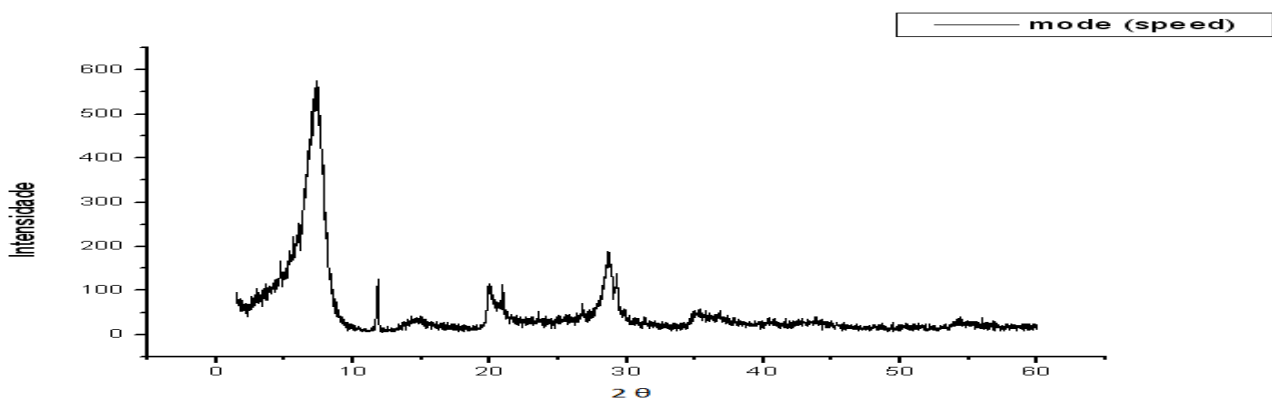


Figura 1: Difratograma do argilomineral.



Ponto	X=2θ	θ(o)	λ	θ(rad)	d=λ/2sen(θ)
1	7.26157457	3.630787	1.5406	0.063456611	12.14715365
2	11.8167271	5.908364	1.5406	0.103262654	7.472892195
3	14.7141028	7.357051	1.5406	0.128581907	6.007273666
4	19.9711969	9.985598	1.5406	0.174521995	4.436255895
5	20.9120973	10.45605	1.5406	0.182744227	4.238734075
6	23.5107745	11.75539	1.5406	0.205453248	3.77577871
7	26.7516535	13.37583	1.5406	0.233774268	3.325264157
8	28.5438447	14.27192	1.5406	0.249435662	3.120428452
9	29.2607211	14.63036	1.5406	0.255700219	3.045591875
10	35.0704075	17.5352	1.5406	0.306469238	2.553246963
11	43.8222744	21.91114	1.5406	0.382949044	2.061513411
12	54.4260721	27.21304	1.5406	0.47561229	1.68230798
13	6.51482825	3.257414	1.5406	0.056931031	13.53771847

Tabela 1: Relação dos picos identificados e suas respectivas distâncias interplanares.

Ponto	X=2θ	θ(o)	θ(o)	θ(rad)	d=λ/2sen(θ)	d Å
1	7.26157457	3.630787	1.5406	0.063456611	12.14715365	13,6
2	11.8167271	5.908364	1.5406	0.103262654	7.472892195	4,47
3	14.7141028	7.357051	1.5406	0.128581907	6.007273666	3,34
4	19.9711969	9.985598	1.5406	0.174521995	4.436255895	3,23
5	20.9120973	10.45605	1.5406	0.182744227	4.238734075	2,92
6	23.5107745	11.75539	1.5406	0.205453248	3.77577871	2,59
7	26.7516535	13.37583	1.5406	0.233774268	3.325264157	2,49
8	28.5438447	14.27192	1.5406	0.249435662	3.120428452	
9	29.2607211	14.63036	1.5406	0.255700219	3.045591875	
10	35.0704075	17.5352	1.5406	0.306469238	2.553246963	
11	43.8222744	21.91114	1.5406	0.382949044	2.061513411	
12	54.4260721	27.21304	1.5406	0.47561229	1.68230798	
13	6.51482825	3.257414	1.5406	0.056931031	13.53771847	

Tabela 2: Relação dos picos identificados e suas respectivas distâncias interplanares e as distâncias interplanares encontradas nas fichas pdf.

Analisando os resultados e confrontando-os com as fichas de identificação podemos concluir que a amostra em análise se trata de uma Montmorilonita 14 Hidróxido Hidratado Silicato de Sódio Magnésio e Alumínio.

## **6. CONCLUSÃO**

Verificou-se uma pequena distorção dos dados encontrados experimentalmente e os valores indicados nas fichas pdf, o que se justifica pelo fato da amostra que deu origem aos dados das fichas era uma amostra pura, sem a presença de minerais associados. Portanto fica evidenciada a presença de minerais associados na amostra em análise, baseando-se na literatura verificamos que os minerais que ocorrem em associação com a bentonita mais comumente são: o quartzo, feldspato e ferro.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. L. E. Neves, “Estudo prático de argilas por difratometria de raios X” – Boletim Técnico da Petrobrás **11**,1 (1968) 123-135.
2. P. S. Santos, “Ciência e tecnologia de argilas v. 1”. ed. Edgard Blücher Ltd. (1989).
3. P. S. Santos, “Ciência e tecnologia de argilas v. 2”. ed. Edgard Blücher Ltd. (1989).
4. S. J. ALVES.; Usinas de Beneficiamento de Minério do Brasil/ João Alves Sampaio, Adão Benvindo da Luz, Fernando Freitas Lins. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2001.
5. L. F. D. Paes de.; Perfil Analítico da Bentonita - Departamento Nacional da Produção Mineral - DNPM, 1973.